



**HAL**  
open science

# Élaboration d'un éco-géo-matériau à base de terre crue

Joanna Eid

► **To cite this version:**

Joanna Eid. Élaboration d'un éco-géo-matériau à base de terre crue. Génie civil. Université du Havre, 2016. Français. NNT : 2016LEHA0037 . tel-02073671

**HAL Id: tel-02073671**

**<https://theses.hal.science/tel-02073671>**

Submitted on 20 Mar 2019

**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.



Normandie Université

## THESE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité Génie Civil

Préparée au sein du Laboratoire Ondes et Milieux Complexes

**Élaboration d'un éco-géo-matériau à base de terre crue.**

Présentée et soutenue par  
**Joanna EID**

**Thèse soutenue publiquement le 29 Juin 2016  
devant le jury composé de**

Mme Nadia SAIYOURI	Professeur à l'Université de Bordeaux, France	Rapporteur
M. X. Ramón NOVOA	Profesor de la Universidad de Vigo, España	Rapporteur
Mme Mahdia HATTAB	Professeur à l'Université de Lorraine, France	Examineur
M. Domenico GALLIPOLI	Professeur à l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, France	Examineur
M. Jean-Marie FLEUREAU	Professeur à l'École Centrale Paris (CentraleSupélec), France	Examineur
M. Jean-Marc KANEMA	Maître de conférences à Normandie Université, France	Examineur
M. Hisasi TAKENOUTI	Chercheur CNRS bénévole à Sorbonne Universités UPMC Paris 6, France	Membre invité
M. Saïd TAÏBI	Professeur à Normandie Université, France	Directeur de thèse

**Thèse dirigée par Saïd TAÏBI, laboratoire LOMC CNRS UMR 6294**





*Si la Science existe c'est pour tenter de  
comprendre la Création Majestueuse de Dieu*

*Ce travail est dédié à ma précieuse famille :*

*Ma sœur Joey*

*Mon frère Charles*

*Ma mère Najah*

*Mon père Joseph*



# Remerciements

Quand je suis arrivée en France en 2010, je ne pensais pas du tout que 6 ans plus tard je serais docteur. Je suis venue pour vivre une nouvelle aventure, pour acquérir de l'expérience et pour découvrir de nouveaux horizons. À la suite de mon premier stage de recherche, j'ai découvert ma passion pour la recherche et j'ai décidé de faire une thèse dans un domaine qui me plaît.

En 2012, j'ai obtenu une bourse du CNRS pour étudier le comportement des éco-matériaux à base de terre crue. Ça m'a énormément plu et, me voilà 4 ans après, je vous expose ces années de travail pleines de hauts et de bas, de réussites et de défaites. Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire LOMC de Normandie Université en collaboration avec l'entreprise Cematerre et le CNRS. Ce travail n'aurait jamais eu lieu sans le soutien de beaucoup de gens qui m'ont entourée et que je tiens à remercier.

Tout d'abord, je remercie mon directeur de thèse M. Said Taïbi d'avoir cru en moi et de m'avoir donné la liberté nécessaire pour développer mon estime de soi. Il était toujours présent et prêt à passer des soirées au laboratoire pour débloquer certains points. Je remercie aussi notre directeur du laboratoire M. Innocent Mutabazi qui, grâce à ses exigences, m'a appris les erreurs à ne pas commettre lorsqu'on possède un poste d'élu. Je remercie aussi tout le personnel du laboratoire. Carole qui était comme une maman pour nous, toujours prête à nous écouter et nous soutenir. De même, je remercie Claude ; sans son aide précieuse, mes dispositifs expérimentaux n'auraient jamais existé. Je remercie aussi Valérie qui prend toujours soin de la propreté de nos locaux. Et je remercie aussi tous les membres du laboratoire que j'ai côtoyés, je cite en particulier Faroudja, Émilie, Antoine Bonnesoeur, Anne Banville, Anne Pantet, Benoit Duchemin, Jean Marc Kanema, Saber Imanzadeh, Tariq Ouahbi, Armelle Jarno et tous les profs, maître de conférences, ingénieur et technicien du laboratoire.

Je remercie aussi les membres de jury de ma thèse. Mme Nadia Saiyouri, rapporteur de ma thèse, je vous remercie d'avoir lu en détail mon manuscrit et de l'avoir commenté. Je vous remercie aussi d'avoir vu en moi le chercheur que je suis aujourd'hui ; c'est grâce au stage qu'on a effectué ensemble que j'ai aimé la recherche. M. Ramón Novoa, rapporteur de ma thèse aussi, merci d'avoir corrigé ma thèse et d'avoir effectué le déplacement de l'Espagne jusqu'en France pour ma soutenance. Mme Mahdia Hattab, merci de m'avoir accueillie dans votre laboratoire LEM3 à Metz et d'avoir partagé avec moi votre expérience sur la fissuration des argiles. Je

remercie aussi M. Domenico Gallipoli d'avoir effectué le trajet du Sud de la France jusqu'en Normandie et d'avoir apporté des commentaires très instructifs à mon travail. M. Jean-Marie Fleureau, je vous remercie pour tous les échanges qu'on a eus ensemble qui m'ont aidée à progresser dans mon travail. Je tiens aussi à remercier en particulier M. Hisasi Takenouti ; grâce à lui j'ai pu développer toute la partie de corrosion de ma thèse. Il était toujours présent et à l'écoute de mes questions. Je vous remercie pour tous les déplacements effectués au Havre et pour votre accueil au sein de votre laboratoire LISE à Paris.

Je remercie aussi tous les doctorants avec qui j'ai passé d'agréables moments. Raounak, je me rappellerai toujours nos soutiens mutuels surtout en fin de thèse lors de la rédaction. Marie-Charlotte, une amie pour toujours que j'ai connue lors des 2 dernières années de ma thèse ; on s'était toujours soutenue. Xuezhou, je me rappellerai toujours nos moments de folies. Rinah, ma voisine du bureau, on a travaillé ensemble sur plusieurs projets pendant la thèse ; je garderai toujours en tête tous les moments qu'on a passé ensemble au laboratoire et pendant les conférences. Kamal, my Indian friend, I am glad I met you during this thesis. Merci aussi à tous les doctorants que j'ai connus pendant cette thèse : Samira, Nadjibou, Borja, Guillaume, Mathieu, Simon, Marine, Amale, Clément, Florian, Antoine, Abdo, Valentin, Mélanie, Alaa, Nezha, JB, Céline, Anthony, Benoit, Timothé, ...

Je remercie aussi mes amis que j'ai connus en France et en particulier au Havre. Je remercie tout d'abord Marina qui m'a accueillie au Havre et qui était comme une maman pour moi. Je remercie Sara pour son soutien et en particulier pour son aide dans le traitement de mes données de corrosion. Je pense aussi à Mira, Tatiana et Marguerita, avec qui j'ai passé de superbes moments en compagnie de Sara aussi. Je remercie aussi tous mes amis qui me soutenaient toujours : Joanna Daaboul, Caroline Zabboughi, Mireille Rahmeh et Roland Rahmeh qui m'a aidé dans la relecture de mon manuscrit.

Et enfin, un grand merci à mes parents et à ma famille qui ont supporté mon absence pour réaliser mon rêve. Je vous aime et je vous remercie pour tout l'amour que vous m'avez donné.

# Table des Matières

REMERCIEMENTS .....	I
TABLE DES MATIÈRES .....	III
GLOSSAIRE .....	VII
Liste des figures .....	XI
Liste des tableaux .....	XIX
Liste des équations .....	XXI
INTRODUCTION GÉNÉRALE .....	1
<b>PARTIE -A- TRAITEMENT DES SOLS AUX LIANTS HYDRAULIQUES - ASPECT PHYSICO-CHIMIQUE .....</b>	<b>5</b>
<b>SOMMAIRE DE LA PARTIE -A- .....</b>	<b>7</b>
<b>INTRODUCTION DE LA PARTIE -A- .....</b>	<b>9</b>
<b>CHAPITRE -I- ÉTAT DE L'ART SYNTHÉTIQUE .....</b>	<b>11</b>
<i>A-I-1. Les argiles .....</i>	<i>11</i>
<i>A-I-2. Les Liants .....</i>	<i>16</i>
<i>A-I-3. Interactions Argile-Liants.....</i>	<i>19</i>
<i>A-I-4. Suivi de l'évolution des interactions sols-liants.....</i>	<i>27</i>
<b>CHAPITRE -II- MÉTHODES ET MATÉRIAUX .....</b>	<b>35</b>
<i>A-II-1. Méthodes d'analyse microstructurale .....</i>	<i>35</i>
<i>A-II-2. Méthodes d'analyse macroscopique .....</i>	<i>39</i>
<i>A-II-3. Identification des matériaux utilisés .....</i>	<i>40</i>
<i>A-II-4. Protocoles expérimentaux .....</i>	<i>53</i>
<b>CHAPITRE -III- RÉSULTATS .....</b>	<b>61</b>
<i>A-III-1. Suivi du pH et de la conductivité électrique CE .....</i>	<i>61</i>
<i>A-III-2. Analyse microstructurale des mélanges Li-8Ci et Li-20Ci.....</i>	<i>74</i>
<i>A-III-3. Analyse mécanique.....</i>	<i>79</i>
<b>CONCLUSION DE LA PARTIE -A- .....</b>	<b>87</b>
<b>PARTIE -B- FISSURATION PAR DESSICCATION DE L'ARGILE .....</b>	<b>89</b>
<b>SOMMAIRE DE LA PARTIE -B- .....</b>	<b>91</b>
<b>INTRODUCTION DE LA PARTIE -B-.....</b>	<b>93</b>
<b>CHAPITRE -I- ÉTAT DE L'ART SYNTHÉTIQUE .....</b>	<b>95</b>



## Table de Matière

<i>B-I-1. Définition de la dessiccation et de la fissuration.....</i>	<i>95</i>
<i>B-I-2. Étude des mécanismes de la fissuration par dessiccation des sols .....</i>	<i>96</i>
<i>B-I-3. Cas du béton de ciment.....</i>	<i>108</i>
<i>B-I-4. Synthèse.....</i>	<i>113</i>
<b>CHAPITRE -II- MATÉRIAUX ET MÉTHODES .....</b>	<b>115</b>
<i>B-II-1. Matériaux .....</i>	<i>115</i>
<i>B-II-2. Méthodes.....</i>	<i>118</i>
<i>B-II-3. Protocole expérimental.....</i>	<i>136</i>
<b>CHAPITRE -III- RETRAIT ET FISSURATION DES SOLS FINS .....</b>	<b>143</b>
<i>B-III-1. Chemins de drainage-humidification .....</i>	<i>143</i>
<i>B-III-2. Champs de déformation .....</i>	<i>145</i>
<i>B-III-3. Étude de la fissuration du limon naturel.....</i>	<i>150</i>
<i>B-III-4. Minimisation de la fissuration par ajout de renforts .....</i>	<i>156</i>
<i>B-III-5. Effet de l'ajout des liants sur la fissuration du limon naturel .....</i>	<i>164</i>
<i>B-III-6. Localisation des fissures par l'ajout d'un joint.....</i>	<i>172</i>
<b>CHAPITRE -IV- IMPACT DE L'AJOUT DES GRANULATS SUR LE COMPORTEMENT DES BÉTONS DE TERRE CRUE.....</b>	<b>175</b>
<i>B-IV-1. Étude 2D de la dessiccation. ....</i>	<i>175</i>
<i>B-IV-2. Étude 1D de la dessiccation .....</i>	<i>184</i>
<i>B-IV-3. Effet des granulats sur le comportement mécanique.....</i>	<i>195</i>
<i>B-IV-4. Conclusion.....</i>	<i>203</i>
<b>CONCLUSION DE LA PARTIE -B-.....</b>	<b>205</b>
<b>PARTIE -C- INTERACTION ACIER-ARGILE : BÉTON DE TERRE ARMÉ ? .....</b>	<b>207</b>
<b>SOMMAIRE DE LA PARTIE -C- .....</b>	<b>209</b>
<b>INTRODUCTION DE LA PARTIE -C-.....</b>	<b>213</b>
<b>CHAPITRE -I- ÉTAT DE L'ART SYNTHÉTIQUE .....</b>	<b>215</b>
<i>C-I-1. Généralités.....</i>	<i>215</i>
<i>C-I-2. La corrosion de l'acier dans le béton.....</i>	<i>219</i>
<i>C-I-3. La corrosion des aciers dans le sol .....</i>	<i>229</i>
<i>C-I-4. Synthèse de l'étude bibliographique.....</i>	<i>236</i>
<b>CHAPITRE -II- MÉTHODES ET PROTOCOLES EXPÉRIMENTAUX .....</b>	<b>239</b>
<i>C-II-1. Les méthodes de suivi de la corrosion .....</i>	<i>239</i>
<i>C-II-2. Protocoles expérimentaux .....</i>	<i>246</i>
<b>CHAPITRE -III- RÉSULTATS ET INTERPRÉTATION.....</b>	<b>257</b>
<i>C-III-1. Résultats électrochimiques pour les différentes argiles.....</i>	<i>257</i>
<i>C-III-2. Résultats de l'analyse macroscopique .....</i>	<i>301</i>
<b>CONCLUSION DE LA PARTIE -C-.....</b>	<b>305</b>
<b>CONCLUSION GÉNÉRALE .....</b>	<b>307</b>
<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>I</b>

<b>ANNEXES</b> .....	<b>XXIX</b>
<b>ANNEXE 1</b> .....	<b>.XXXI</b>
<b>ANNEXE 2</b> .....	<b>.XXXV</b>
<b>ANNEXE 3</b> .....	<b>.XXXIX</b>
<b>ANNEXE 4</b> .....	<b>.XLIX</b>



# Glossaire

## ❖ Composants du ciment :

- **C<sub>3</sub>S** : silicate tricalcite, nommée aussi alite. Composant chimique du ciment anhydre, sa formule est  $(\text{CaO})_3(\text{SiO}_2)$ . Cette phase est la plus importante, elle consiste en environ deux tiers du produit final.
- **C<sub>2</sub>S** : silicate dicalcite ou silicate de dicalcium, nommée aussi belite. Composant chimique du ciment anhydre, sa formule est  $(\text{CaO})_2(\text{SiO}_2)$
- **C<sub>4</sub>AF** : aluminoferrite ou brownmillerite ou ferro-aluminate tétracalcique, nommée aussi ferrite. Composant chimique du ciment anhydre, sa formule est  $(\text{CaO})_4(\text{Al}_2\text{O}_3)(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ . On voit parfois la demi-formule  $(\text{CaO})_2\text{FeAlO}_3$
- **C<sub>3</sub>A** : aluminate tricalcite ou simplement aluminate, nommée aussi celite. Composant chimique du ciment anhydre, sa formule est  $(\text{CaO})_3(\text{Al}_2\text{O}_3)$ . Impure et solution solide de ferrite
- **Gypse** : sa formule est  $\text{CaSO}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$

## ❖ Produits de l'hydratation du ciment :

- **Portlandite** : l'hydroxyde de calcium de formule brute  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  est un produit principal du ciment hydraté.
- **C-S-H** : Silicates de calcium hydratés, sont des composés non cristallins résultant de l'hydratation des silicates  $\text{C}_3\text{S}$  et  $\text{C}_2\text{S}$ . Ils ont les caractéristiques d'un gel et possèdent une composition variable, leur formule générale est la suivante :  $(\text{CaO})_x(\text{SiO}_4)_y(\text{H}_2\text{O})_z$  avec  $0.6 < x/y < 2$  et  $1 < z < 4$ . L'enchevêtrement du gel C-S-H donne sa solidité au ciment : les C-S-H se développent à la surface des grains de ciment non hydratés et comblent progressivement les interstices capillaires entre les grains. La formation des C-S-H s'accompagne de la formation de la portlandite.
- **C-A-H** : Aluminates de calcium hydratés. Ces hydrates résultent de l'hydratation des ciments alumineux sans formation de portlandite

- **C-A-S-H** : Silico-aluminates de calcium hydraté.
  - **Ettringite** : une espèce minérale, composée de sulfate de calcium et d'aluminium hydraté, de formule :  $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26\text{H}_2\text{O}$
- ❖ **Réactions pouzzolaniques** : Réaction entre les minéraux et la chaux (ou le calcium Ca) en présence de l'eau pour former des liants (les silicates et aluminates de calcium hydraté). Cette réaction consomme la portlandite libérée par l'hydratation du ciment.
- ❖ **CEC** : Capacité d'échange cationique. Elle mesure la capacité d'un sol à retenir des cations. Autrement dit la capacité des feuillets d'argile à absorber les cations dans leur espace interfoliaire.
- ❖ **CE** : Conductivité électrique. Elle caractérise l'aptitude d'un matériau ou d'une solution à laisser les charges électriques se déplacer librement et donc permettre le passage d'un courant électrique.
- ❖ **pH** : Le potentiel hydrogène, noté pH, est une mesure de l'activité chimique des ions hydrogène  $\text{H}^+$
- ❖ **RCA** : Recycled Concrete Aggregates. Ce sont des granulats de béton recyclés.
- ❖ **Granulométrie d'un sol** :
- **D<sub>10</sub>** : Le diamètre du tamis correspondant à 10% du passant cumulé sur la courbe granulométrique
  - **D<sub>30</sub>** : Le diamètre du tamis correspondant à 30% du passant cumulé sur la courbe granulométrique
  - **D<sub>60</sub>** : Le diamètre du tamis correspondant à 60% du passant cumulé sur la courbe granulométrique
  - **C<sub>u</sub>** : Le coefficient d'uniformité caractérise la répartition en taille des éléments qui composent un matériau de type sol. Il se calcule de la façon suivante :  $C_u = D_{60}/D_{10}$
  - **C<sub>c</sub>** : Le coefficient de courbure permet de caractériser la forme de la courbe. Il se calcule de la façon suivante  $C_c = D_{30}^2 / (D_{60} * D_{10})$

❖ **Propriétés d'un sol :**

- **W<sub>L</sub>** : La limite de liquidité caractérise la transition entre un état plastique et un état liquide. C'est la teneur en eau pondérale, exprimée en pourcentage, au-dessus de laquelle le sol s'écoule comme un liquide visqueux sous l'influence de son propre poids.
- **W<sub>P</sub>** : La limite de plasticité caractérise la transition entre un état solide et un état plastique.
- **I<sub>P</sub>** : L'indice de plasticité mesure l'étendue de la plage de teneur en eau dans laquelle le sol se trouve à l'état plastique.  $I_P = W_L - W_P$
- **VBS** : On appelle valeur de bleu sols VBS la quantité en grammes de bleu de méthylène adsorbée par 100 g de fraction 0/50 mm d'un sol. Elle permet de déterminer la propreté d'un sol et de le classer.

❖ **Lexique électrochimique de la corrosion :**

- **Potentiostat** : Un potentiostat est un appareil électronique destiné à l'étude des phénomènes électrochimiques. Il est composé de 3 électrodes :ER, ET et CE.
- **ER** : Une électrode de référence est une électrode dont le potentiel est fixe. On l'utilise en électrochimie pour étudier les propriétés d'oxydoréduction
- **ET** : Electrode de travail. Elle subit les réactions d'oxydoréduction avec le milieu environnant. L'électrode de travail est celle dont la surface sert de site pour la réaction de transfert d'électrons et est donc le cœur de tous systèmes voltammétriques
- **CE** : La contre électrode a comme rôle d'assurer le passage du courant.
- **EIS** : Electrochemical Impedance Spectroscopy. C'est une technique permettant de caractériser et de quantifier les mécanismes d'oxydo-réduction se déroulant à l'interface d'un métal.
- **E** : Potentiel en V

- **E<sub>0</sub>** : Le potentiel standard du métal qui correspond au cas où l'activité  $a_{M^{n+}}$  des ions du métal dans la solution est égal à 1
- **E<sub>corr</sub>** : Potentiel de corrosion d'un système électrochimique.
- **EOC** : Potentiel libre d'un système électrochimique, sans aucune perturbation.
- **I** : Intensité du courant en A
- **I<sub>c</sub>** : Intensité du courant cathodique d'un système électrochimique
- **I<sub>a</sub>** : Intensité du courant anodique d'un système électrochimique
- **I<sub>corr</sub>** : Intensité du courant de corrosion correspondant à  $I_c = I_a$
- **J<sub>c</sub>** : Densité du courant cathodique d'un système électrochimique. C'est le rapport entre l'intensité du courant et la surface de réaction.
- **J<sub>a</sub>** : Densité du courant anodique d'un système électrochimique. C'est le rapport entre l'intensité du courant et la surface de réaction.
- **J<sub>corr</sub>** : Densité du courant de corrosion d'un système électrochimique. C'est le rapport entre l'intensité du courant et la surface de réaction.
- **R<sub>e</sub>** : Résistance de l'électrolyte.
- **R<sub>t</sub>** : Résistance correspondant au transfert de charge.
- **R<sub>F</sub>** : Résistance correspondant au système Faradique.
- **R<sub>p</sub>** : Résistance de polarisation égale à la somme des résistances du système électrochimique.

# Liste des Figures

Figure 1. Composition de l'éco-béton de terre "Cematerre" _____	4
Figure 2. Représentation schématique d'une structure phyllosilicatée de type T-O-T. _____	11
Figure 3. Structure des particules argileuses [13]) _____	12
Figure 4. Couches tétraédriques (a) et octaédriques (b). [14] _____	12
Figure 5. Trois grandes familles d'argile [16]. _____	13
Figure 6. Unité structurale de la Kaolinite et des liaisons hydrogène. [17] _____	14
Figure 7. Image MEB d'une kaolinite. [18] _____	14
Figure 8. Unité structurale d'une illite avec un cation potassium dans l'espace interfoliaire. [17] _____	15
Figure 9. Image MEB d'une Motmorillonite. [18] _____	16
Figure 10. Eléments constitutifs d'une pâte de ciment. (CH) désigne la portlandite, (CSH) désigne l'hydrate tobermorite et ((Ett.) désigne l'ettringite. [19] [20] _____	17
Figure 11. Mécanisme de l'adsorption de cations $Ca^{2+}$ sur la surface latérale d'une argile de type 2 :1 [17] _____	21
Figure 12. Représentation schématique de la microstructure du limon de Meaux avant traitement. [21] _____	22
Figure 13. Représentation schématique de la microstructure du limon de Meaux après traitement [21]. _____	22
Figure 14. Variation instantanée du pH des mélanges chaux-Impersol. [14] _____	28
Figure 15. Variation de l'intensité de deux pics principaux de la chaux non réagie en fonction de la quantité de chaux ajoutée. [14] _____	29
Figure 16. Variation du pH des mélanges chaux-Impersol avec le temps de maturation à 20°C pour différents pourcentages de chaux ajoutés [14]. _____	30
Figure 17. Variation de la CE des mélanges chaux-Impersol avec le temps de maturation à 20°C pour différents pourcentages de chaux ajoutés [14] _____	30
Figure 18. Evolution des diffractogrammes en fonction du temps de cure pour l'Impersol traité avec 20% de chaux. _____	31
Figure 19. Evolution de l'intensité du pic principal de la chaux en fonction du temps de maturation. [14] _____	32
Figure 20. Evolution de l'intensité des réflexions des plans (hk0) pour les argiles traitées. [14] _____	32
Figure 21. Evolution de l'intensité de la réflexion du CAH ( $d = 0.76$ nm) avec le temps de maturation. [14] _____	33
Figure 22. Condition de Bragg : établissement de la condition pour une réflexion sélective sur une famille de plans réticulaires (hkl) [51]. _____	36
Figure 23. Diffractomètre modèle Xpert de panalytical. _____	37
Figure 24. Préparation des échantillons pour la diffractométrie aux rayons-X. _____	38
Figure 25. Microscope électronique à balayage MEB _____	39
Figure 26. Appareils de mesure pour le suivi macroscopique : (a) sensION pH3 pour la mesure du pH, (b) sensION EC 7 pour la mesure de la conductivité électrique. _____	40
Figure 27. Courbe granulométrique du Limon [18] _____	41
Figure 28. Diffractogramme du Limon GO et du Quartz _____	43



## Liste des Figures

Figure 29. Diffractogramme de la lame orientée du limon GO.	44
Figure 30. Diffractogramme de la poudre du limon GO. Ch : chlorite, V : vermiculite, I : illite, M : muscovite, Q : quartz.	45
Figure 31. Observations au MEB du Limon GO	46
Figure 32. Courbe granulométrique de la kaolinite P300 [55]	47
Figure 33. Diffractogrammes de la poudre de Kaolinite P300. K: kaolinite, Q: quartz, I: illite.	48
Figure 34. Observation au MEB de la kaolinite P300. [56] [55]	48
Figure 35. Diffractogramme de la montmorillonite et vérification du gonflement de l'espace interfoliaire.	50
Figure 36. Diffractogramme de la chaux. CaO: oxyde de calcium, P: portlandite, c: calcite	51
Figure 37. Diffractogramme du ciment. H: hartrurite, G: gypse, Q: quartz.	52
Figure 38. Protocole de suivi du pH et de la CE: mélanges et solutions	54
Figure 39. Préparation des éprouvettes pour analyse mécanique.	57
Figure 40. Synthèse du protocole proposé pour le suivi des interactions physico-chimiques entre le sol et les liants.	59
Figure 41. Variation du pH en fonction du temps de cure des mélanges. Cas du Limon GO	61
Figure 42. Variation de la conductivité électrique CE en fonction du temps de cure des mélanges. Cas du Limon GO	63
Figure 43. Variation du pH des solutions du Limon traité avec 3% de chaux, en fonction du temps de cure des solutions.	65
Figure 44. Variation de la CE des solutions du limon traité avec 3% de chaux, en fonction du temps de cure des solutions.	66
Figure 45. Variation du pH en fonction du temps de cure des mélanges. Cas de la Kaolinite.	67
Figure 46. Variation de la conductivité électrique CE en fonction du temps de cure des mélanges. Cas de la Kaolinite.	68
Figure 47. Variation du pH en fonction du temps de cure des mélanges. Cas de la Montmorillonite.	69
Figure 48. Comparaison de la variation du pH avec les données de Lasledj	70
Figure 49. Variation de la conductivité électrique en fonction du temps de cure des mélanges. Cas de la Montmorillonite.	71
Figure 50. Interprétation des interactions sol-liants en fonction de la variation de la conductivité électrique CE.	72
Figure 51. Variation de l'intensité de la réflexion des composants de ciments. Cas du limon traité avec 20% de ciment Li-20Ci.	75
Figure 52. Evolution de l'intensité des réflexions des hydrates liants. Cas du limon traité avec 20% de ciment Li-20Ci.	76
Figure 53. Variation de l'intensité de quelques réflexions des ponts liants. Cas du limon traité avec 20% de ciment Li-20Ci.	77
Figure 54. Limon traité avec 8% de ciment Li-8Ci	78
Figure 55. Limon traité avec 20% de ciment Li-20Ci	79
Figure 56. Variation du module d'Young élastique pour deux traitements au ciment E-Li-8Ci et E-Li-20Ci.	80

Figure 57. Variation de la résistance à la compression pour deux % de ciment E-Li-8Ci et E-Li-20Ci. _____	81
Figure 58. Influence de l'ordre du traitement sur la résistance à la compression simple. _____	83
Figure 59. Influence de l'ordre de traitement sur le module sécant. _____	83
Figure 60. Diffractogramme E-LiCh-8Ci et E-Li-8Ci pour un temps de maturation $t = 0$ . _____	84
Figure 61. Etude unidirectionnelle de la fissuration de Lecocq et Vandewalle [71]. _____	97
Figure 62. Etude unidirectionnelle du retrait restreint. Péron et al. [72]. _____	98
Figure 63. Dispositif pour mesurer directement la résistance à la traction d'un sol [80] [80]. _____	99
Figure 64. Schéma de principe de l'essai de traction directe sur un sol. [55] _____	100
Figure 65. Variation de la résistance à la traction en fonction de l'indice de liquidité [55] _____	100
Figure 66. Schéma de principe de l'amorce de la fissuration. (a) sol initialement saturé ; (b) développement du ménisque à l'interface air-eau ; (c) succion capillaire entre les particules ; (d) développement d'un effort de traction à la surface de l'échantillon ; (e) amorce de la fissure. [77] _____	101
Figure 67. Evolution du retrait d'un sol naturel. [77] _____	102
Figure 68. Degré de saturation au moment de fissuration, mesuré par un tensiomètre et déduit de la teneur en eau. (Péron et al., 2009) [72] _____	102
Figure 69. Répartition théorique des fissures de dessiccation dans un milieu idéal: (a) parallèle (b) orthogonal (c) hexagonal [85] _____	103
Figure 70. Trois modes de rupture durant la dessiccation. [68] _____	104
Figure 71. Etude de la fissuration par balayage de la surface à l'aide d'un laser Marcelo et al. [67] _____	107
Figure 72. Différents types de retrait dans les bétons de ciment et leur intensité [97]. _____	109
Figure 73. Influence du rapport E/C sur le retrait endogène de la pâte de ciment [98] [99]. _____	110
Figure 74. Variation du retrait d'un béton classique (a) et d'une béton à haute performance (b) [101]. [96] _____	111
Figure 75. Effet du rapport E/C sur le retrait par dessiccation d'une pâte de ciment [103]. _____	112
Figure 76. Comparaison du retrait par dessiccation d'un béton, d'un mortier et d'une pâte de ciment [103]. _____	113
Figure 77. Granulats de béton recyclé RCA _____	115
Figure 78. Fibres végétales de lin _____	116
Figure 79. Maille de fibre synthétique _____	117
Figure 80. Essais de traction sur une fibre élémentaire de la maille synthétique. _____	118
Figure 81. Schéma de principe des plaques tensiométriques. _____	119
Figure 82. Schéma de principe des solutions osmotiques. _____	120
Figure 83. Dessiccateur à solution saline saturée. _____	121
Figure 84. Banc d'essai pour analyse d'image. Statif-Appareil photo-Eclairage _____	122
Figure 85. Déformation d'un motif _____	123
Figure 86. Comparaison entre ImageJ et Programme Local _____	126
Figure 87. Dispositif de mesure du retrait linéaire. _____	127
Figure 88. Mesure de la porosité par immersion à l'huile _____	129
Figure 89. Pénétrromètre [115] _____	130
Figure 90. Lyophilisateur du laboratoire LOMC _____	131
Figure 91. Pénétration du mercure à pression donnée dans les pores de différentes tailles [115]. _____	132

## Liste des Figures

Figure 92. Porosimètre au mercure du laboratoire LOMC	133
Figure 93. Essai flexion en quatre points.	134
Figure 94. Principe de l'essai de flexion en quatre points.	134
Figure 95. Mesure non destructive du module d'élasticité.	135
Figure 96. Schéma de principe du dispositif expérimental	137
Figure 97. Dispositif expérimental	137
Figure 98. Duplication du dispositif	138
Figure 99. Préparation des essais pour la minimisation des fissurations avec des renforts.	139
Figure 100. Schéma de principe pour l'étude de la localisation des fissures.	141
Figure 101. Chemins de drainage-humidification du limon naturel	144
Figure 102. Porosité Cematerre et Limon de base	145
Figure 103. Déformation globale échantillon limon naturel. Echelle des vecteurs déplacements 500%.	147
Figure 104. Déformation locale. Direction des déformations principales majeures	148
Figure 105. Déformation locale. Analyse de la déformation sur une coupe perpendiculaire à la fissure.	149
Figure 106. Evolution de la déformation locale pendant le séchage.	149
Figure 107. Dessiccation du limon naturel	150
Figure 108. Variation de la teneur en eau pendant le séchage. Limon Naturel	151
Figure 109. Variation de la déformation en fonction de la teneur en eau. Cas du limon naturel.	152
Figure 110. Variation du retrait global en fonction de la teneur en eau.	153
Figure 111. Variation de l'indice de vide du limon naturel en fonction de la teneur en eau. Comparaison entre mesure du retrait et chemins de drainage-humidification.	154
Figure 112. Analyse du réseau de fissures à la fin du séchage. Cas du limon naturel.	156
Figure 113. Etat final du réseau de fissures pour les différents cas de renforts.	158
Figure 114. Variation de la teneur en eau. Limon naturel et renforcement	158
Figure 115. Variation du pourcentage de fissuration en fonction de la teneur en eau.	159
Figure 116. Variation du pourcentage de fissuration pour les échantillons avec renfort.	160
Figure 117. Evolution de la déformation principale majeure durant le séchage	161
Figure 118. Succion déduite des chemins de drainage	162
Figure 119. Variation du retrait volumique des différents échantillons (limon naturel et renforcé).	163
Figure 120. Dessiccation du limon traité avec 3% de chaux. Etat initial, final et réseau de fissures.	166
Figure 121. La courbe caractéristique de calorimétrie isotherme d'un ciment [119]	167
Figure 122. Dessiccation du limon traité avec 8% de ciment. Etat final	168
Figure 123. Dessiccation du limon traité avec 3% de chaux et 8% de ciment.	170
Figure 124. Synthèse sur la variation de la densité de fissuration. Comparaison liants et renforts.	171
Figure 125. Localisation de la fissure à l'aide d'un joint.	172
Figure 126. Réseau de fissures pour les expériences de localisation de la fissuration. Figure(a): joint placé tout au long de la diagonale. Figure (b): joint placé horizontalement.	173
Figure 127. Localisation de la fissure pour une teneur en eau plus élevée.	173
Figure 128. Réseau de fissures d'un mélange de limon naturel avec l'ajout de 30% de RCA.	176

Figure 129. Réseau de fissures d'un mélange limon traité avec ajout de 30% de RCA. _____	177
Figure 130. Variation de la déformation principale majeure pendant le séchage pour différentes fissures [116]. _____	178
Figure 131. Distribution de la déformation principale majeure autour d'une fissure durant le séchage [116].	179
Figure 132. Variation de la teneur en eau. Cas de l'étude de l'effet de l'ajout des adjuvants. _____	181
Figure 133. Champs de déformation principale majeure $\epsilon_1$ pour les expériences A4 et W4 [116]. _____	183
Figure 134. Variation du retrait linéaire normalisé des échantillons préparés au laboratoire. _____	185
Figure 135. Variation du retrait linéaire normalisé des échantillons préparés sur le chantier. _____	185
Figure 136. Différentes phases de la variation du retrait linéaire. _____	186
Figure 137. Variation de la cinétique du retrait en fonction du pourcentage de RCA ajouté. _____	187
Figure 138. Variation de temps d'atteinte de la limite de retrait en fonction du pourcentage de RCA ajouté. _____	188
Figure 139. Variation de la teneur en eau pour les cinq formulations. Photo (a) : échantillons préparés au laboratoire, et photo (b) : échantillons préparés sur chantier. _____	188
Figure 140. Variation de la teneur en eau pour les échantillons préparés sur chantier et au laboratoire. _____	189
Figure 141. Variation de la teneur en eau et du retrait linéaire en fonction du temps de séchage. _____	190
Figure 142. Variation de la teneur en eau en fonction du retrait linéaire. _____	190
Figure 143. Variation de la porosité moyenne des cinq formulations selon les deux techniques de préparation : sur chantier et au laboratoire. _____	191
Figure 144. Distribution des pores des échantillons préparés au laboratoire. _____	192
Figure 145. Distribution des pores des échantillons préparés sur chantier. _____	193
Figure 146. Courbe contrainte-déformation pour la formulation béton de terre sans ajout de granulats, pour deux temps de cure 50 et 90 jours. _____	196
Figure 147. Variation de la résistance à la compression simple en fonction de la teneur en eau pour les différents temps de cure. [18] _____	197
Figure 148. Variation de la résistance à la compression simple des échantillons de béton de terre avec et sans ajouts de RCA. Essais préliminaires. _____	199
Figure 149. Variation de la résistance à la compression simple des échantillons de béton de terre avec et sans ajouts de RCA pour une teneur en eau de 15%. _____	199
Figure 150. Variation du module d'élasticité des échantillons de béton de terre avec et sans ajouts de RCA. Essais préliminaires. _____	200
Figure 151. Variation de la résistance à la compression simple des échantillons de béton de terre en fonction du pourcentage de RCA ajouté et en fonction du temps de cure. _____	201
Figure 152. Variation du module d'élasticité des échantillons de béton de terre en fonction du pourcentage de RCA ajouté et en fonction du temps de cure. _____	202
Figure 153. Variation de la résistance à la traction par flexion des échantillons de béton de terre en fonction du pourcentage de RCA ajouté et en fonction du temps de cure. _____	202
Figure 154. Corrosion d'un métal en présence d'eau et d'oxygène [133]. _____	216
Figure 155. Schéma de Tutti : vitesse de corrosion des aciers dans le béton [143] [147]. _____	222
Figure 156. Croissance de la couche passive en surface d'une armature [146] [131]. _____	222

## Liste des Figures

Figure 157. Mécanisme de corrosion de l'acier dans le béton [136] [147]	223
Figure 158. Diagramme de Pourbaix du Fer en condition standard [148] [147] [149].	224
Figure 159. Principe de la formation de la carbonatation [151].	226
Figure 160. Corrosion des armatures par les ions chlorures.	228
Figure 161. Corrosion des armatures dans le béton [152].	229
Figure 162. Processus d'interaction entre argile et acier en milieu oxygéné [153].	233
Figure 163. Diagramme de Tafel	242
Figure 164. Résistance de polarisation	243
Figure 165. Schéma de principe du système électrochimique	247
Figure 166. Préparation du montage	249
Figure 167. Montage final	251
Figure 168. Montage en série des différents essais	251
Figure 169. Fabrication des éprouvettes pour les essais macroscopiques.	252
Figure 170. Essais macroscopiques. Guide de la barre au sein du moule	253
Figure 171. Coulage et vibration. Essais macroscopiques	253
Figure 172. Essais Macroscopique. Chambre climatique.	254
Figure 173. Essais macroscopiques. Destruction des éprouvettes.	255
Figure 174. Diagrammes de Tafel dans le cas de la Montmorillonite. Mesure après 3h de contact et après 6 mois.	259
Figure 175. Evolution des Diagrammes de Tafel. Cas de la Montmorillonite.	259
Figure 176. Variation du potentiel libre et du potentiel de corrosion. Cas de la Montmorillonite.	260
Figure 177. Variation de la densité de courant de corrosion. Cas de la Montmorillonite	261
Figure 178. Variation des constantes de Tafel. Cas de la Montmorillonite	262
Figure 179. Variation du potentiel libre et du potentiel de corrosion. Cas de la Kaolinite	263
Figure 180. Variation du courant de corrosion. Cas de la kaolinite	264
Figure 181. Variation des constantes de Tafel. Cas de la Kaolinite	265
Figure 182. Variation du potentiel libre et du potentiel de corrosion. Cas du Limon	266
Figure 183. Variation du courant de corrosion. Cas du Limon	267
Figure 184. Variation des constantes de Tafel. Cas du Limon	268
Figure 185. Circuit équivalent choisi pour la simulation des mesures d'impédance.	269
Figure 186. Diagrammes de Nyquist dans le cas de la Montmorillonite. Mesure après 1h30 de contact et après 6 mois.	271
Figure 187. Variation de la résistance de l'électrolyte. Cas de la Montmorillonite	272
Figure 188. Variation des résistances $R_t$ et $R_F$ . Cas de la Montmorillonite	273
Figure 189. Variation de la résistance de polarisation et du courant de corrosion. Cas de la Montmorillonite	274
Figure 190. Variation des constantes de phase. Cas de la Montmorillonite	275
Figure 191. Variation des capacités. Cas de la Montmorillonite	276
Figure 192. Circuit R-CPE	276
Figure 193. Simulation de boucles à Hautes Fréquences. Montmorillonite/acier après 6 mois de contact.	277

Figure 194. Variation de la résistance de l'électrolyte. Cas de la kaolinite	278
Figure 195. Variation des résistances $R_F$ et $R_T$ . Cas de la Kaolinite	279
Figure 196. Variation de la résistance de polarisation et du courant de corrosion. Cas de la Kaolinite	280
Figure 197. Variation des constantes de phase. Cas de la Kaolinite	281
Figure 198. Variation des capacités effectives. Cas de la Kaolinite	282
Figure 199. Variation de la résistance de l'électrolyte. Cas du Limon	283
Figure 200. Variation des résistances $R_t$ et $R_F$ . Cas du Limon	284
Figure 201. Variation de la résistance de polarisation et du courant de corrosion. Cas du Limon	285
Figure 202. Variation des constantes de phase. Cas du Limon	286
Figure 203. Variation des capacités. Cas du Limon	287
Figure 204. Diagramme de Nyquist après 5 mois de contact entre acier et limon	288
Figure 205. $J_{corr}(t)$ ; trois systèmes superposés.	291
Figure 206. Capacité de double couche ; trois systèmes superposés.	292
Figure 207. Capacité faradique ; trois systèmes superposés.	293
Figure 208. Résistance faradique ; trois systèmes superposés.	294
Figure 209. $EOC(t)$ ; trois systèmes superposés.	295
Figure 210. Variation de $(EOC-E_{corr})$ en fonction du temps de contact.	296
Figure 211. Constante de temps faradique $R_f.C_F$ effective	297
Figure 212. Coefficient de Stern-Geary $B$ pour les trois systèmes.	299
Figure 213. Variation des vitesses de corrosion des différentes familles d'argile	301
Figure 214. Etat des barres d'acier après 428 jours de maturation dans une chambre climatique	302
Figure 215. Etat de surface d'une barre d'acier nettoyée	303
Figure 216. Variation de la vitesse de corrosion d'une barre d'acier placée dans un béton de terre en fonction du temps de contact. Résultats de l'analyse macroscopique.	304
Figure 217. Réalisation d'une lame orientée. [49]	xxxv
Figure 218. Exemple d'une argile gonflante. Cas d'une marne contenant de la smectite.	xxxvii
Figure 219. Protocole d'identification des argiles réactives à proscrire dans la formulation du d'un béton à base de terre crue.	xxxvii
Figure 220. Résistance à la compression simple à 95 jours de cure pour la formulation du béton de terre sans ajout de granulats.	xlix
Figure 221. Résistance à la compression simple à 54 jours de cure pour la formulation du béton de terre sans ajout de granulats.	l
Figure 222. Résistance à la compression simple à 52 jours de cure pour la formulation du béton de terre avec ajout de 30% de granulats.	li
Figure 223. Résistance à la compression simple à 95 jours de cure pour la formulation du béton de terre avec ajout de 30% de granulats.	lii
Figure 224. Résistance à la compression simple à 54 jours de cure pour la formulation du béton de terre avec ajout de 40% de granulats.	liii

*Figure 225. Résistance à la compression simple à 95 jours de cure pour la formulation du béton de terre avec ajout de 40% de granulats.* \_\_\_\_\_ *liv*

# Liste des Tableaux

Tableau 1. Résumé des différents types d'argiles	16
Tableau 2. Caractéristiques du Limon GO (Hibouche, 2013) [18]	41
Tableau 3. Réflexions du diffractogramme du limon GO	45
Tableau 4. Composants minéralogiques de ciment CEM I 52.5 N [57]	52
Tableau 5. Propriétés mécaniques du ciment CEM I 52.5 N [57]	52
Tableau 6. Références des mélanges sols-liants	55
Tableau 7. Fiche Technique du Tempo 10 [112]	116
Tableau 8. Propriétés mécaniques des fibres végétales de lin. [113]	117
Tableau 9. Propriétés mécaniques de la fibre synthétique	117
Tableau 10. Composition des échantillons limon-renfort	139
Tableau 11. Les composants des formulations avec les granulats.	140
Tableau 12. Analyse du réseau de fissures de l'échantillon de limon naturel.	156
Tableau 13. Résultats des 4 expériences (avec et sans adjuvant)	180
Tableau 14. Oxydes de fer formé en milieu aqueux et leurs propriétés [141] [142].	220
Tableau 15. Synthèse sur la corrosion des aciers en milieu argileux. Domaine des déchets radioactifs [154].	231
Tableau 16. Résumé des vitesses moyennes de corrosion dans le domaine des objets archéologiques, A : objets archéologiques, E : échantillons issus d'expérimentations, NP : non précisé [141].	236
Tableau 17. Eléments électriques composant un circuit équivalent et leur impédance.	246
Tableau 18. Teneur en eau des argiles testées. Essais électrochimiques.	257





# Liste des Équations

## Réactions de l'hydratation de la pâte de ciment:

(1).....	17
(2).....	17
(3).....	18
(4).....	18
(5).....	18

## Formation, hydratation et carbonatation de la chaux:

(6).....	19
(7).....	19
(8).....	19

## Loi de Bragg:

(9).....	36
----------	----

## Calcul de l'énergie de rupture selon le concept de Griffith:

(10).....	104
(11).....	104
(12).....	104

## Relation de transformation d'un groupement de pixel pour le traitement d'images:

(13).....	123
-----------	-----

## Calcul des déformations principales et de l'angle de déformation selon le critère de Mohr:

(14).....	124
(15).....	124
(16).....	124

## Densité de fissuration: "Crack Ratio":

(17).....	124
-----------	-----

## Etapas de calcul de la porosité globale par pesée immergée:

(18).....	128
(19).....	128
(20).....	128
(21).....	128
(22).....	128
(23).....	128
(24).....	128

## Calcul du diamètre d'un pore par la loi de Laplace:

(25).....	132
<b>Calcul du module d'Young à partir de la vitesse de propagation des ondes:</b>	
(26).....	136
<b>Calcul de l'indice des vides:</b>	
(27).....	153
(28).....	153
(29).....	153
<b>Calcul du retrait global:</b>	
(30).....	180
<b>Calcul de la porosité à partir de la saturation:</b>	
(31).....	182
<b>Relation Résistance à la compression simple-teneur en eau:</b>	
(32).....	198
<b>Corrosion d'un métal dans de l'eau:</b>	
(33).....	215
(34).....	215
(35).....	215
<b>Différence de potentiel électrique interne:</b>	
(36).....	217
<b>Relation de Nernst:</b>	
(37).....	218
<b>Formation des oxydes et hydroxydes de fer:</b>	
(38).....	219
(39).....	219
(40).....	220
(41).....	220
(42).....	220
<b>Carbonatation du béton:</b>	
(43).....	226
(44).....	226
<b>La première relation de Stern et Geary:</b>	
(45).....	241
(46).....	241
(47).....	241
(48).....	241
(49).....	241
(50).....	242

(51).....	242
<b>Correction de la chute ohmique:</b>	
(52).....	243
<b>La seconde relation de Stern et Geary:</b>	
(53).....	243
<b>Impédance électrochimique:</b>	
(54).....	244
<b>Fitting des résultats par la première équation de Stern-Geary:</b>	
(55).....	258
<b>Calcul de la vitesse de corrosion à partir du courant de corrosion:</b>	
(56).....	258
<b>Calcul de l'impédance équivalente du circuit électrique utilisé:</b>	
(57).....	270
(58).....	270
(59).....	270
(60).....	270
(61).....	270
(62).....	270
(63).....	270
(64).....	270
<b>Calcul de la résistance de polarisation:</b>	
(65).....	270
<b>Relation de Brug et al. pour le calcul de la capacité effective d'un CPE:</b>	
(66).....	275
<b>Calcul de l'épaisseur d'un condensateur plan:</b>	
(67).....	277
<b>Calcul de la densité de courant d'une capacité en fonction de la vitesse de balayage du potentiel:</b>	
(68).....	298
<b>Calcul de la résistance électrique d'une cellule cylindrique:</b>	
(69).....	299
<b>Calcul de la vitesse de corrosion à partir de la perte de masse:</b>	
(70).....	303



# INTRODUCTION GÉNÉRALE

Dès les premiers siècles de la civilisation humaine, la terre crue composée essentiellement d'argile et de particules fines, constitue un matériau de base de forte importance. Elle est disponible en grande quantité et partout et nécessite très peu d'énergie grise pour sa mise en œuvre. Elle était utilisée dans les constructions sous différentes formes (soit sous forme de pâte humide, soit sous forme d'éléments façonnés comme l'adobe). La terre crue a servi à la construction de grandes œuvres, parfois colossales, par diverses civilisations comme la Mésopotamie, l'Indus et l'Asie Centrale.

Les techniques ont évolué avec l'apparition d'outils et de machines permettant un meilleur compactage de la terre crue aboutissant par exemple à la confection de BTC (Bloc de terre comprimée) ou encore le pisé.

Les éco-matériaux à base de terre crue représentent l'avenir de la construction. Ils remplaceront peut-être un jour le béton classique lorsqu'il s'agit d'ouvrages nécessitant des résistances mécaniques raisonnables (de l'ordre de 10 MPa à la compression simple). En effet, le béton de ciment classique nécessite dans sa formulation l'utilisation de matériaux nobles tel que le sable et les graviers qu'on lie avec du ciment. L'énergie nécessaire pour produire le ciment provient de ressources fossiles non renouvelables et produisant énormément de CO<sub>2</sub>. Par ailleurs, le prélèvement de sable et de gravier, est très préjudiciable pour l'environnement car ressource épuisable. Il est donc nécessaire de trouver d'autres alternatives pour construire durablement et d'une façon économique et écologique.

Plusieurs alternatives se présentent tels que la construction en bois, en paille, etc... l'une de ces alternatives est de construire avec la terre crue telle qu'elle a été utilisée par nos ancêtres il y a des milliers d'années. De nos jours, les constructions sont des structures plus grandes et plus complexes et nécessitent des matériaux plus performants. C'est pourquoi, des études sont nécessaires pour comprendre le fonctionnement de cet éco-géo-matériau que ça soit à l'échelle macroscopique ou microstructurale. Le but est de comprendre ses caractéristiques afin de pouvoir les améliorer.

On estime qu'aujourd'hui plus d'un tiers des habitants de la planète vit dans des habitas en terre. La terre est un matériau disponible tout le temps et partout. Son utilisation comme matériau de construction exploite l'une de ses propriétés qu'est la cohésion jouant le rôle de liant naturel.

On dénombre de très nombreux modes de construction avec une infinité de variantes qui traduisent l'identité des lieux et des cultures. Douze modes d'utilisation de la terre en construction ont été recensés dont six sont très couramment employés et constituent les genres techniques majeurs certaines de ces techniques sont présentées dans l'Annexe 1.

Selon les sources CRA Terre (Centre international de la construction en terre), 30 % de la population mondiale, vit dans un habitat en terre. Pour les seuls pays en voie de développement, il s'agit de 50 % de la population, en majorité rurale, et au moins 20 % de la population urbaine et périurbaine. On a ainsi constaté que 60 % des habitations du Pérou sont bâties en adobe ou en pisé. À Kigali, capitale du Rwanda, 38 % des logements sont en terre.

En Inde, le recensement de 1971 établissait que 72,20 % du parc immobilier est construit en terre : 67 millions de maisons où vivent près de 375 millions de personnes.

Sur le continent africain, la plus grande partie des constructions rurales et même urbaines sont en "banco" (Afrique de l'Ouest), en "thobe" (Egypte et régions septentrionales), en "daga" (Sud-Est africain) ou en "leuh" (Maroc).

Les techniques de la voûte et de la coupole en briques crues furent portées à leur perfection en Iran comme en témoignent de nombreuses cités-Bam, Yazd, Seojane, Tabriz. À Shîbam, Yémen du Sud, ce sont des immeubles en bauge de dix étages ou plus. En Chine, au Henan et au Shânxi, au Gansu, ce ne sont pas moins de dix millions d'habitants qui vivent dans un habitat en terre creusé dans l'épaisseur de la ceinture de loess.

Dans de nombreux pays en Europe (Suède, Danemark, Angleterre, Espagne et Portugal), l'habitat en terre fait partie du paysage rural. En France, 15 % de la population, à majorité rurale, occupe des maisons en pisé, en adobe ou en torchis. On note aussi le développement de la construction en adobe dans le Sud-Ouest des U.S.A. Confrontés à la crise de l'énergie et à une crise économique, les pays industrialisés s'intéressent au renouveau du matériau terre et engagent des recherches et des applications.

Des programmes de recherche sur les caractéristiques hydromécaniques et hygrothermiques de la terre exigent un investissement coûteux et de longue durée. En France, la construction de 64 logements expérimentaux (domaine de la Terre de l'Isle-d'Abeau) est un bon exemple. Des programmes de recherche sont aussi lancés en Allemagne, en Suisse et en Belgique.

Dans les pays en développement, la construction en terre apparaît comme un moyen efficace de production à court terme d'un habitat économique permettant le logement du plus grand nombre, l'essor d'une exploitation des ressources locales en matériau de construction, la formation de techniciens et d'artisans du bâtiment, la création d'emplois. Cette demande est d'autant plus énorme si on ajoute celle des zones rurales. La terre restera sans doute l'un des matériaux les plus employés dans le monde dans les années à venir. Ce qui n'était jusqu'alors qu'une simple et pure nécessité pour les populations défavorisées pourrait bien devenir un choix délibéré [1]

Dans la littérature, on trouve des études sur la construction en terre crue sous forme de pisé, de la bauge, des blocs de terre compressée...etc. Les diverses études ont traité le comportement mécanique et hygrothermique des murs en terre [2] [3] [4] [5] [6] [7] [8] [9] et certains ont traité les performances parasismiques [10]. L'utilisation de la terre crue avec des techniques industrielles reste néanmoins très peu adoptée.

Dans le cas qui nous concerne, de nombreux ouvrages prototypes ont été réalisés en Normandie avec un éco-géo-matériau à base de terre crue. Il s'agit d'un éco-béton nommé « Cématerre » coulé dans des banches et décoffré en 24h selon le même principe qu'un béton classique. Cet éco-béton de terre est composé de 80% de sol naturel, amendé ou pas avec des granulats de béton recyclé, et traité avec 8% de ciment et/ou 3% de chaux (Figure 1). Ces ouvrages instrumentés font l'objet d'un suivi sur le long terme afin d'étudier les propriétés hydromécaniques et hygrothermiques de ces éco-matériaux. La compréhension des divers mécanismes à l'échelle micro et macrostructurales (interactions liants-argiles, fissuration induite par la dessiccation, interactions matériaux-renforts...) permet de corriger les imperfections de ce type d'éco-matériaux et de généraliser son utilisation dans les environnements aménagés.





*Figure 1. Composition de l'éco-béton de terre "Cematerre"*

Comme tout nouveau matériau, Cematerre nécessite des plans d'expérience permettant d'optimiser sa formulation et de mieux comprendre son comportement. Durant ce travail de thèse, nous avons tenté de lever trois verrous :

- A. Maîtrise des interactions physico-chimiques argiles-liants.
- B. Identification des mécanismes de fissuration et des contraintes mécaniques associées mises en jeu.
- C. Interaction éco-béton de terre-armatures en acier.

Ces trois verrous constituent l'architecture de ce manuscrit constitué de trois parties distinctes A, B et C correspondant respectivement à chacun des verrous ci-dessous.

**Partie -A- TRAITEMENT DES SOLS AUX  
LIANTS HYDRAULIQUES - ASPECT  
PHYSICO-CHIMIQUE**

*“A phenomenon always arises from the interaction of complementary. If  
you want something, look for the complement that will elicit it”*

*Egyptian Proverb from the temple of Luxor.*



## SOMMAIRE DE LA PARTIE -A-

<b>PARTIE -A- TRAITEMENT DES SOLS AUX LIANTS HYDRAULIQUES - ASPECT PHYSICO-CHIMIQUE .....</b>	<b>5</b>
<b>SOMMAIRE DE LA PARTIE -A- .....</b>	<b>7</b>
<b>INTRODUCTION DE LA PARTIE -A- .....</b>	<b>9</b>
<b>CHAPITRE -I- ETAT DE L'ART SYNTHÉTIQUE .....</b>	<b>11</b>
<i>A-I-1. Les argiles .....</i>	<i>11</i>
A-I-1.1. Les kaolinites .....	14
A-I-1.2. Les illites .....	15
A-I-1.3. Les smectites .....	15
<i>A-I-2. Les Liants .....</i>	<i>16</i>
A-I-2.1. Le ciment .....	16
A-I-2.2. La Chaux .....	19
<i>A-I-3. Interactions Argile-Liants.....</i>	<i>19</i>
A-I-3.1. A l'échelle microscopique.....	20
A-I-3.1.1. Cas de la chaux.....	20
A-I-3.1.1.1. Echange cationique.....	20
A-I-3.1.1.2. Floculation et agglomération .....	21
A-I-3.1.1.3. Les réactions pouzzolaniques .....	23
A-I-3.1.1.4. La carbonatation .....	23
A-I-3.1.2. Cas des ciments.....	24
A-I-3.2. Echelle macroscopique.....	24
A-I-3.2.1. Régulateur de la teneur en eau.....	24
A-I-3.2.2. Modification de la rhéologie du sol argileux .....	24
A-I-3.2.2.1. Cas de la chaux.....	24
A-I-3.2.2.2. Cas du ciment.....	25
A-I-3.2.3. Effet sur le comportement mécanique .....	25
A-I-3.2.3.1. Traitement à la chaux .....	25
A-I-3.2.3.2. Traitement au ciment .....	25
<i>A-I-4. Suivi de l'évolution des interactions sols-liants.....</i>	<i>27</i>
A-I-4.1. Travaux de Maubec (2010).....	27
A-I-4.2. Travaux de Lasledj (2009).....	28
<b>CHAPITRE -II- MÉTHODES ET MATÉRIAUX .....</b>	<b>35</b>
<i>A-II-1. Méthodes d'analyse microstructurale .....</i>	<i>35</i>
A-II-1.1. Analyse Minéralogique par Diffractométrie aux rayons X.....	35
A-II-1.2. Microscopie électronique à balayage MEB .....	37
<i>A-II-2. Méthodes d'analyse macroscopique .....</i>	<i>39</i>
<i>A-II-3. Identification des matériaux utilisés .....</i>	<i>40</i>
A-II-3.1. Limon GO.....	41
A-II-3.2. Kaolinite et Montmorillonite .....	47

A-II-3.2.1. Kaolinite jaune P300 .....	47
A-II-3.2.2. Montmorillonite .....	49
A-II-3.3. Les liants .....	51
<b>A-II-4. Protocoles expérimentaux .....</b>	<b>53</b>
A-II-4.1. Suivi du pH et de la conductivité électrique CE .....	53
A-II-4.2. Résistance mécanique, diffractométrie et Microscopie .....	56
<b>CHAPITRE -III- RÉSULTATS .....</b>	<b>61</b>
<b>A-III-1. Suivi du pH et de la conductivité électrique CE .....</b>	<b>61</b>
A-III-1.1. Cas du Limon GO .....	61
A-III-1.1.1. Variation du pH des mélanges .....	61
A-III-1.1.2. Variation de la CE des mélanges .....	63
A-III-1.1.3. Variation du pH et de la CE de la solution Limon traité avec 3% de chaux (Li-3Ch) .....	64
A-III-1.2. Cas de la Kaolinite .....	66
A-III-1.2.1. Variation du pH des mélanges .....	66
A-III-1.2.2. Variation de la CE des mélanges .....	67
A-III-1.3. Cas de la Montmorillonite .....	68
A-III-1.3.1. Variation du pH des mélanges .....	68
A-III-1.3.2. Variation de la CE des mélanges .....	70
A-III-1.4. Interprétation et synthèse.....	71
<b>A-III-2. Analyse microstructurale des mélanges Li-8Ci et Li-20Ci.....</b>	<b>74</b>
A-III-2.1. Diffraction aux rayons-X .....	74
A-III-2.2. Observations au MEB .....	77
<b>A-III-3. Analyse mécanique.....</b>	<b>79</b>
A-III-3.1. Eprovettes E-Li-8Ci et E-Li-20Ci .....	79
A-III-3.2. Effet du phasage du traitement aux liants .....	81
A-III-3.2.1. Comparaison E-LiCh-8Ci et E-Li-8Ci .....	84
A-III-3.2.2. Comparaison E-Li-3Ch-8Ci et E-Li-8Ci .....	85
A-III-3.3. Synthèse .....	85
<b>CONCLUSION DE LA PARTIE -A- .....</b>	<b>87</b>

## INTRODUCTION DE LA PARTIE -A-

La terre crue est constituée d'agrégats de particules fines telles que le quartz, les minéraux argileux, les feldspaths, les micas, les carbonates et hydroxydes métalliques dont l'hématite et la goéthite. Les propriétés physiques et mécaniques du sol dépendent alors de la nature des minéraux le constituant. L'interaction entre l'eau et les particules d'argiles donne une cohésion au sol.

L'étude géotechnique d'un sol argileux comporte entre autres une identification de la minéralogie et une détermination des caractéristiques mécaniques, hydriques et hydromécaniques du sol. L'étude de sa minéralogie et l'identification des argiles contenues dans le sol sont alors nécessaires pour comprendre les différentes interactions avec son environnement, en particulier au contact avec les différents liants hydrauliques, chaux et ciment lors de leur traitement.

Dans cette partie, nous allons étudier le comportement d'un limon naturel destiné à la fabrication d'un béton de terre crue lors de son traitement avec deux liants hydrauliques la chaux et/ou le ciment. Nous allons alors tenter de comprendre les interactions physico-chimiques de ce sol naturel avec des liants en adoptant deux analyses, une à l'aide d'indicateurs macroscopiques et l'autre à l'aide d'outils microstructuraux et microscopiques.

Le premier chapitre présente la structure des argiles et des liants et les interactions qui se passent entre les deux, ainsi qu'une synthèse de quelques travaux dans la littérature sur le sujet. Le deuxième chapitre présente les méthodes utilisées dans cette étude et l'identification des différents matériaux analysés. Le troisième chapitre présente les résultats de cette étude et les interprétations associées.



# Chapitre -I- ÉTAT DE L'ART SYNTHÉTIQUE

## A-I-1. Les argiles

L'argile est constituée de particules fines de taille inférieure à 2  $\mu\text{m}$  [11]. Les particules d'argile résultent de l'altération des roches, suivie d'une transformation chimique. Leur structure résultante dépend du climat (température et humidité), de l'altitude, des minéraux présents dans leur environnement et de plusieurs facteurs géologiques (éruption volcanique, présence d'eau et des sels, etc..). Les particules argileuses sont formées essentiellement de phyllosilicates (silicates en feuillets). Elles ont la forme de plaquettes fines développées dans un plan de l'espace.

La structure des feuillets est organisée en plans ioniques successifs. Ces plans ioniques sont composés d'anions  $\text{O}^{2-}$  ou  $\text{OH}^-$  entre lesquels se dispersent des cations, spécialement du  $\text{Si}^{4+}$  et  $\text{Al}^{3+}$  [12]. Les plans ioniques s'empilent pour former des couches tétraédriques (T) ou octaédriques (O). Ces couches s'assemblent pour former deux types de feuillets élémentaires (T-O ou T-O-T). Les feuillets s'accolent entre eux pour former des éléments ou unité structurale. L'espace situé entre deux feuillets argileux est appelé espace interfoliaire (Figure 2).

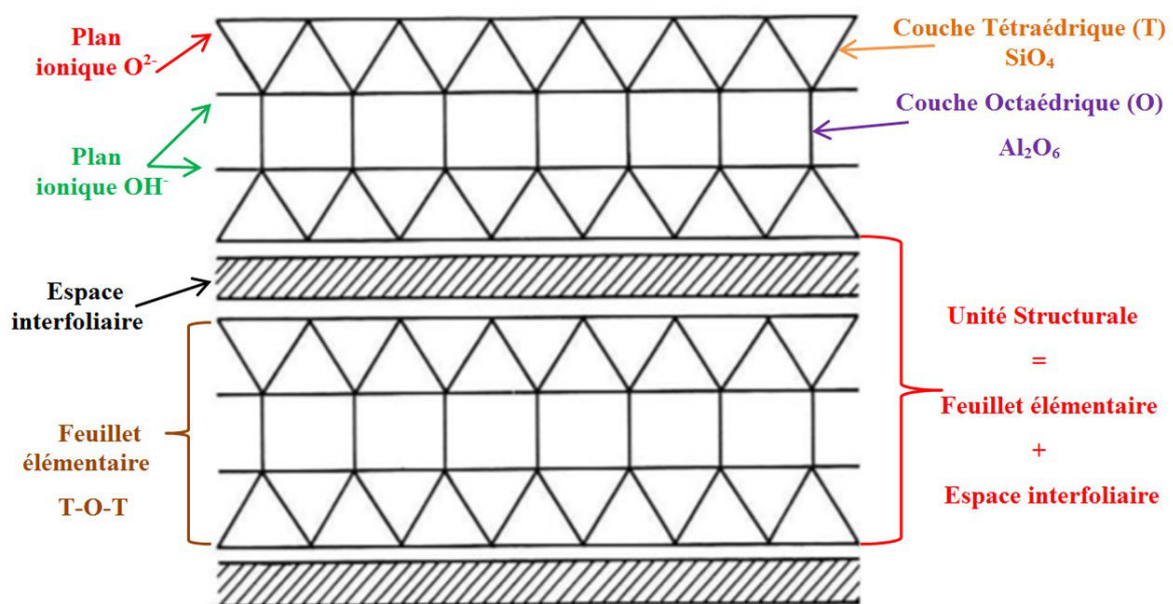


Figure 2. Représentation schématique d'une structure phyllosilicatée de type T-O-T.



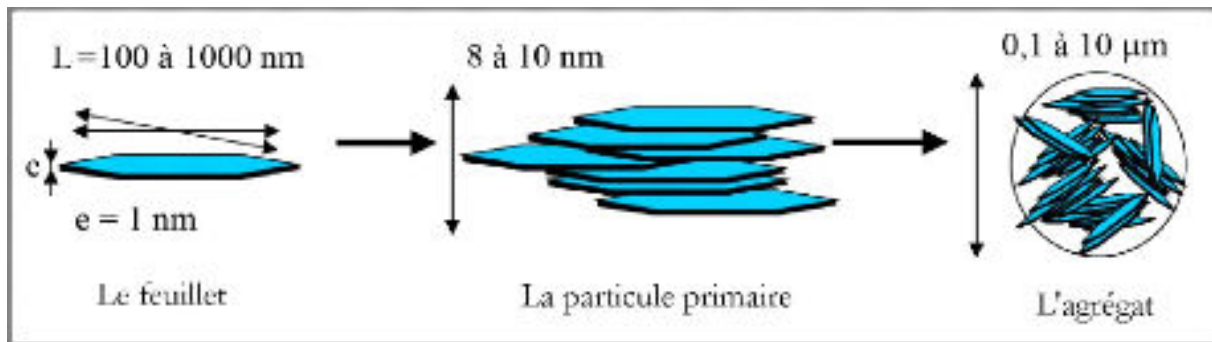


Figure 3. Structure des particules argileuses [13]

L'espace interfoliaire peut être vide ou contenir des cations, secs ou hydratés, et peut même contenir des groupes hydroxyles ou des couches. L'assemblage des feuillets selon différentes dispositions (face-face ou/et face-bord) forment les particules argileuses (Figure 3).

Les feuillets des phyllosilicates sont formés de la combinaison de couches tétraédriques et octaédriques (Figure 4) :

- Couche Tétraédrique (T) : le tétraèdre, de formule générale  $\text{SiO}_4$ , est composé de quatre anions d'oxygène ( $\text{O}^{2-}$ ) entourant un atome de silicium ( $\text{Si}^{4+}$ ). Les tétraèdres se combinent entre eux pour former des couches tétraédriques planes. Son épaisseur est de 4.6 Å.
- Couche Octaédrique (O) : l'octaèdre, de formule générale  $\text{Al}_2\text{O}_6$ , est composé de six anions hydroxyles ( $\text{OH}^-$ ) en serrant deux atomes d'aluminium ( $\text{Al}^{3+}$ ). Ces octaèdres se combinent entre eux pour former des couches octaédriques planes. Son épaisseur est de 5.05 Å.

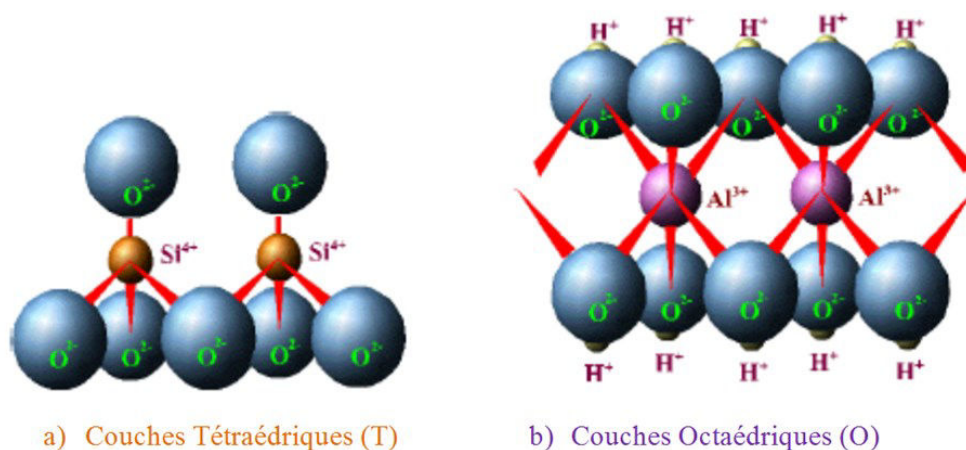


Figure 4. Couches tétraédriques (a) et octaédriques (b). [14]

Une famille d'argile est identifiée à partir de l'association de couches tétraédriques (T) et de couches octaédriques (O) qui constituent le motif de son réseau cristallin. Des substitutions isomorphes peuvent avoir lieu au sien des tétraèdres (le silicium  $\text{Si}^{4+}$  peut être remplacé par l'aluminium  $\text{Al}^{3+}$  ou du fer  $\text{Fe}^{3+}$ ) et des octaèdres (l'aluminium  $\text{Al}^{3+}$  peut être remplacé par le magnésium  $\text{Mg}^{2+}$  ou du fer  $\text{Fe}^{2+}$ ) [15].

En mécanique de sol, on identifie trois grandes familles d'argiles (Figure 5) selon leur réactivité avec leur environnement et surtout vis-à-vis de l'eau. Elles sont caractérisées par le type du feuillet élémentaire et la taille de l'unité structurale nommée distance basale et mesurée en angström ( $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$ ) :

1. Les Kaolinites : minéraux à 7 Å de feuillet élémentaire T-O constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique
2. Les Illites : minéraux à 10 Å de feuillet élémentaire T-O-T constitué d'une couche octaédrique assemblée à deux couches tétraédriques de part et d'autre.
3. Les Smectites : minéraux à 10 Å de feuillet élémentaire T-O-T et des ions diverses ou d'une couche octaédrique O qui s'intercalent entre deux feuillets T-O-T. sa distance basale peut évoluer en fonction du type d'ions intercalés et de leur hydratation.

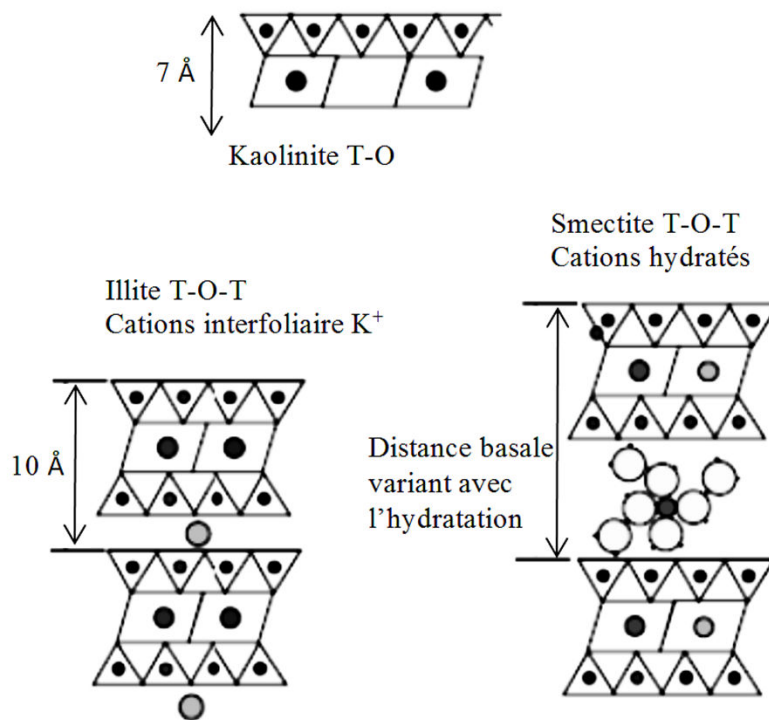


Figure 5. Trois grandes familles d'argile [16].

### A-I-1.1. Les kaolinites

La kaolinite est une argile à 7 Å, de feuillet élémentaire T-O. Ses feuillets adhèrent entre eux par des liaisons d'hydrogène qui s'établissent entre le proton qui est à la surface du groupement hydroxyle ( $\text{OH}^-$ ) de la couche octaédrique et les atomes d'oxygène de la couche tétraédrique du feuillet suivant (Figure 6). Cette liaison par l'hydrogène est assez rigide et rapproche les feuillets les uns des autres. Ceci donne un caractère plus ou moins stable à la kaolinite connue pour étant une argile non gonflante en présence de l'eau. La Figure 7 présente une image MEB d'une argile de type kaolinite.

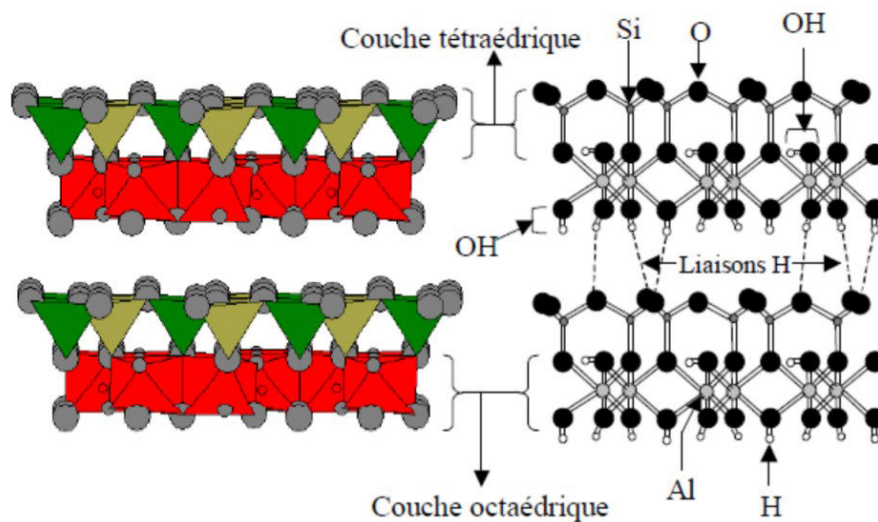


Figure 6. Unité structurale de la Kaolinite et des liaisons hydrogène. [17]

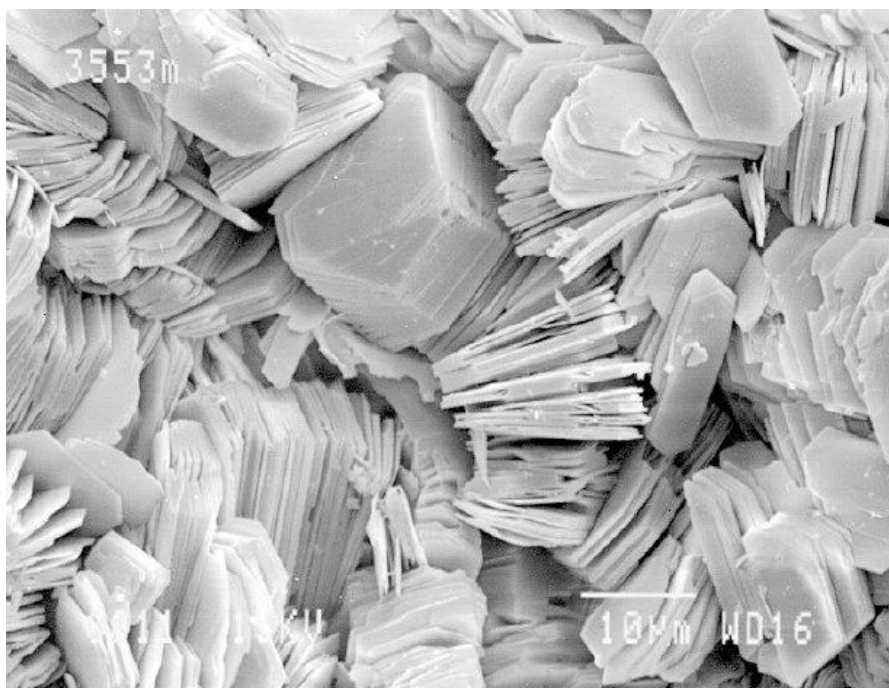


Figure 7. Image MEB d'une kaolinite. [18]

### A-I-1.2. Les illites

L'illite ou mica, est une argile à 10 Å, de feuillet élémentaire T-O-T enfermant un cation de potassium  $K^+$  dans son espace interfoliaire. Les feuillets adhèrent les uns aux autres par l'intervention des forces de Van der Waals. La présence du cation  $K^+$  compense le déficit de charge présent à la surface des feuillets, ainsi il contribue à rigidifier l'ensemble. Le potassium a le même diamètre que l'espace interfoliaire, par conséquent les molécules d'eau ne parviennent pas à s'engager entre les feuillets. D'où la faible capacité de gonflement de l'illite.

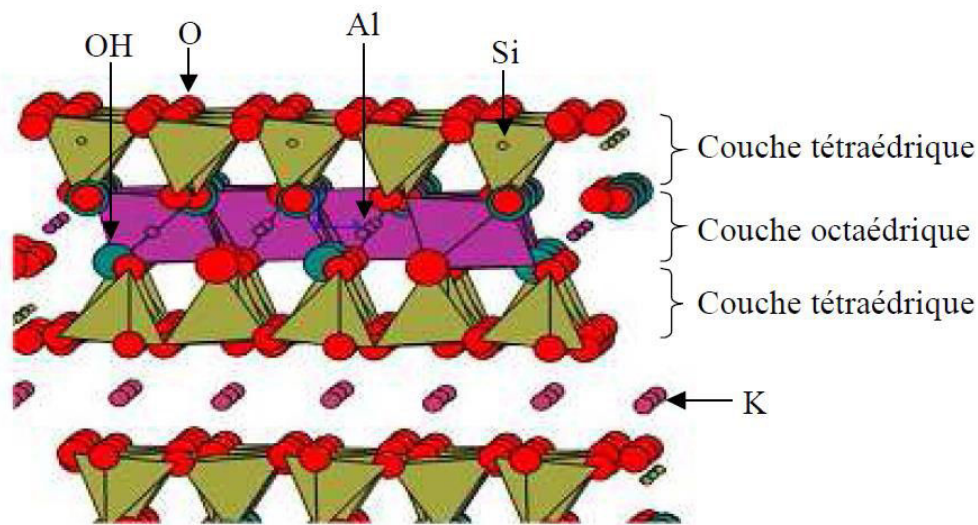


Figure 8. Unité structurale d'une illite avec un cation potassium dans l'espace interfoliaire. [17]

### A-I-1.3. Les smectites

Les smectites, comme la montmorillonite par exemple (Figure 9), sont des argiles à 10 Å, de feuillet élémentaire T-O-T. La distance basale peut augmenter en fonction de l'hydratation du feuillet. Ceci est dû au déficit de charge non compensé par des cations. La compensation électrique est assurée par l'insertion de cations plus ou moins hydratés dans l'espace interfoliaire ( $Na^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ). L'une des conséquences est que ce type d'argile peut accueillir des molécules d'eau dans l'espace interfoliaire et constituer ce qu'on appelle une argile gonflante.

Le Tableau 1 résume les trois familles d'argiles présentées ainsi que leurs formules chimiques.

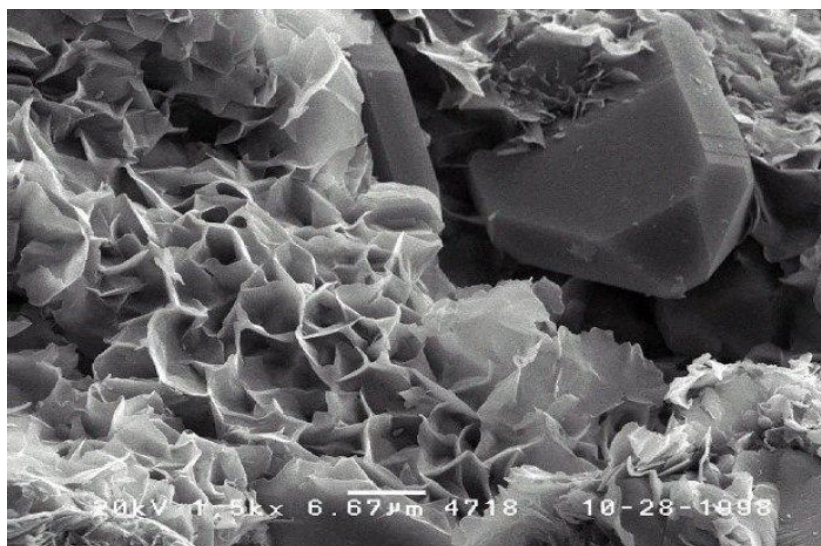


Figure 9. Image MEB d'une Motmorillonite. [18]

Tableau 1. Résumé des différents types d'argiles

Type de l'argile	Combinaison des feuillets	Formule chimique	Espace interfoliaire
<b>Kaolinite</b>	T-O	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$	Liaison hydrogène forte
<b>Illite</b>	T-O-T	$(K,H_3O)(Al,Mg,Fe)_2(Si,Al)_4O_{10}[(OH)_2,(H_2O)]$	Présence de $K^+$
<b>Montmorillonite (famille des smectites)</b>	T-O-T	$(Na,Ca)_{0.3}(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$	Présence ou pas de cations hydratés

## A-I-2. Les Liants

### A-I-2.1. Le ciment

Le ciment Portland est composé principalement du clinker et d'autres additifs. Le clinker est un mélange de 80% de calcaire et 20% d'argile, le tout calciné à 1450°C et broyé en poudre fine inférieure à 80 μm. Le résultat est formé de quatre composés anhydres :

1. Les silicates tricalciques ( $C_3S$ )
2. Les silicates dicalciques ( $C_2S$ )
3. Les aluminates tricalciques ( $C_3A$ )
4. Les aluminoferrites tétracalciques ( $C_4AF$ )

Au contact de l'eau, les aluminates tricalciques ( $C_3A$ ) réagissent rapidement ce qui perturbe la prise du ciment et le résultat final. Afin de modérer cette réaction, le gypse de formule  $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ , est ajouté au clinker. L'hydratation des composés du ciment entraîne la formation d'hydrates qui constituent la colle entre les grains solides présents dans le mélange d'un béton.

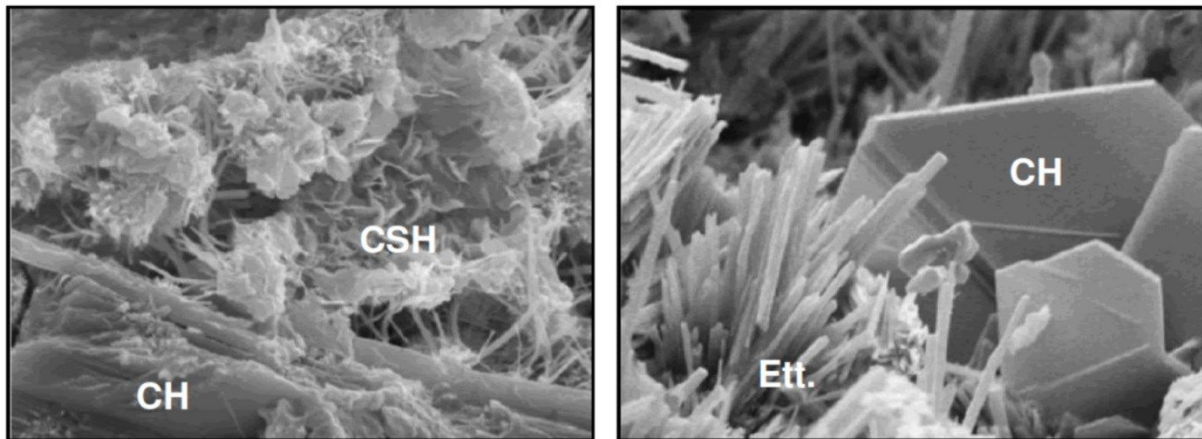
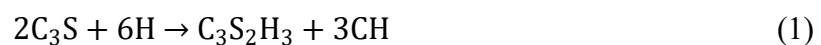


Figure 10. Éléments constitutifs d'une pâte de ciment. (CH) désigne la portlandite, (CSH) désigne l'hydrate tobermorite et (Ett.) désigne l'ettringite. [19] [20]

La Figure 10 présente la microstructure type d'une pâte de ciment, avec les principaux hydrates qui la composent. La pâte de ciment hydratée est ainsi constituée de :

- Silicates de calcium hydratés (CSH) issus de l'hydratation des  $C_2S$  et  $C_3S$  décrite par les réactions suivantes (1) et (2):



Les CSH représentent 60% à 70% du volume de la pâte de ciment hydratée. Ils possèdent une structure souvent mal cristallisée de type gel. En englobant les grains

anhydres du ciment, les CSH augmentent la cohésion de la pâte et apportent une résistance au mélange.

- Portlandite ( $\text{Ca(OH)}_2$  ou CH) issue de l'hydratation des silicates (réactions (1) et (2) ci-dessus). Elle cristallise sous une forme hexagonale, occupant 20 à 30% du volume de la pâte de ciment. Elle participe peu à l'augmentation de la résistance du matériau cimentaire. Elle constitue cependant une source de calcium nécessaire aux réactions pouzzolaniques différées. Ce sont des réactions à long terme de durcissement et de gain en résistance.
- Aluminates de calcium hydratés (CAH) issus de l'hydratation rapide des aluminates tricalciques décrite dans la réaction (3) suivante :



Les CAH provoquent une prise rapide, diminuent la malléabilité de la pâte et ne participent que peu à l'augmentation de résistance.

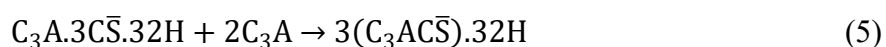
- Ettringite primaire (trisulfoaluminate de calcium hydraté, noté  $\text{C}_3\text{A}.3\text{C}\bar{\text{S}}\text{H}$  ou  $\text{CA}\bar{\text{S}}\text{H}$ ) issue de la réaction des  $\text{C}_3\text{A}$  et des  $\text{C}_4\text{AF}$  avec le gypse, régulateur de prise, réaction (4) suivante :



L'ettringite a une structure trigonale qui s'insère dans la pâte de ciment sous forme de fines aiguilles blanches enchevêtrées, telles qu'elles apparaissent dans la Figure 10.

Lorsque l'ettringite primaire se dissout, elle libère des ions sulfate qui se réassocient avec les phases aluminates ( $\text{C}_3\text{A}$  et  $\text{C}_4\text{AF}$ ) sous la forme de monosulfoaluminate de calcium hydraté où :

- Ettringite secondaire issue de la réaction des  $\text{C}_3\text{A}$  avec l'ettringite primaire, décrite dans la réaction (5) suivante :



L'évolution physico-mécanique et physico-chimique des pâtes de ciment se déroule principalement au cours des premières minutes suivant la fin du gâchage selon une cinétique influencée par la température.

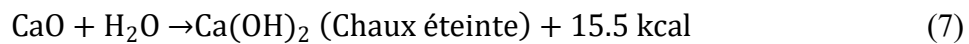
Dans le cas des matériaux cimentaires, il est admis qu'après 28 jours la quasi-totalité du ciment a réagi, c'est-à-dire que les caractéristiques mécaniques sont presque définitives.

### A-I-2.2. La Chaux

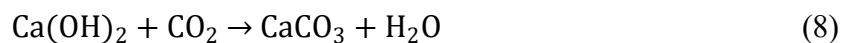
La chaux est obtenue à partir d'un calcaire (  $\text{CaCO}_3$  et autres minéraux) porté à une température de plus de  $1000^\circ\text{C}$ . Il se produit alors une réaction chimique : le calcaire se décompose en chaux vive et en dioxyde de carbone (réaction (6)) :



La chaux vive est avide d'humidité. Elle réagit au contact de l'eau avec un fort dégagement de chaleur puis se transforme en une poudre blanche appelée chaux éteinte (réaction (7)) :



Lorsqu'elle se recombine avec le gaz carbonique, elle devienne de la calcite (réaction (8)) :



Dans les techniques routières, la chaux est utilisée afin de diminuer la teneur en eau des sols argileux et faciliter ainsi le travail des engins de terrassement. La chaux vive, mélangée aux sols argileux, se combine chimiquement avec ces derniers. L'argile initialement plastique devient plus stable et très peu sensible à l'eau.

### A-I-3. Interactions Argile-Liants

L'ajout des liants à un sol argileux entraîne des interactions à l'échelle microscopique identifiées par des changements macroscopiques du sol.



### A-I-3.1. À l'échelle microscopique

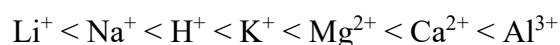
#### A-I-3.1.1. Cas de la chaux

La chaux ajoutée à un sol réagit avec les particules d'argiles en deux phases de réactions successives : (1) les réactions dites à court terme, (2) et les réactions dites à long terme. Les réactions à court terme sont l'échange cationique, la floculation et l'agglomération. Les réactions à long terme sont les réactions pouzzolaniques et la carbonatation.

##### A-I-3.1.1.1. Échange cationique

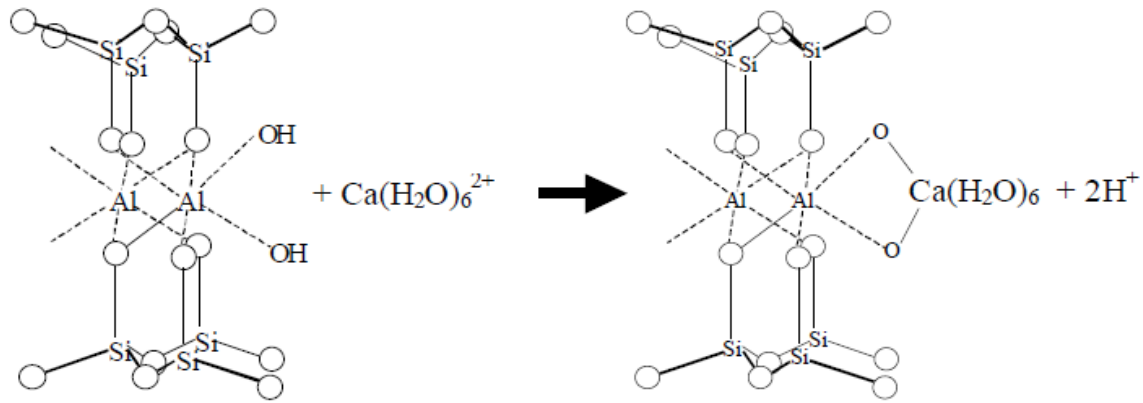
Comme on a vu ci-dessus, les argiles présentent un déficit de charge, en particulier dans leur espace interfoliaire. Elles ont donc la possibilité d'échanger leurs cations constitutifs avec leur environnement et de fixer donc l'ion de calcium libéré par l'hydratation de la chaux. Cet échange s'appelle l'échange cationique. Il s'effectue de deux manières : échange des cations interfoliaires et échange des cations de bordure, et dépend de :

- La nature de l'argile et de sa capacité d'échange cationique CEC. Cette capacité varie de 0.05 meq/g (cas de la kaolinite) à 1 meq/g (cas de la montmorillonite). Une faible valeur de CEC signifie que l'argile fixe les cations uniquement sur les zones latérales des feuillets, alors qu'une valeur élevée signifie que l'argile adsorbe et fixe le cation dans son espace interfoliaire [21] [14].
- La nature du cation présent en solution. En effet, l'échange des cations dépend de la valence et de la masse atomique de ceux-ci. On peut les classer comme suit :



L'échange des cations interfoliaires s'effectue entre les cations de l'espace interfoliaire et les cations en solution. On retrouve ce type d'échange en particulier dans le cas des argiles T-O-T. Plus la charge du cation interfoliaire est faible et sa taille est petite, plus son échange est facile [22] [23] [24] [25] [21].

Sur les bords des feuillets, les liaisons Si-O et Al-OH présentent des charges non équilibrées. En milieu basique, ces liaisons fixent aussi les cations de calcium présents en solution formant des sites pour les réactions pouzzolaniques plus tard (Figure 11) [21] [14].



**Figure 11. Mécanisme de l'adsorption de cations  $Ca^{2+}$  sur la surface latérale d'une argile de type 2 :1 [17]**

Les réactions d'échange cationique ont lieu immédiatement lors de l'ajout de la chaux à un sol argileux hydraté. La quantité de calcium nécessaire pour réaliser l'échange cationique dans tous les espaces interfoliaires dépend de la nature de l'argile et de son cation constitutif. Les auteurs parlent de la notion « lime fixation point, Lime Consommation Optimale et Initial Lime Consommation » pour désigner la nécessité d'adapter la proportion de chaux en fonction de la teneur en argile [14] [23] [26] [27].

#### *A-I-3.1.1.2. Flocculation et agglomération*

Les charges négatives portées en surface des particules d'argiles sont responsables de l'établissement d'un champ électrostatique autour d'elles. Ce champ permet le développement de la double couche d'eau entourant les argiles (eau libre et eau liée) (Figure 12). L'ajout de chaux modifie la charge superficielle des argiles et donc la structure de la double couche dont l'extension diminue [14] [22] [27] [25] [21].

On observe alors une diminution du volume apparent des particules et une contraction du sol (Figure 13). La flocculation améliore la consistance des argiles.

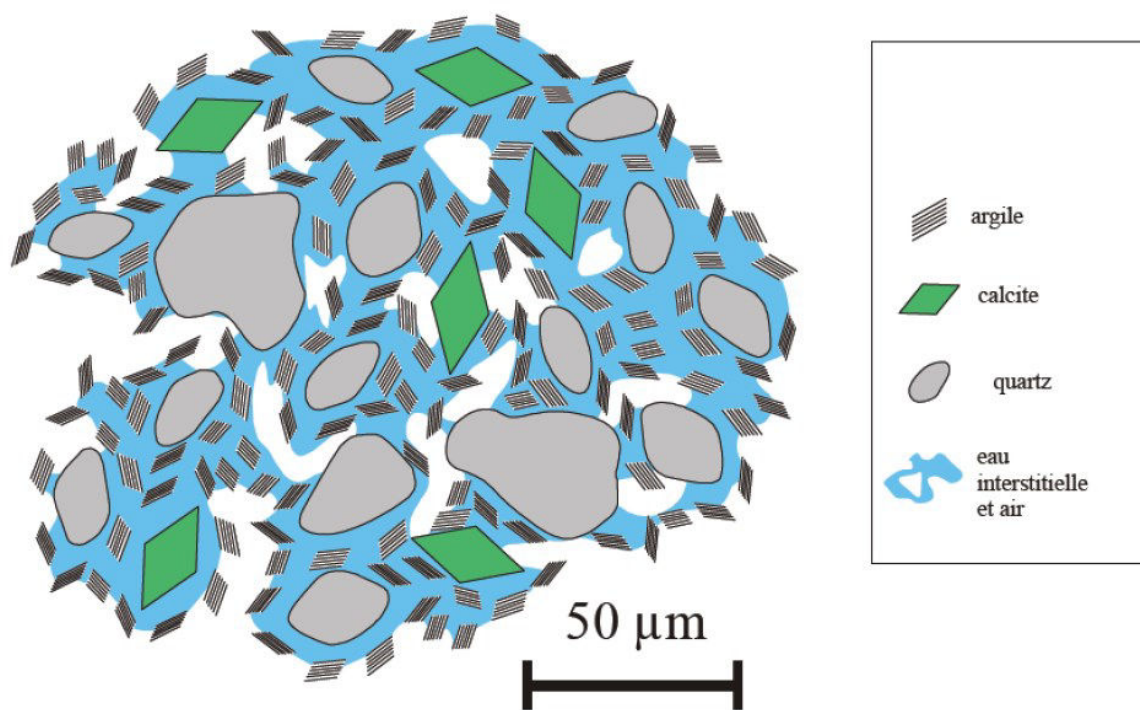


Figure 12. Représentation schématique de la microstructure du limon de Meaux avant traitement.  
[21]

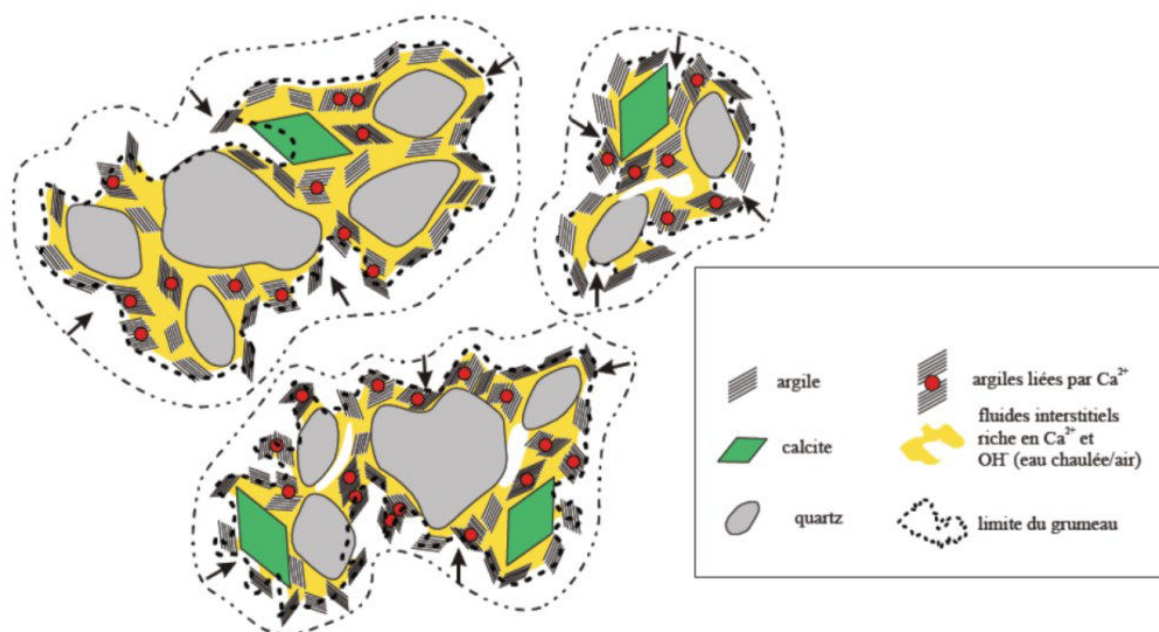


Figure 13. Représentation schématique de la microstructure du limon de Meaux après traitement  
[21].

### *A-I-3.1.1.3. Les réactions pouzzolaniques*

À la suite des réactions d'échange cationique, les réactions pouzzolaniques commencent à se produire entre le calcium provenant de la chaux et les couches tétraédriques, et octaédriques des feuillets argileux. Il faut noter que les cations de calcium fixés déjà dans l'espace interfoliaire ne participent plus aux réactions pouzzolaniques [14] [28] [29] [27]. Par conséquent ces réactions se passent sur les bords des particules argileux avec les cations excédentaires en solution.

En milieu basique et saturé en cation de calcium, les argiles sont attaquées. En conséquence, elles libèrent l'alumine et la silice qui réagissent avec le calcium en présence d'eau et les hydroxyles provenant de la chaux pour former des hydrates calciques similaires à ceux des ciments [14]. On identifie des hydrates tel que hydrate de silicate calcique (CSH), hydrate d'aluminate calcique (CAH) et hydrate alumino-silicate calcique (CASH) [30] [29] [22] [31] [32] [33] [34] [35] [26] [27] [24] [36] [25].

Ces hydrates tapissent la surface des particules du sol et en cristallisant, agissent comme des liens entre les particules du sol. Cette réaction consomme donc les argiles et aboutit à la formation de nouveaux minéraux aux propriétés liantes [14].

Cette réaction pouzzolanique a une cinétique lente qui nécessite, à température ordinaire, plusieurs mois avant que ses effets puissent être appréciés [14] [37] [38] [39]. Cependant, la cinétique dépend de plusieurs facteurs dont la température de maturation et la teneur en eau des sols traités. En dessous de 5°C, la cinétique est ralentie alors qu'elle s'accélère avec l'augmentation de la température [14] [33] [27] [38] [40] [39] [21]. Une humidité relativement importante favorise la réaction pouzzolanique par la mobilité des ions et la formation des minéraux uniformes dans une surface plus ou moins étendue autour des grains de chaux [14] [26] [27].

### *A-I-3.1.1.4. La carbonatation*

La carbonatation (formation de la calcite) de la chaux est une conséquence de la réaction produite entre la chaux et le CO<sub>2</sub> de l'air (équation (8)). Cette réaction pourrait avoir lieu pendant la maturation des sols traités [14].

Dans le cas du développement de cette réaction, les cristaux de calcite ainsi formés ont une propriété liante très médiocre et perturbent la stabilisation des sols car leur

développement inhibe la réaction pouzzolanique [14] [22] [25] [21]. Ainsi, cette réaction provoque une réduction de la résistance finale à cause de la consommation d'une partie de la chaux disponible pour la réaction pouzzolanique [14].

### **A-I-3.1.2. Cas des ciments**

L'objectif de la stabilisation d'un sol aux liants hydrauliques est de former rapidement les hydrates calciques. Dans le cas du ciment, il est admis qu'après 28 jours la quasi-totalité du ciment a réagi, c'est-à-dire que les caractéristiques sont presque définitives. Cet écart provient du fait que lors du traitement au ciment, les minéraux aux propriétés liantes se développent directement à partir du ciment [18].

Des C-S-H se forment à partir de l'alite ( $C_3S$ ) et de la bélite ( $C_2S$ ). L'hydratation de l'alite et de la bélite mais aussi des aluminates calciques provoque la libération d'un excès de chaux qui donne de la portlandite. L'aluminate calcique permet la formation de différentes phases dont des aluminates calciques hydratés ( $C_4AH_{13}$  et  $C_3AH_6$ ), de l'ettringite et du monosulfoaluminate en se combinant avec le soufre.

Dans le cas des bétons et des graves/sables traités au ciment, le ciment forme une coque enrobant le granulat.

## **A-I-3.2. Échelle macroscopique**

### **A-I-3.2.1. Régulateur de la teneur en eau**

L'ajout d'un liant à un sol provoque une modification de sa teneur en eau. Ce changement est surtout identifié dans le cas de l'ajout de la chaux. Pour un ajout de 1% de chaux vive, la réaction exothermique d'hydratation assèche le sol évacuant environ 0,5 à 1 % d'eau [41] [18] [20].

### **A-I-3.2.2. Modification de la rhéologie du sol argileux**

#### *A-I-3.2.2.1. Cas de la chaux*

L'ajout de chaux provoque un changement de la texture du sol. En effet les particules argileuses s'agglomèrent, ce qui entraîne une amélioration de la consistance du sol. Ce changement se traduit par une augmentation de la limite de plasticité du sol. Le décalage

de l'indice de plasticité est lié à la quantité de chaux utilisée, à la nature des minéraux argileux du sol traité et à la teneur en eau [18] [42] [27] [43] [21] .

Les recherches concernant l'effet de la chaux sur l'évolution de la plasticité (IP) du sol ont montré une augmentation immédiate de la limite de plasticité des sols argileux traités et une réduction du domaine de plasticité [42] [35] [44] [26] [24] [27] [45] [46] [25] [47] [14] . En ce qui concerne la limite de liquidité, son évolution varie selon la nature du sol argileux traité. Elle diminue pour les smectites [35] [44] [14] [45] et augmente pour la kaolinite et l'illite [42] [48] [27].

### *A-I-3.2.2.2. Cas du ciment*

L'action immédiate du ciment est limitée. Cependant lors de l'utilisation d'un liant hydraulique comportant une forte proportion de chaux, la floculation des argiles peut se produire [38].

### **A-I-3.2.3. Effet sur le comportement mécanique**

L'ajout des liants permet une amélioration à plus long terme des sols. L'utilisation d'un traitement à la chaux ou aux liants hydrauliques aboutit à l'amélioration des caractéristiques mécaniques du matériau traité [18] [21].

#### *A-I-3.2.3.1. Traitement à la chaux*

Dans le cas du traitement à la chaux, les réactions pouzzolaniques permettent une amélioration des caractéristiques mécaniques du mélange. Ces améliorations peuvent durer jusqu'à un an de traitement [26]. De même l'ajout de la chaux permet de réduire la densité sèche du mélange, d'augmenter la résistance à la compression simple avec le temps de cure, de supprimer le gonflement et de réduire le retrait [18] [41].

#### *A-I-3.2.3.2. Traitement au ciment*

Dans le cas du traitement au ciment, les caractéristiques mécaniques sont acquises par deux effets : d'une part, par l'hydratation du ciment et la formation d'un mortier, et d'autre part, par sa réaction avec l'argile. Ces améliorations sont rapidement acquises le premier mois et peuvent augmenter pendant un an [21].

L'hydratation du ciment induit la formation d'un gel d'hydrates englobant la surface des agglomérats d'argile. La portlandite libérée réagit alors avec l'argile et provoque, en milieu alcalin, sa dégradation. Les agglomérats de sol pénètrent ensuite dans la pâte de ciment. On obtient alors trois structures mêlées :

- Une matrice inerte sableuse liée au ciment ;
- Une matrice d'argile stabilisée ;
- Une matrice de terre non stabilisée.

Selon la structure de la terre, le pourcentage de ciment ajouté peut donner des résultats différents. Certaines terres se comportent mieux sans ajout de ciment. En général, il faut au moins 6 % de ciment pour obtenir des résultats satisfaisants. La résistance en compression reste très dépendante du dosage [18].

En résumé, le traitement au ciment a pour effet [18]:

- Masse volumique sèche : elle diminue pour les terres qui se compactent bien ; elle augmente pour les terres qui se compactent médiocrement.
- Résistance à la compression sèche et humide : l'influence du ciment sur ce paramètre est en fonction de la masse volumique sèche, de l'indice des vides  $e$ , de l'indice de plasticité  $I_p$  et de la limite de liquidité  $W_L$  et de la proportion d'éléments de  $\phi < 0,4$  mm en %).
- Résistance à la traction : elle varie de 1/5 à parfois 1/10 de la résistance à la compression.
- Variations dimensionnelles : le traitement au ciment diminue l'importance du retrait au séchage et du gonflement à l'humidification.
- Erosion : amélioration de la résistance des terres à l'érosion sous l'action de la pluie surtout lorsque la terre contient de gros grains.

#### **A-I-4. Suivi de l'évolution des interactions sols-liants**

Dans la littérature, nous trouvons souvent des études qui utilisent les mesures du pH et de la conductivité électrique CE pour suivre la progression des réactions des mélanges sol argileux avec les liants, en particulier la chaux.

Lorsque la chaux est ajoutée à un sol argileux, l'échange cationique a lieu immédiatement en présence d'eau. En analysant la consommation initiale en chaux, on peut déterminer la quantité minimale en chaux qui doit être ajoutée au sol pour assurer l'échange cationique et donc la saturation des feuillets des argiles présentes dans le sol par le calcium. Plusieurs méthodes sont utilisées dans la littérature pour suivre et évaluer le traitement des sols aux liants telles que, le changement de la plasticité, la mesure du pH et la CE, la variation du gonflement, la variation de la concentration en ions, la diffractométrie aux rayons X, l'analyse thermogravimétrique, et les observations aux microscopes [14] [29] [22] [23].

Nous allons détailler dans ce qui suit deux travaux de thèses relativement récentes.

##### **A-I-4.1. Travaux de Maubec (2010)**

Maubec [49] a étudié le comportement mécanique de deux types d'argiles, une kaolinite et une bentonite, traités à la chaux. Il a confectionné des échantillons compactés qu'il a analysés à différents temps de maturation. Il a trouvé que la résistance à la compression simple de la kaolinite augmente au début du traitement. Selon le pourcentage de chaux ajouté, la résistance peut évoluer ou pas à long terme. Dans le cas de la bentonite, l'amélioration des caractéristiques mécaniques est progressive quel que soit le pourcentage de chaux ajouté.

La caractérisation physico-chimique a montré deux types de réactivité, pour les deux matériaux étudiés, qui se différencient, d'une part, par la cinétique de réaction et, d'autre part, par les phases formées. La bentonite a consommé la totalité des 10% de chaux ajouté en moins de 3 jours, alors que la kaolinite n'a consommé que partiellement cette quantité au bout de 98 jours de traitement.

En parallèle de la consommation de la chaux, il a trouvé que la formation de silicate de calcium hydraté, dans le cas de la bentonite calcique, apparaît aux premières échéances de traitement. Cette phase hydratée évolue dans le temps, notamment par la substitution de



silicium par l'aluminium. Dans le cas de la kaolinite, la réactivité est plus lente et se résume par une adsorption de calcium suivi d'une formation de carboaluminate de calcium hydraté ( $C_4ACH_{11}$ ) puis à plus long terme d'aluminate tricalcique hydraté ( $C_3AH_6$ ) et de silicate de calcium hydraté ( $C(A)SH$ ).

#### A-I-4.2. Travaux de Lasledj (2009)

Lasledj [14] a suivi les réactions du traitement des argiles avec de la chaux à une température de 20°C. Il a analysé en particulier une smectite nommée Impersol. La quantité de chaux nécessaire pour les réactions à court terme a été déterminée à l'aide des différentes techniques présentées ci-dessus, en particulier la variation instantanée du pH des mélanges chaux-sol (Figure 14) et la diffraction aux rayons X en analysant l'intensité de la réflexion principale de la chaux (Figure 15).

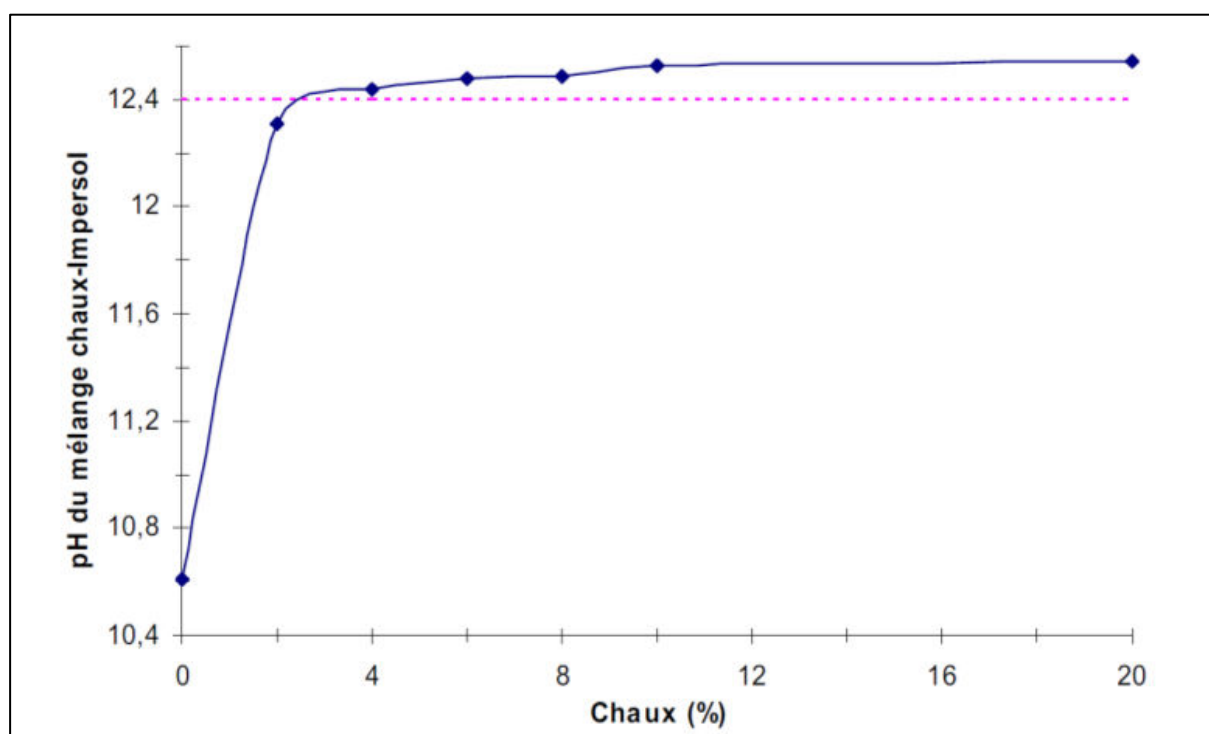


Figure 14. Variation instantanée du pH des mélanges chaux-Impersol. [14]

À partir de la variation instantanée du pH des mélanges chaux-Impersol (Figure 14), il a trouvé qu'à partir de 4% de chaux ajouté à l'Impersol, l'échange cationique dans les feuillets a eu lieu et la quantité de chaux en supplément présente en solution stabilise le pH de la solution aux alentours de 12,4, cette valeur de pH (12,4) correspond à une solution

saturée en chaux. De même Eades et Grim [23] ont précisé qu'un pH de 12.4 est suffisant pour activer la réaction pouzzolanique.

À partir des diffractogrammes des rayons X des échantillons traités à différents pourcentages de chaux, il a analysé l'intensité des deux pics principaux de la chaux. Il a aussi trouvé qu'à partir de 4% de chaux ajoutée, la relation entre le pourcentage de chaux ajoutée et l'intensité des deux pics est linéaire (Figure 15).

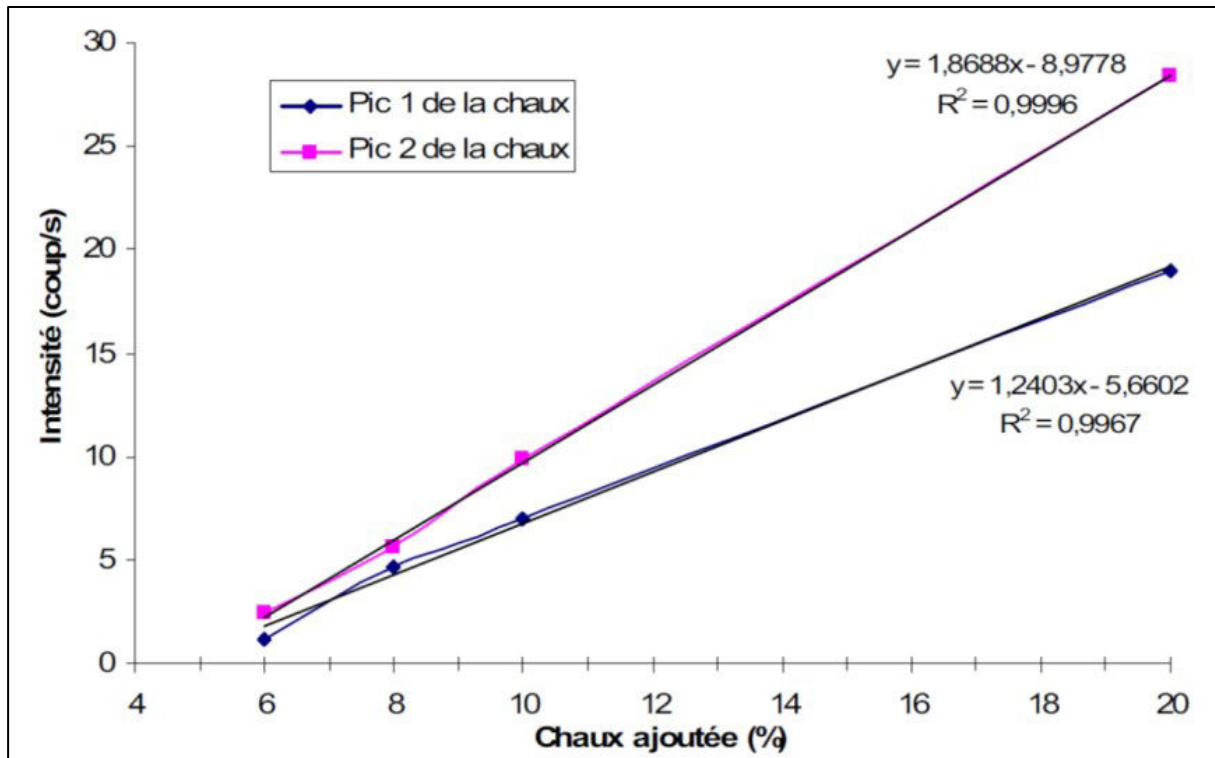


Figure 15. Variation de l'intensité de deux pics principaux de la chaux non réagie en fonction de la quantité de chaux ajoutée. [14]

D'autre part, il a suivi la variation du pH (Figure 16) et la conductivité électrique CE (Figure 17) en fonction du temps de maturation des solutions préparées à partir de 20g de sol sec dispersé dans 100 mL d'eau distillée et plusieurs quantités de chaux (0 à 20%).

Il a trouvé que le pH diminue d'environ 12.4 à 11.8 avec le temps de maturation pour les différents pourcentages de chaux ajoutés. De même, la CE diminue avec le temps de maturation et varie, pour le cas d'ajout de 4 à 20% de chaux, d'environ 11 mS/cm à 5 mS/cm, et varie de 8 à 5 mS/cm pour le cas d'ajout de 2% de chaux.

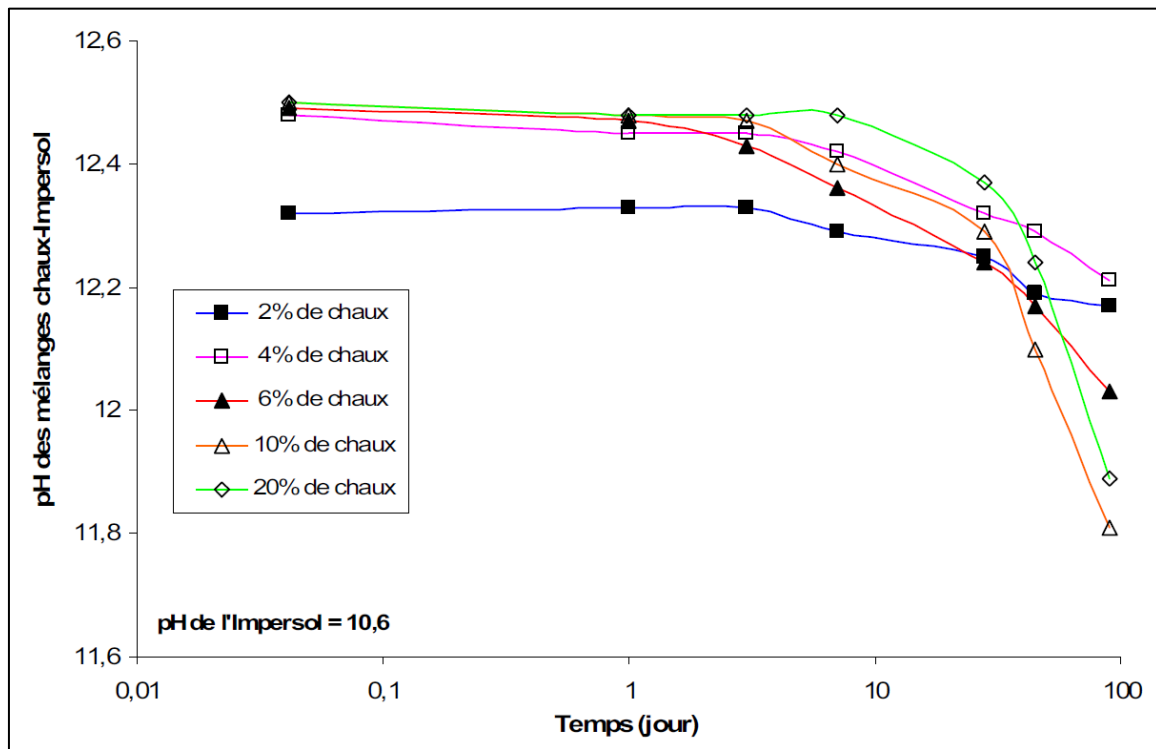


Figure 16. Variation du pH des mélanges chaux-Impersol avec le temps de maturation à 20°C pour différents pourcentages de chaux ajoutés [14].

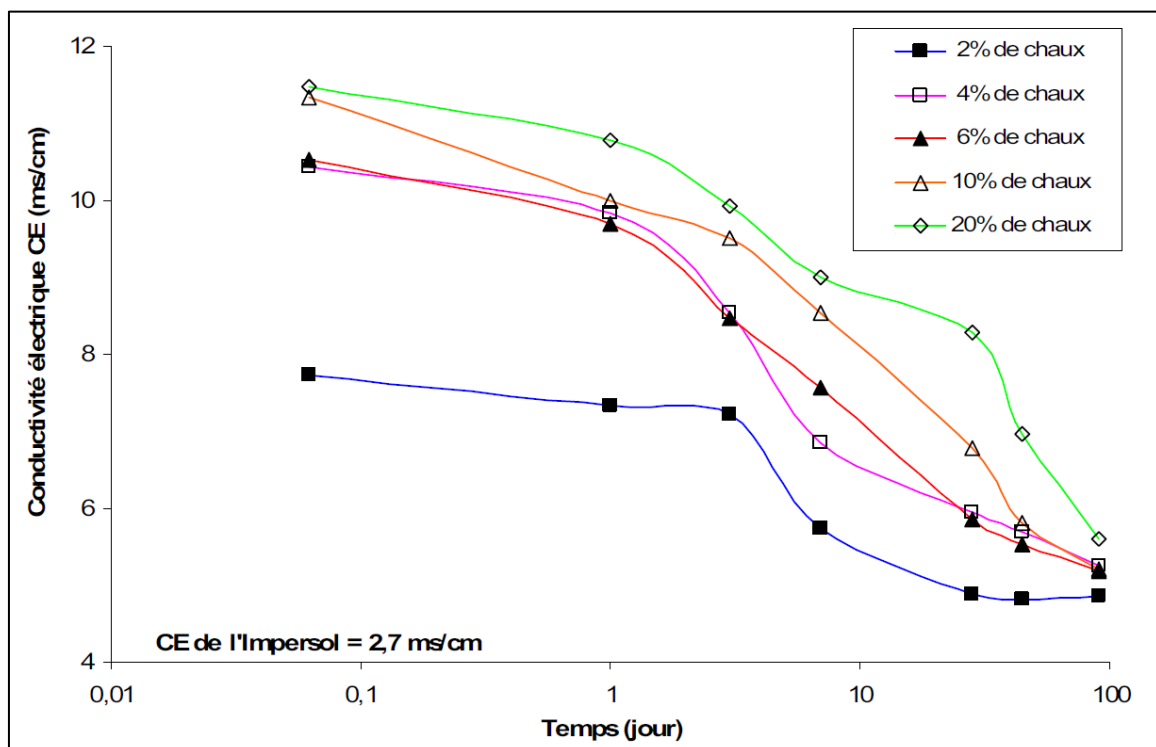


Figure 17. Variation de la CE des mélanges chaux-Impersol avec le temps de maturation à 20°C pour différents pourcentages de chaux ajoutés [14]

De même, il a suivi en fonction du temps de maturation des échantillons, la variation des intensités des pics de la chaux pour suivre sa consommation, des pics des plans (hk0) des argiles pour suivre l'attaque latérale des feuillet, et la variation des intensités des pics des hydrates apparus (Figure 18). La réflexion des hydrates n'est pas très visible pour un traitement inférieur à 7 jours, elle est quasi inexistante pour de faibles ajouts de chaux. La vitesse de la réaction pouzzolanique est 6 fois plus rapide lorsque la quantité de chaux ajoutée est de 20%.

Il en déduit que 5 à 6% de chaux sont suffisant pour les réactions d'échange cationique. Un pourcentage supérieur à 6% est nécessaire pour déclencher l'attaque des feuillet et donc les réactions pouzzolaniques.

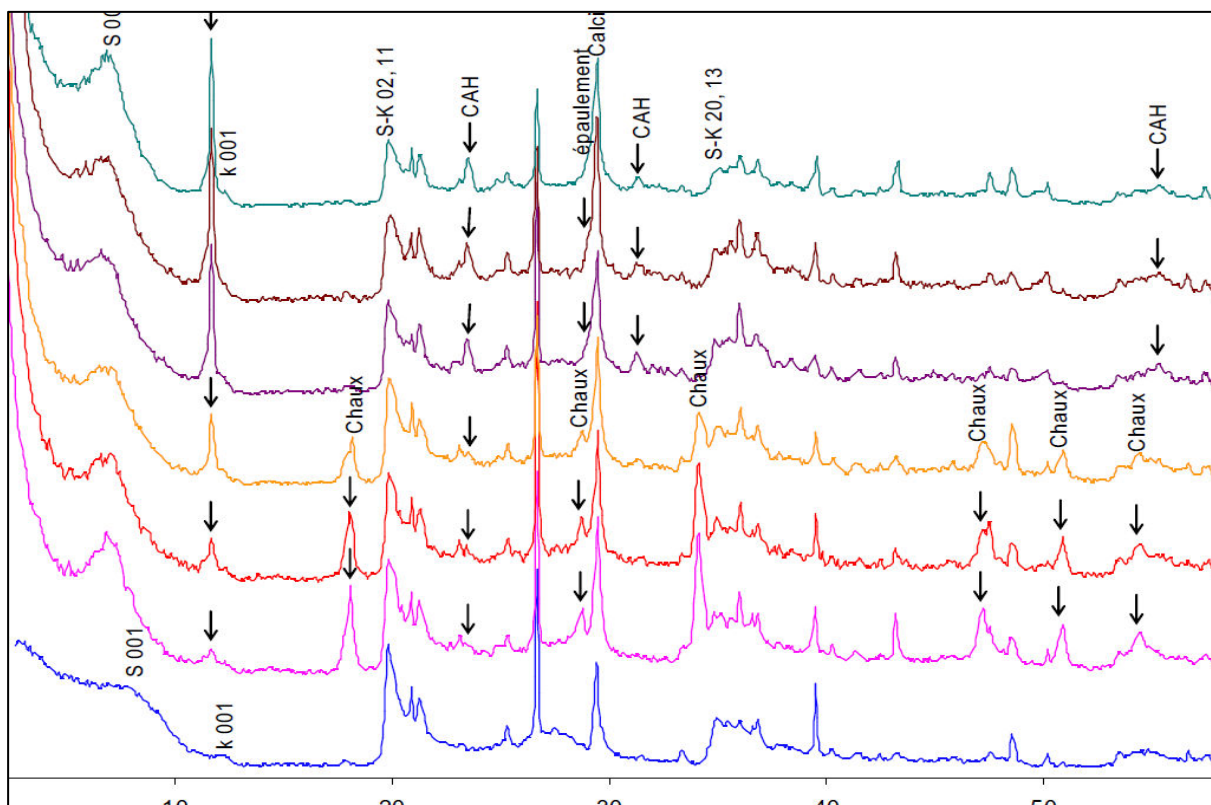


Figure 18. Évolution des diffractogrammes en fonction du temps de cure pour l'Impersol traité avec 20% de chaux.

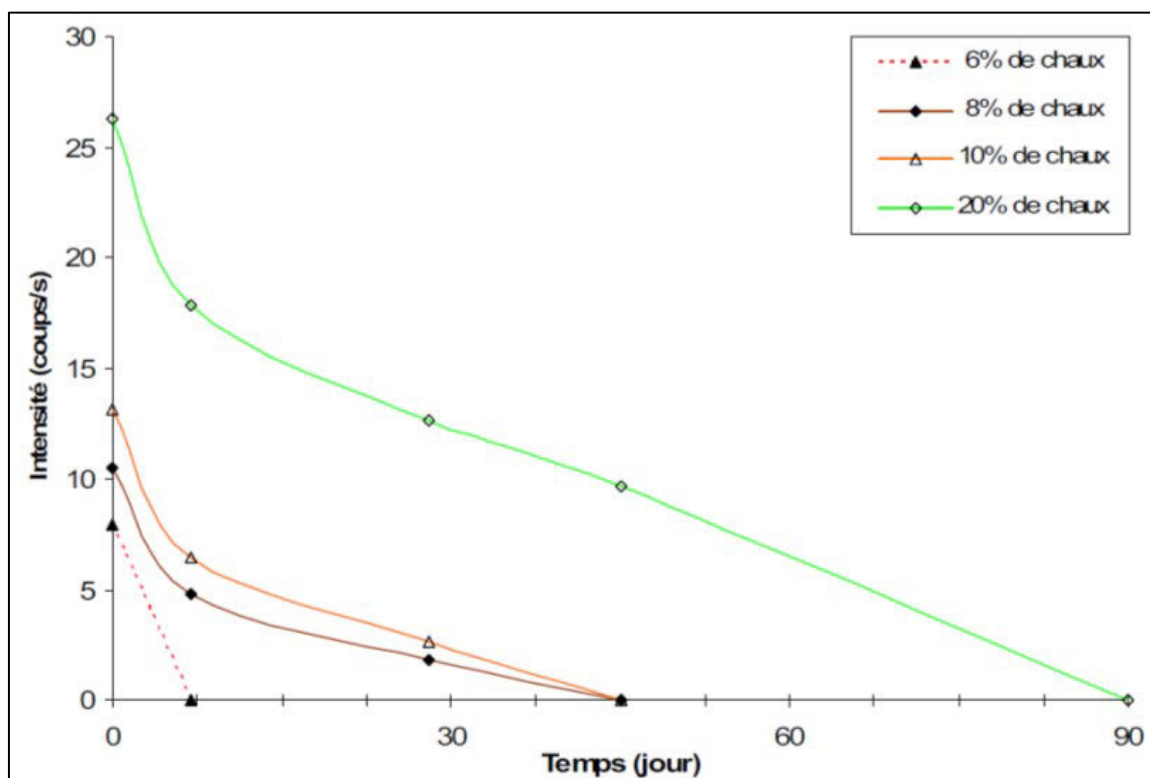


Figure 19. Évolution de l'intensité du pic principal de la chaux en fonction du temps de maturation. [14]

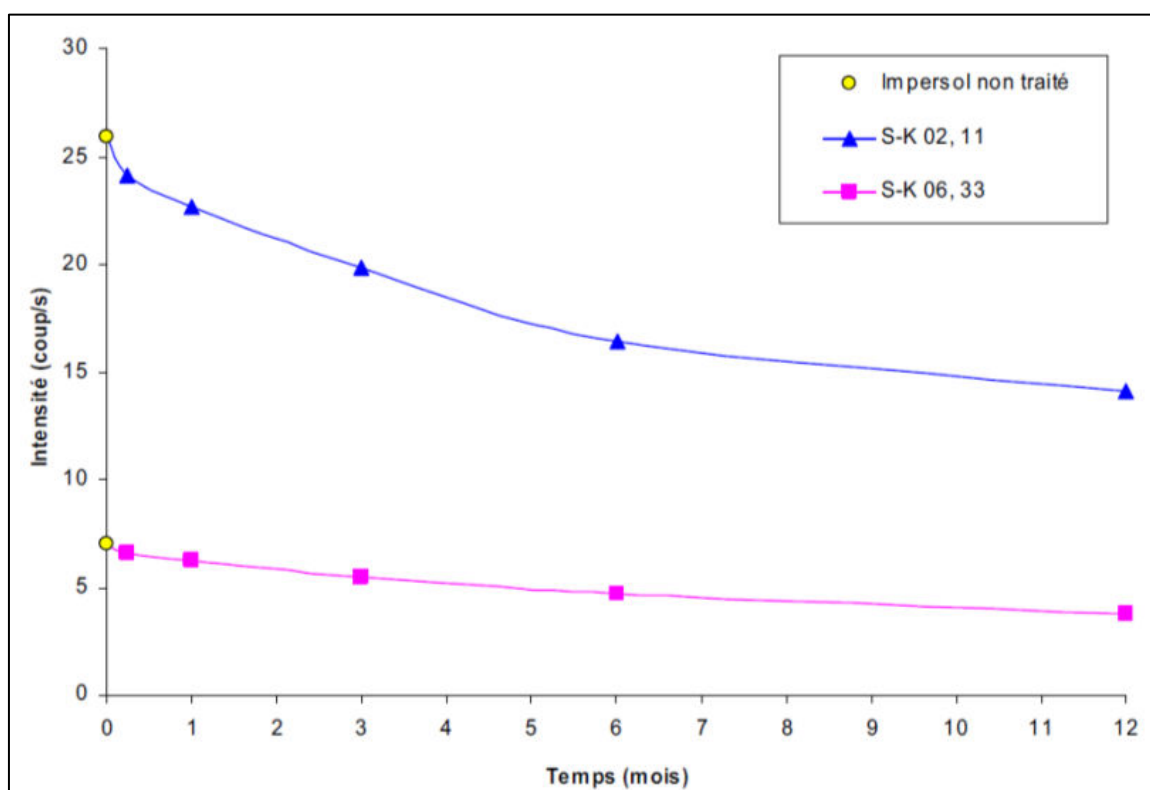


Figure 20. Évolution de l'intensité des réflexions des plans (hk0) pour les argiles traitées. [14]

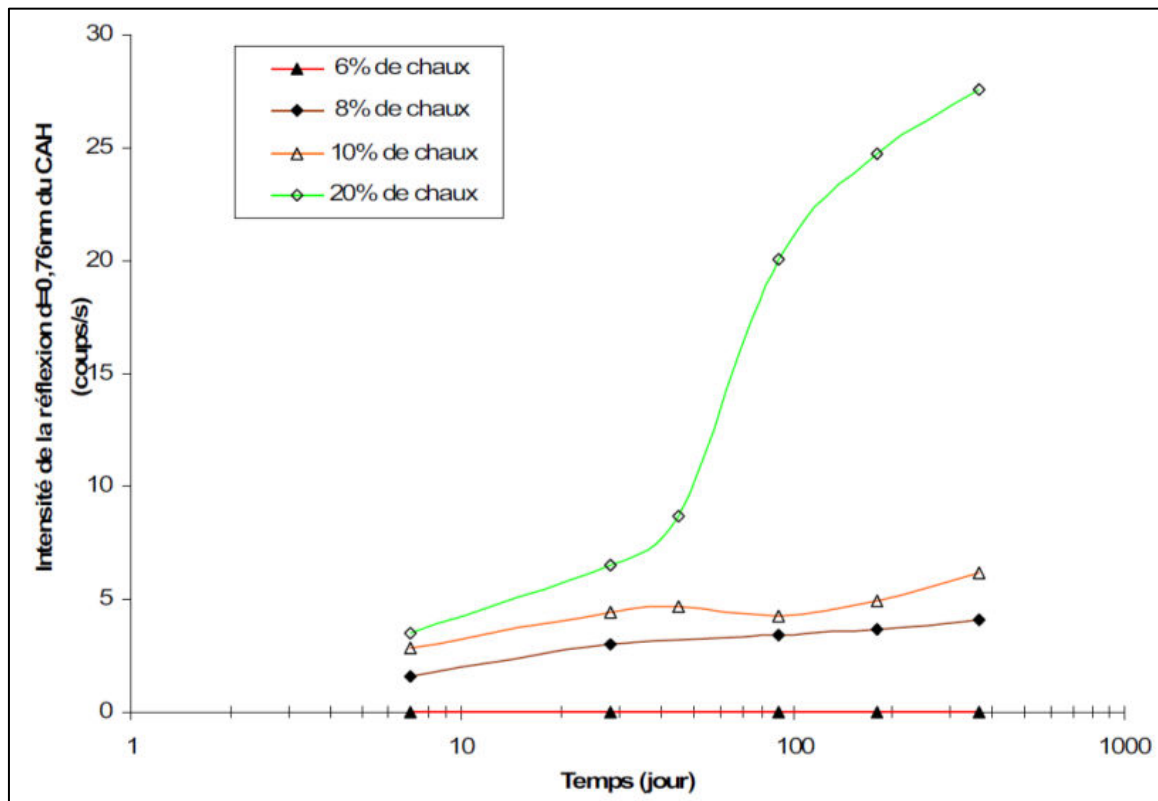


Figure 21. Évolution de l'intensité de la réflexion du CAH ( $d=0.76\text{ nm}$ ) avec le temps de maturation. [14]

Il a répété l'étude pour une température de maturation plus élevée ( $50^{\circ}\text{C}$ ). Il déduit que la maturation à  $50^{\circ}\text{C}$  mène à une accélération importante de la cinétique de la réaction pouzzolanique et conduit à une consommation plus rapide de la chaux par rapport à une maturation à  $20^{\circ}\text{C}$ .

Une température plus élevée rend le milieu plus réactif avec le liant. L'attaque des feuillets est accélérée et la formation des hydrates est plus rapide dans le cas d'une maturation à  $50^{\circ}\text{C}$  que dans le cas d'une maturation à  $20^{\circ}\text{C}$ .



## Chapitre -II- MÉTHODES ET MATÉRIAUX

Le but de cette étude est de tenter de comprendre les interactions physico-chimiques d'un sol naturel traité avec des liants (la chaux et/ou le ciment) afin d'en faire un béton à base de terre crue. Deux approches ont été adoptées pour cela :

- Une analyse à l'aide d'indicateurs macroscopiques comme l'évolution du pH, de la conductivité électrique CE, et de la résistance mécanique.
- Une analyse microstructurale à l'aide d'une part de la diffractométrie aux rayons X et d'autre part de la microscopie électronique à balayage MEB.

L'idée est de tenter de corrélérer ces deux approches.

### A-II-1. Méthodes d'analyse microstructurale

#### A-II-1.1. Analyse Minéralogique par Diffractométrie aux rayons X

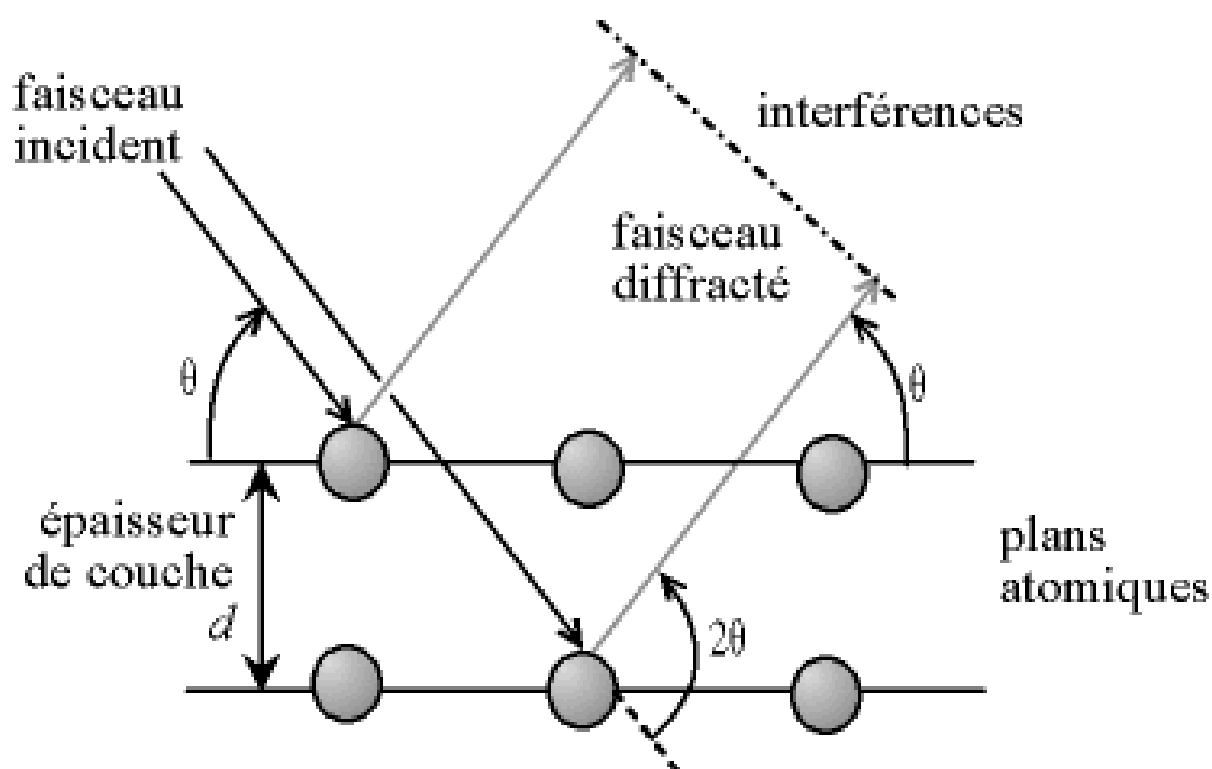
La diffractométrie aux rayons X, appelée aussi la cristallographie, est une technique d'analyse de la microstructure de la matière par diffraction de rayons X. Elle permet d'identifier le réseau cristallin d'une matière et de quantifier sa partie amorphe. En effet, les rayons X incidents, découverts par Röntgen en 1845, se diffractent au contact d'une matière cristalline et diffusent si celle-ci n'est pas bien cristallisée [50].

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques ayant pour longueur d'ondes  $\lambda$  comprise entre 0.01 nm et 10 nm. Ils sont généralement émis lors de la décélération soudaine de particules en mouvement rapide. En diffractométrie, l'émission X est générée dans un tube à rayons X lorsque des électrons émis par un filament de tungstène incandescent (cathode) et accélérés dans le vide du tube sous des voltages généralement compris entre 15 et 60 kV percutent une cible métallique (anode). Lors de leur impact avec la cible les électrons rencontrent un grand nombre d'autres électrons, ce qui cause leur brusque décélération. L'énergie libérée par le retour des atomes à leur état fondamental est dégagée sous forme de rayonnements secondaires caractéristiques des éléments suivant deux modes, radiatifs (rayons X) ou non radiatifs (électrons Auger) [51].



La cristallographie des rayons X a été découverte en 1913 par le père et le fils Bragg [52]. Un cristal est un regroupement d'élément (atomes, molécules, ions...) d'une manière régulière. Chaque plan atomique du cristal est caractérisé par ses trois dimensions (hkl). La distance entre deux plans exacts est noté « d ». Si un faisceau de rayons X incident sous un angle  $\theta$  traverse un plan du cristal, il se diffracte sous le même angle  $\theta$  avec la même longueur d'onde  $\lambda$  (Figure 22) [53]. La loi de Bragg sous sa forme généralisée s'écrit alors, avec n l'ordre de diffraction (nombre entier) :

$$n.\lambda = 2.d_{(hkl)}.sin\theta \quad (9)$$



*Figure 22. Condition de Bragg : établissement de la condition pour une réflexion sélective sur une famille de plans réticulaires (hkl) [51].*

On nomme diffractomètre, l'appareil permettant d'une part de générer un faisceau de rayons X qui va traverser une matière et se diffracter, et d'autre part de mesurer l'intensité de la diffraction de ce faisceau pour un angle d'incidence  $\theta$  donné. Le diffractomètre utilisé dans notre étude est le modèle « PANalytical X'Pert PRO MPD » présenté sur la Figure 23. Sa source est une anode en Cobalt de longueur d'onde 1,79 Å. L'échantillon à analyser est broyé avec un mortier afin d'obtenir une poudre fine.



*Figure 23. Diffractomètre modèle Xpert de panalytical.*

La poudre est ensuite placée dans un porte échantillon circulaire (Figure 24). On place tout d'abord la face supérieure du porte échantillon sur la surface plane du préparateur d'échantillons (photo (a) de la Figure 24). Ensuite on place la poudre dans le trou et on la compacte légèrement (photo (b) et (c)). On nettoie ensuite l'excès de poudre à l'aide d'un pinceau (photo (d)). On fixe ensuite la partie inférieure du porte échantillon sur la partie supérieure et on retire l'échantillon du préparateur (photo (e)). Il faut vérifier que la surface obtenue est bien plane pour obtenir des bonnes mesures (photo (f)). On place ensuite les échantillons à analyser dans le porte échantillon multiple du diffractomètre (photo (g)).

Les diagrammes de diffraction obtenus présentent des intensités en fonction de l'angle d'incidence  $2\theta$ . Dans le cas des minéraux argileux, on s'intéresse surtout aux plans cristallins (001) qui permet d'identifier « d » qui n'est autre que l'espace interfoliaire entre les feuillets d'argile. Cette distance est une caractéristique pour les différentes familles d'argiles et permet d'identifier de quel minéral argileux il s'agit.

### **A-II-1.1. Microscopie électronique à balayage MEB**

La microscopie électronique à balayage permet la visualisation à l'échelle de nanomètre de la morphologie d'une matière. Le principe de cette technique est basé sur l'interaction forte entre les électrons secondaires émis et rétro diffusés qui permettent de reconstituer l'image de l'objet. Dans notre étude, le MEB utilisé est le modèle « Hitachi S3000-N FE-SEM ».

Les échantillons d'argiles sont réduits en poudre et posés sur un porte échantillon à l'aide d'une gomme conductrice. L'ensemble est ensuite métallisé par une couche (Pd/Au) pour le rendre conducteur et limiter le phénomène du chargement des particules d'argiles avant observation sous haute tension.

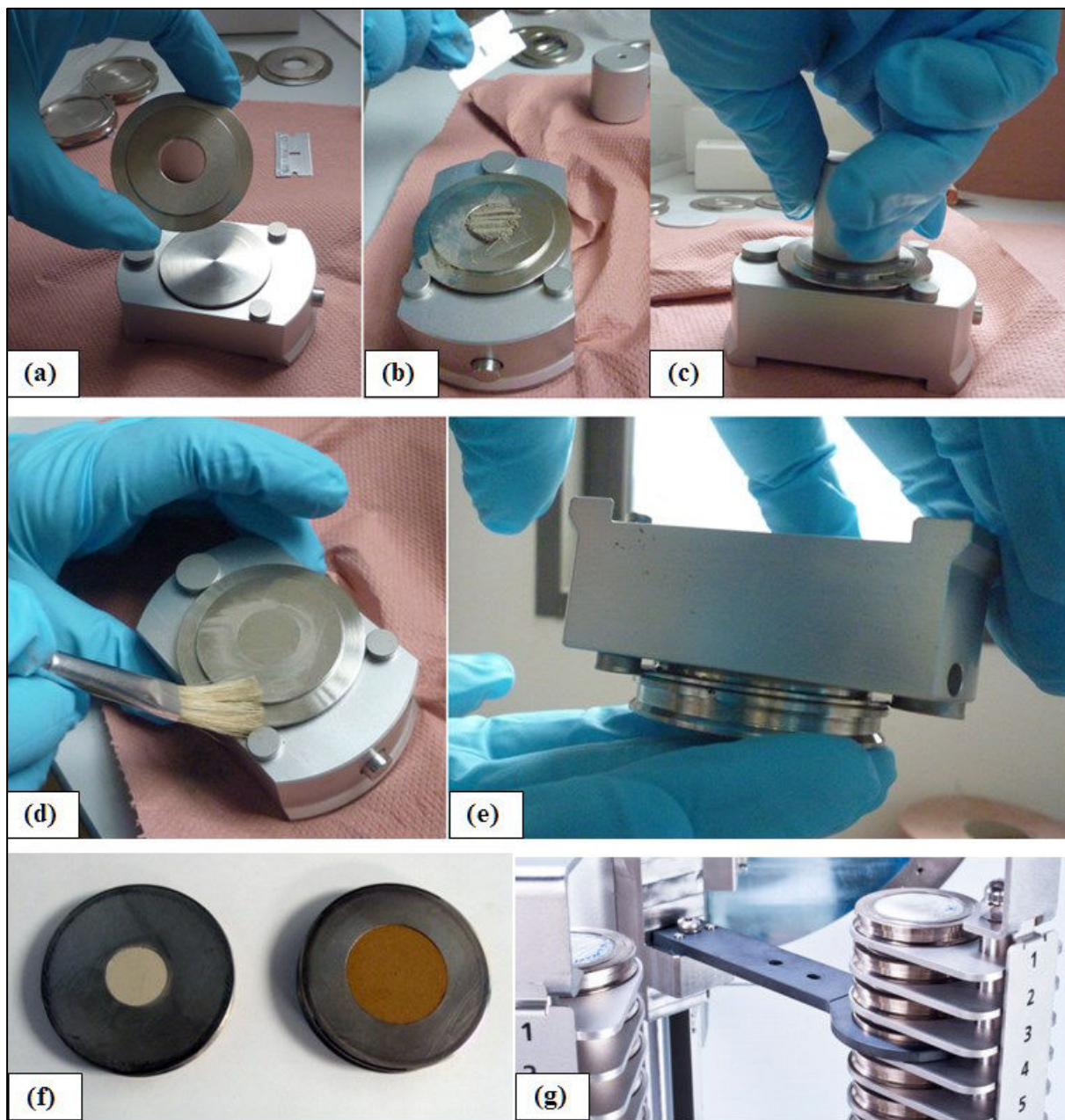


Figure 24. Préparation des échantillons pour la diffractométrie aux rayons-X.

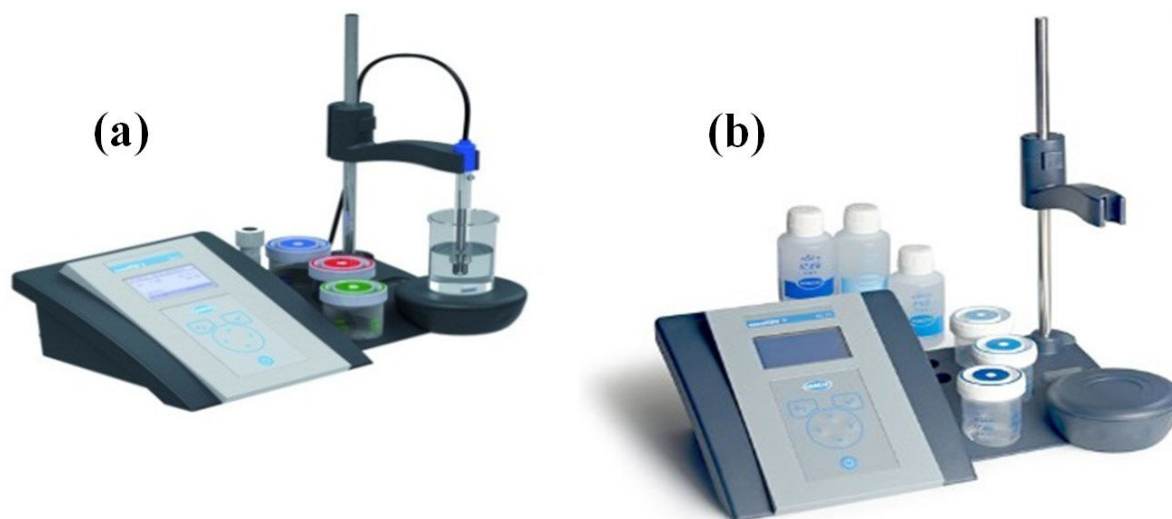


*Figure 25. Microscope électronique à balayage MEB*

## **A-II-2. Méthodes d'analyse macroscopique**

Le suivi macroscopique des réactions physico-chimiques s'effectue entre autres à l'aide de deux paramètres physiques : la mesure du pH et de la conductivité électrique CE. Les appareils utilisés sont : « sensION+ pH 3 » et « sensION+ EC 7 » de la marque HACH (Figure 26).

Un pH-mètre est composé d'un boîtier et d'une sonde constituée d'une électrode et d'une électrode de référence à pH connu. Lorsque la sonde est plongée dans une solution, une différence de potentiel s'établit et permet de calculer le pH de la solution. Le pH mesuré correspond à la concentration en ions  $H_3O^+$  dans la solution. Si le pH est supérieur à 7 la solution est basique, si le pH est égal à 7 la solution est neutre et si le pH est inférieur à 7 la solution est acide. Le pH-mètre est étalonné régulièrement avant chaque campagne de mesures.



*Figure 26. Appareils de mesure pour le suivi macroscopique : (a) sensION pH3 pour la mesure du pH, (b) sensION EC 7 pour la mesure de la conductivité électrique.*

La conductivité électrique traduit la capacité d'une solution aqueuse à conduire le courant électrique. Cette notion est inversement proportionnelle à celle de la résistivité électrique. L'unité de mesure utilisée est le Siemens par mètre (S/m). La conductivité d'une solution dépend de la nature des ions présents et de leurs concentrations. Plus la concentration en ions dans la solution sera importante, plus la conductivité sera élevée.

La mesure de la conductivité se fait en courant alternatif. L'appareil mesure la tension aux bornes d'une cellule plongeant dans la solution à étudier et l'intensité du courant qui y circule. Il en déduit la résistance  $R$ . La cellule est formée de deux plaques conductrices parallèles de section  $S$ , séparées par une distance  $d$ . Le rapport  $K=S/d$ , est appelé constante de cellule. La conductivité est alors égale à  $\sigma = K/R$ , avec  $\sigma$  la conductivité en S/m,  $K$  en m, et la résistance  $R$  en  $\Omega$ .

Pour étalonner le conductimètre on peut utiliser des solutions étalons ou des solutions dont la conductivité est connue. En général on utilise une solution de KCl à différentes concentrations.

### **A-II-3. Identification des matériaux utilisés**

Les matériaux utilisés sont d'une part un limon naturel le limon GO et d'autre part des liants hydrauliques le ciment et la chaux. Nous avons aussi étudié deux familles d'argiles : une kaolinite et une montmorillonite pour les comparer aux résultats obtenus pour le limon GO.

### A-II-3.1. Limon GO

La granulométrie du limon GO a été déterminée par tamisage à voie sèche (NF P 94-056) et sédimentométrie (NF P 94-057). (Figure 27) [18].

À partir de la courbe obtenue, nous pouvons identifier la granularité du limon GO, son diamètre ( $D_{10}$ ), la dimension des granulats à 60% de passant inférieurs à  $10\ \mu\text{m}$  ( $D_{60}$ ), le facteur d'uniformité de Hazen ( $C_u = D_{60}/D_{10}$ ) et le facteur de courbure ( $C_c = D_{30}^2 / (D_{60} * D_{10})$ ) du limon GO.

La limite de liquidité  $W_L$  du limon GO a été déterminée à l'aide de la boîte de Casagrande (NF P 94-051) et l'essai au pénétromètre de plasticité (NF P 94-052-1). L'indice de plasticité  $I_p$  a été estimé par la corrélation de Biarez et Favre (1975) [54]. La valeur au bleu du Limon a été mesurée selon la norme NF P 94-068. Le Tableau 2 résume les caractéristiques physiques du limon GO. Se basant sur les courbes granulométriques et les limites d'Atterberg, ce limon est classé sable-limoneux SL (SM) selon la classification LCPC-USCS.

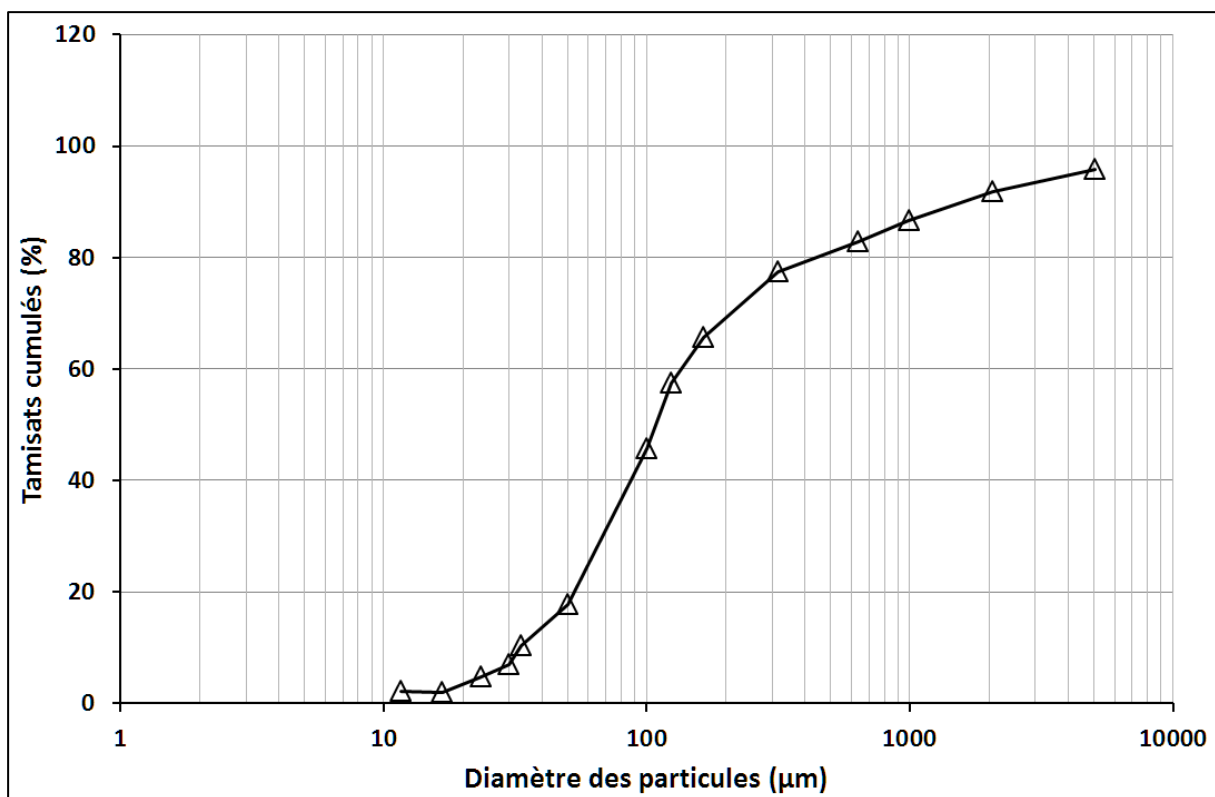


Figure 27. Courbe granulométrique du Limon [18]

Tableau 2. Caractéristiques du Limon GO (Hibouche, 2013) [18]

VBS	<b>0,5</b>
WL	<b>20%</b>
IP	<b>6</b>
<b>Granulométrie</b>	
Teneur en fines (<80 $\mu\text{m}$ )	<b>35%</b>
Limon (2 $\mu\text{m}$ à 60 $\mu\text{m}$ )	<b>25%</b>
Sables (0.06 mm à 2 mm)	<b>67%</b>
Gravier (>2mm)	<b>8%</b>
D <sub>10</sub>	<b>32 <math>\mu\text{m}</math></b>
D <sub>60</sub>	<b>140 <math>\mu\text{m}</math></b>
D <sub>30</sub>	<b>65 <math>\mu\text{m}</math></b>
C <sub>u</sub>	<b>4,37</b>
C <sub>c</sub>	<b>0,94</b>

Les caractéristiques du limon présentées ci-dessus (Tableau 2) mettent en avant le caractère sablo-limoneux avec 67% de sable (0.06 mm à 2 mm) et 25% de fraction limoneuse (2  $\mu\text{m}$  à 60  $\mu\text{m}$ ).

Le diffractogramme des rayons X de la poudre du limon GO est présenté sur la Figure 28. Sur cette même figure nous avons superposé le diffractogramme d'une poudre de quartz afin d'analyser et de quantifier la fraction sableuse présente dans le limon GO. Le quartz est caractérisé par deux raies de diffraction principales à une distance interplanaire de 3.34 Å et 4.26 Å correspondant, pour une longueur d'onde  $\lambda$  de 1.79 Å, à un angle de diffraction  $2\theta$  égal à  $31.0863^\circ$  et  $24.2557^\circ$  respectivement. La raie à 3,34 Å est assignée aux signaux des plans réticulaires (1,0,1) et (1,0,-1). La raie à 4,26 Å correspond au signal du plan (1,0,0).

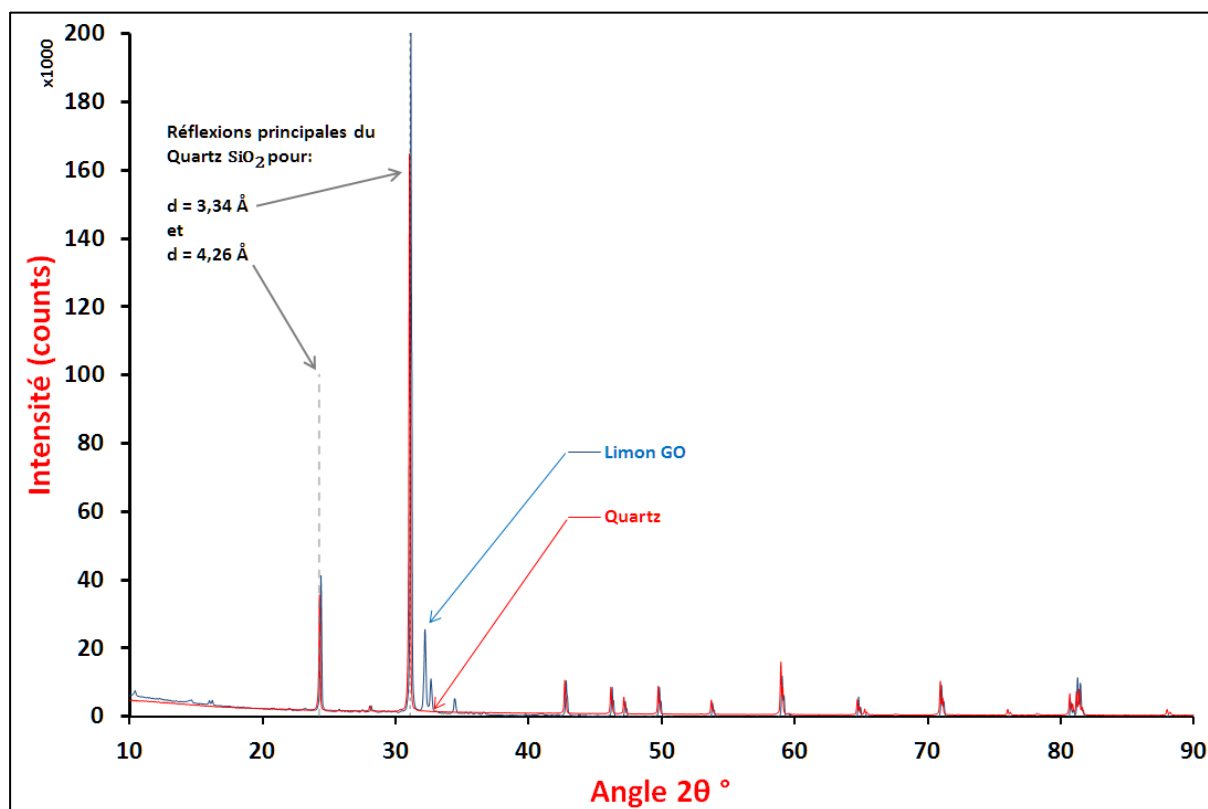


Figure 28. Diffractogramme du Limon GO et du Quartz

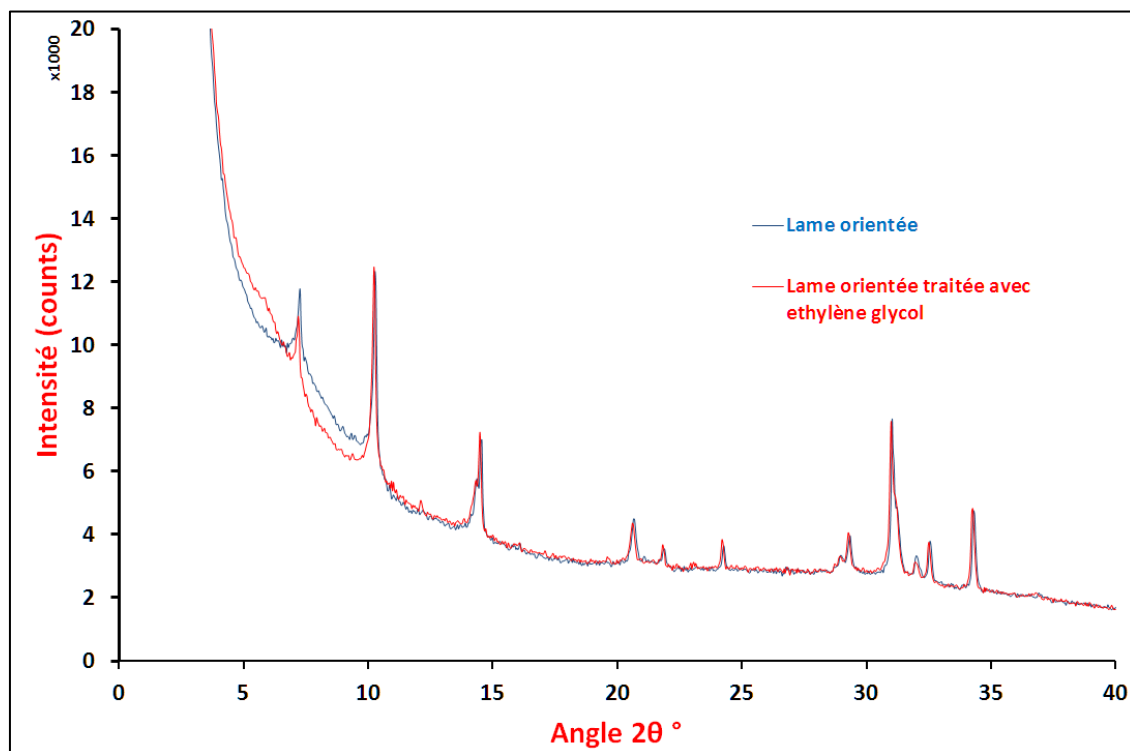
Nous remarquons une présence dominante du quartz dans le diffractogramme du limon GO. Si nous considérons la raie du limon GO à  $2\theta \approx 32.22^\circ$  comme étant la réflexion principale de tous les minéraux non quartz contenu dans le limon, et que nous effectuons le rapport de l'intensité de cette réflexion par rapport à l'intensité de chacune des deux réflexions principales du quartz, nous pouvons estimer un pourcentage du quartz contenu dans le limon GO.

Nous avons trouvé 61% à partir de la raie pour  $d$  égal à 4.26 Å. Cependant le pourcentage obtenu par l'analyse granulométrique 67% est proche de cette valeur. Il faut noter aussi que les particules de quartz peuvent être aussi très fines et être comptabilisé dans le pourcentage des particules très fines de la même taille que les minéraux argileux.

Intéressons-nous à présent à identifier les minéraux argileux du limon GO. Pour cela nous avons tamisé le limon et analysé les fractions inférieures à  $80\mu\text{m}$ . Nous avons ensuite effectué une mesure de diffractométrie sur cette fraction en utilisant la technique de lame orientée. Cette technique permet d'identifier les plans (001) des argiles et d'effectuer un traitement pour vérifier qu'elle ne contienne pas d'argile gonflante (Annexe 2). Pour cela, une fois la mesure effectuée, nous avons vaporisée la lame déjà mesurée avec de l'éthylène glycol, laissée reposer, puis remesurer son spectre. Si les pics se trouvant à de faibles



angles se déplacent à gauche, cela signifie que l'espace interfoliaire de l'argile a gonflé. La Figure 29 présente les deux spectres mesurés sur la lame. Nous sommes en présence d'une argile non gonflante.



*Figure 29. Diffractogramme de la lame orientée du limon GO.*

Nous avons ensuite effectué une mesure sur la même poudre (Figure 30). Nous identifions les deux réflexions majeures du quartz à  $2\theta$  égale à  $24.5^\circ$  et  $31.09^\circ$  et 14 autres réflexions résumées dans Tableau 3. A partir des réflexions identifiées, le limon GO contient essentiellement de la vermiculite et de la muscovite ainsi que de la chlorite et de l'illite.

Tableau 3. Réflexions du diffractogramme du limon GO

Ordre des Pics	Poistion $2\theta^\circ$	d-spacing (Å)
1	7,20	14,26
2	10,32	9,95
3	14,48	7,10
4	20,64	5,00
5	21,90	4,71
6	23,01	4,49
7	25,63	4,03
8	26,70	3,88
9	27,40	3,78
10	29,01	3,57
11	29,35	3,53
12	32,00	3,25
13	32,55	3,19
14	34,34	3,03

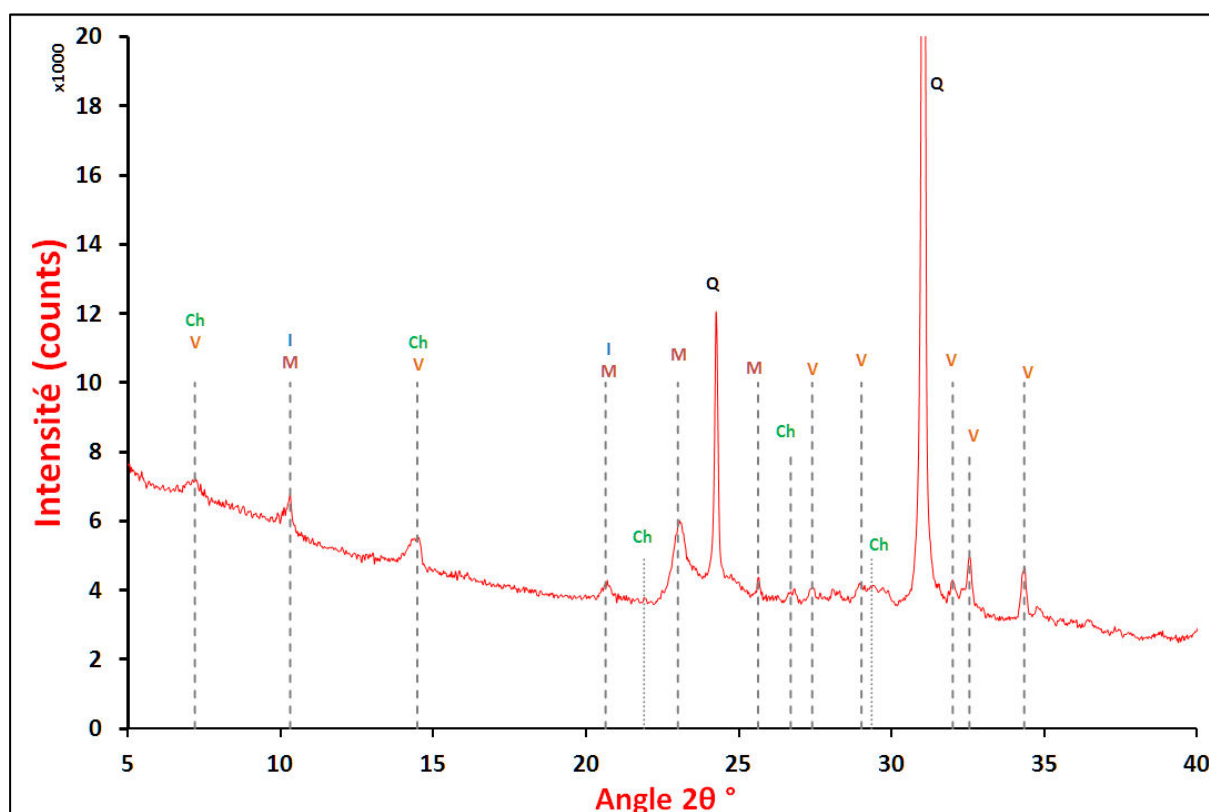
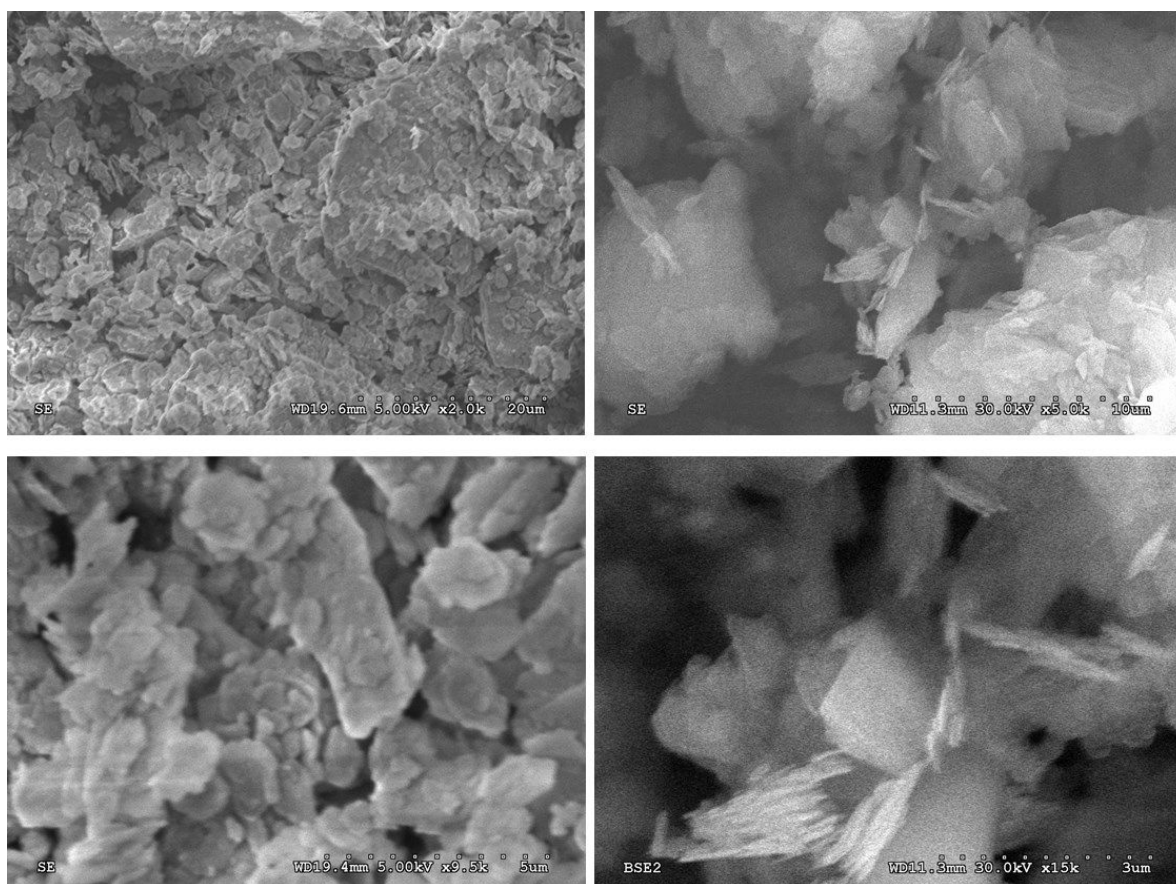


Figure 30. Diffractogramme de la poudre du limon GO. Ch : chlorite, V : vermiculite, I : illite, M : muscovite, Q : quartz.

La Figure 31 présente les observations effectuées sur une poudre de limon GO à l'aide du microscope électronique à balayage MEB.

Le pH et la conductivité électrique CE du limon sont mesurés en mélangeant 20 g de sol avec 80 g d'eau. Le pH de l'eau utilisée est égal à  $7.41 \pm 0.85$  et sa conductivité électrique est égale à  $34.21 \pm 2 \mu\text{S}/\text{cm}$ .

Nous avons mesuré le pH et la CE du limon plongé dans l'eau pendant 45 jours. Nous obtenons une valeur moyenne du pH du limon égale à  $8 \pm 0.2$  et une valeur moyenne de sa conductivité électrique égale à  $47.6 \pm 2 \mu\text{S}/\text{cm}$ .



*Figure 31. Observations au MEB du Limon GO*

## A-II-3.2. Kaolinite et Montmorillonite

## A-II-3.2.1. Kaolinite jaune P300

La kaolinite analysée est une kaolinite jaune nommée P300. Sa limite de liquidité  $W_L$  est égale à 40%, son indice de plasticité IP est égal à 19%, la masse volumique des grains solides est 2.65 g/cm<sup>3</sup> [55] [56].

Son diffractogramme aux rayons X est présenté sur la Figure 33. Nous identifions différents minéraux en particulier la kaolinite K présentée par son pic principal pour  $2\theta$  égal à 14.35° correspondant à sa distance interfoliaire de 7 Å, le quartz Q et des traces d'illite I.

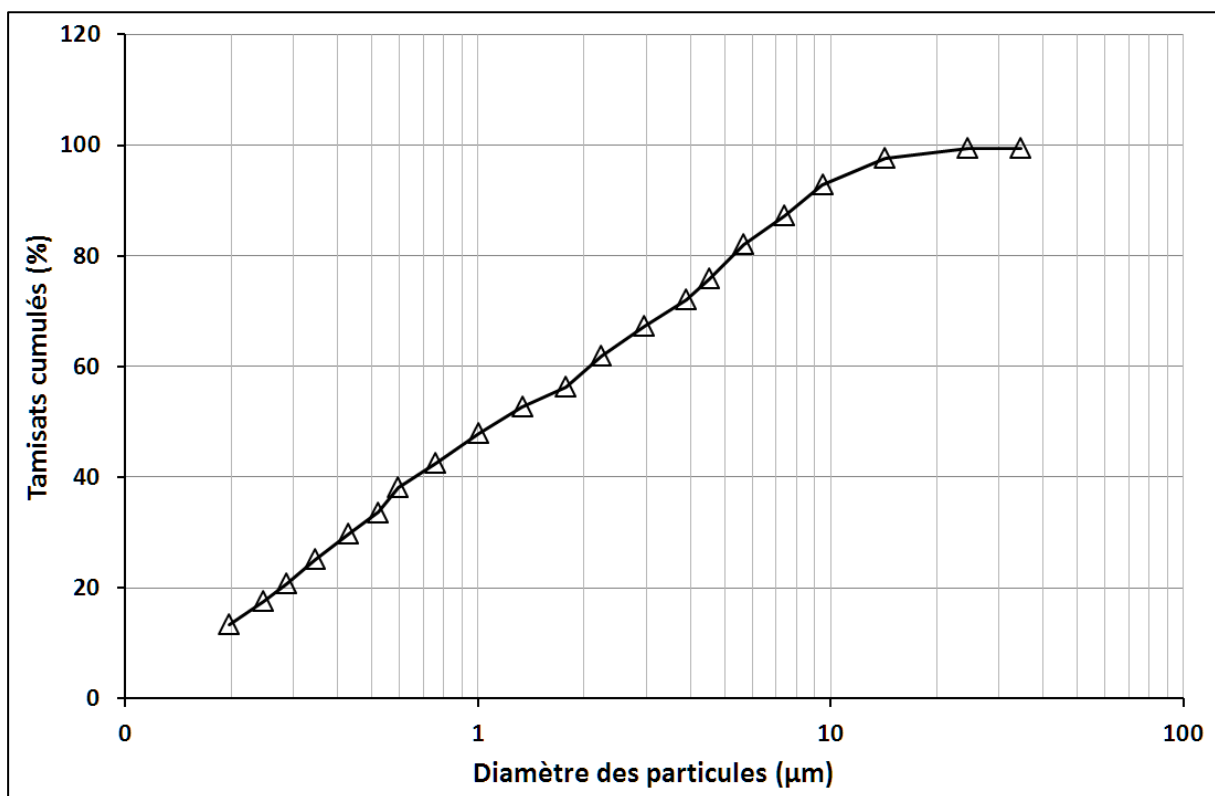


Figure 32. Courbe granulométrique de la kaolinite P300 [55]

Les observations sur le MEB (Figure 34) confirment les identifications trouvées par la diffractométrie aux rayons X [55] [56].

Nous avons mesuré aussi le pH et la CE de la kaolinite en suivant le même protocole décrit dans le cas du limon GO. Nous obtenons une valeur moyenne du pH de la kaolinite

égale à  $7.92 \pm 0.2$  et une valeur moyenne de sa conductivité électrique égale à  $46.61 \pm 2$   $\mu\text{S/cm}$ .

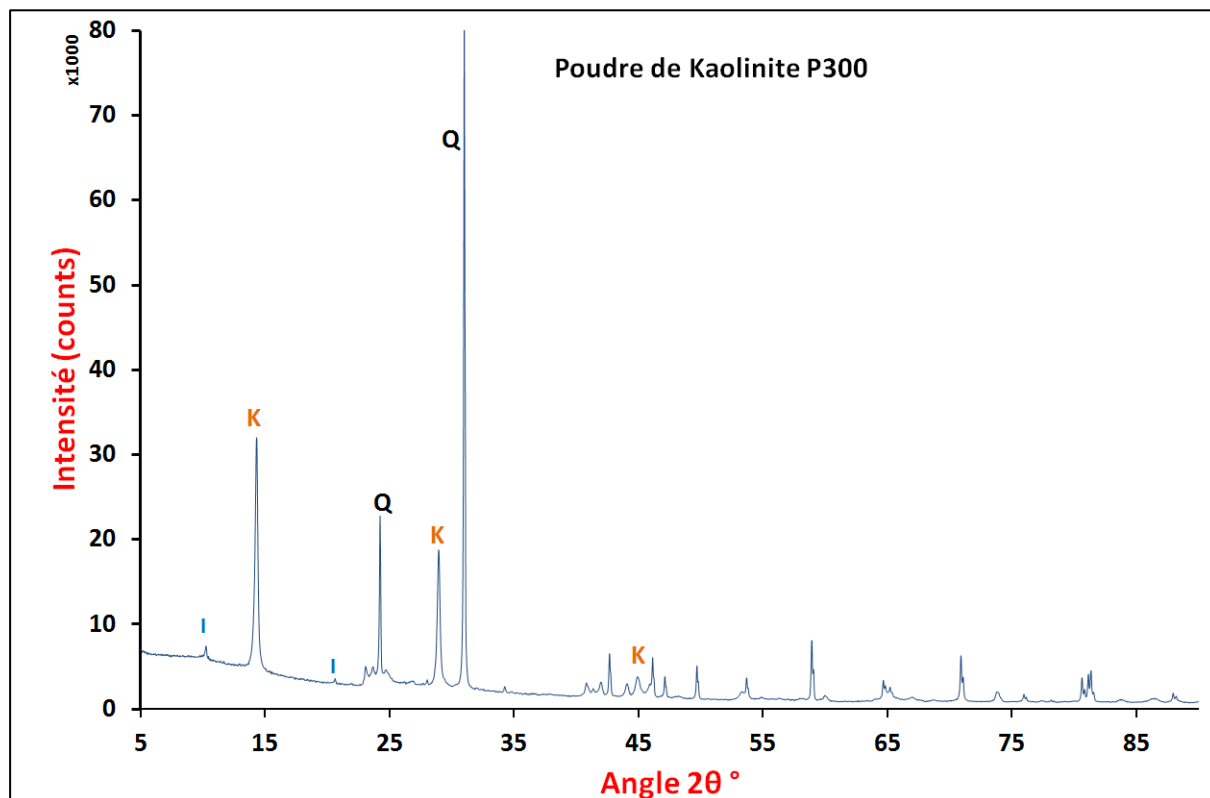


Figure 33. Diffractogrammes de la poudre de Kaolinite P300. K: kaolinite, Q: quartz, I: illite.

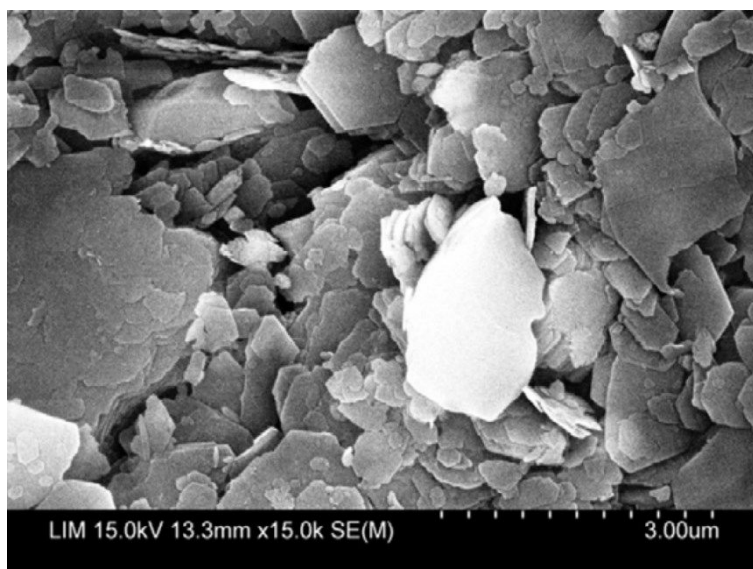


Figure 34. Observation au MEB de la kaolinite P300. [56] [55]

### A-II-3.2.2. Montmorillonite

La limite de liquidité de la montmorillonite est  $W_L = 116\%$ . Nous avons vérifié le comportement gonflant de la montmorillonite. La Figure 35 présente son diffractogramme. Sur le graphe (a) nous avons identifié la présence d'un pic à 15 Å. Suite à un traitement à l'éthylène glycol, ce pic a bougé jusqu'à 17 Å vérifiant le comportement gonflant de cette argile.

Nous avons mesuré aussi le pH et la CE de la montmorillonite en suivant le même protocole décrit dans le cas du limon GO. Nous obtenons une valeur moyenne du pH de la montmorillonite égale à  $7.51 \pm 0.13$  et une valeur moyenne de sa conductivité électrique égale à  $172 \pm 2\mu\text{S/cm}$ .

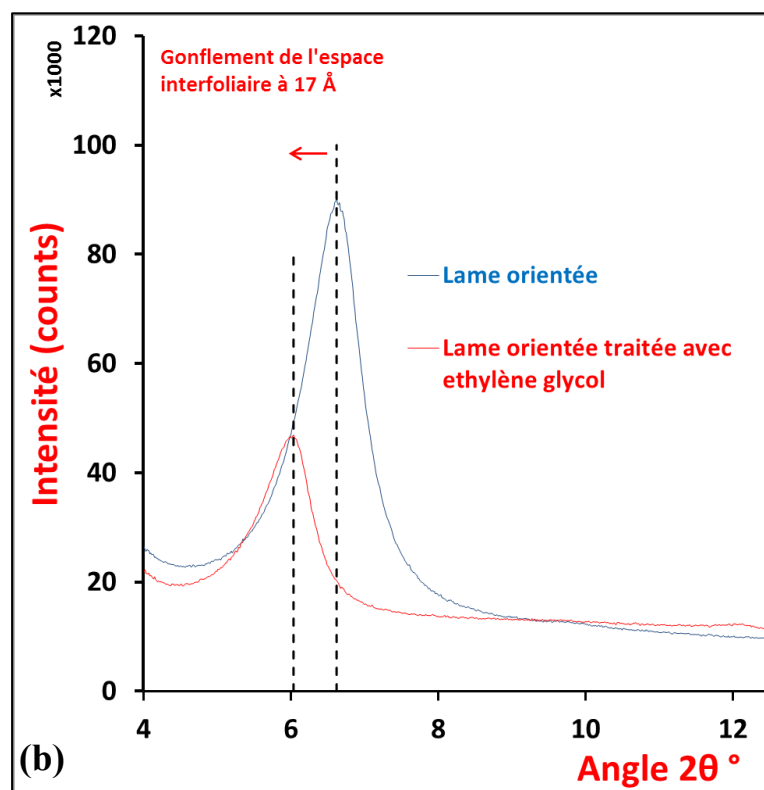
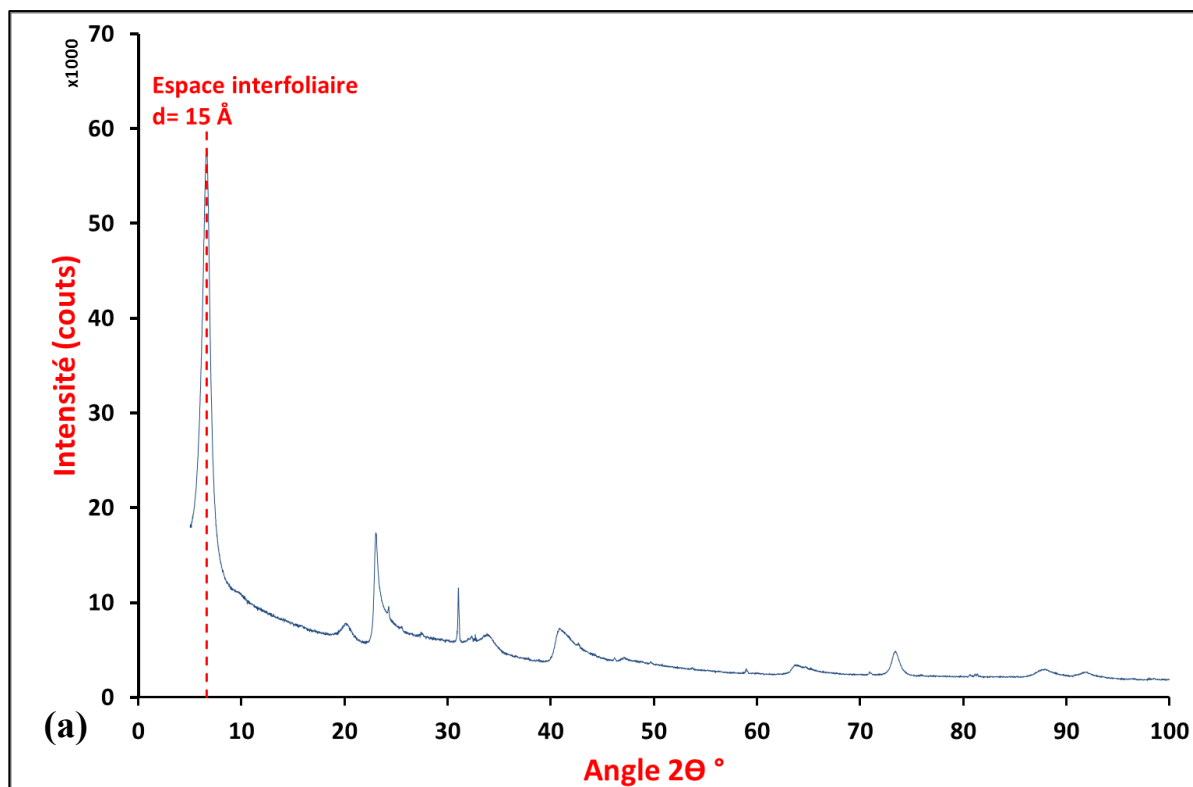


Figure 35. Diffractogramme de la montmorillonite et vérification du gonflement de l'espace interfoliaire.

### A-II-3.3. Les liants

Les liants utilisés sont la chaux et le ciment.

La chaux est une chaux vive calcique CL 90-Q fabriquée par la société Lhoist, elle répond aux exigences de la norme EN 459-1. L'analyse des rayons X effectuée sur la chaux (Figure 36) montre des réflexions d'oxyde de calcium CaO et de portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et des traces de periclase MgO et de calcite  $\text{CaCO}_3$ .

Nous avons aussi mesuré le pH et la CE instantanés de 20 g de chaux mélangés avec 80 g d'eau. Nous avons obtenu un pH de 11.6 et une CE de 700  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

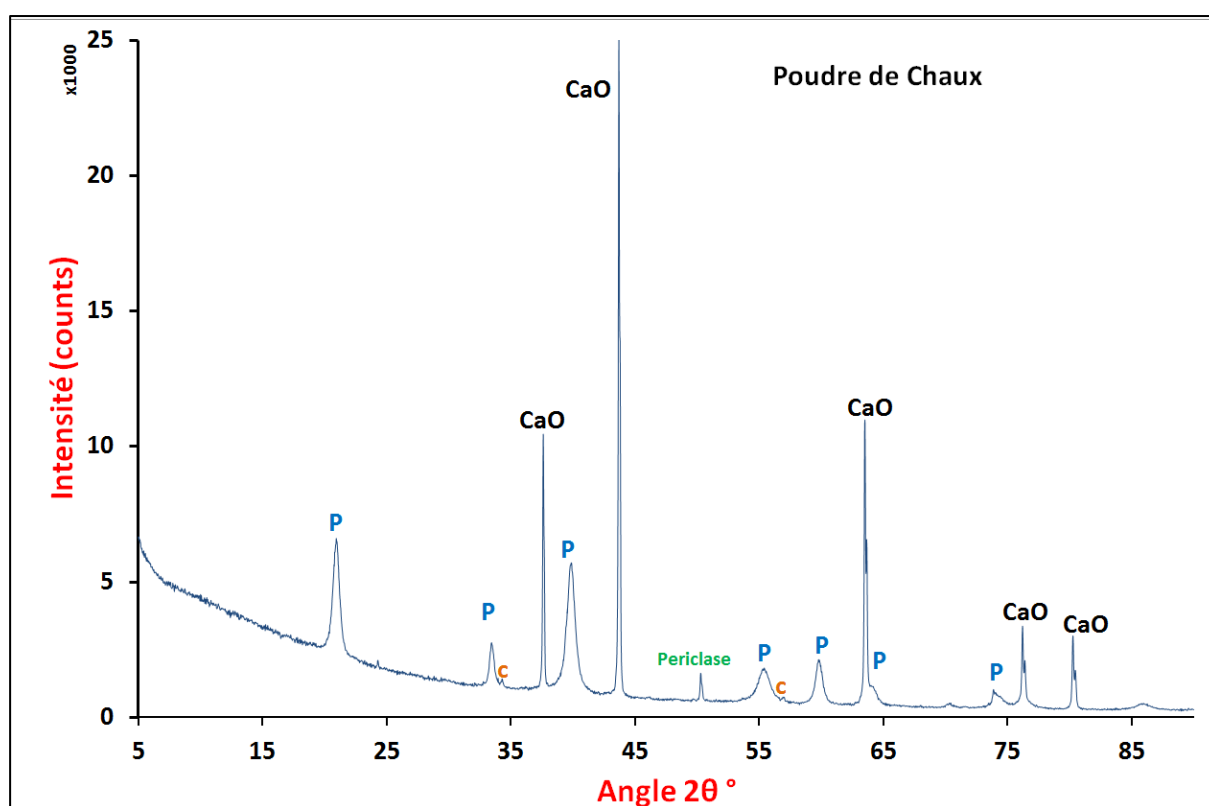


Figure 36. Diffractogramme de la chaux. CaO: oxyde de calcium, P: portlandite, c: calcite

Le ciment est le CEM I 52.5 N, conforme avec les recommandations de standard NF EN197-1, NF P15-318 et NF EN196-10. Sa composition minéralogique est décrite dans le Tableau 4. Les propriétés mécaniques du ciment en compression simple à court terme et après 28 jours sont décrites dans le Tableau 5.

L'analyse des rayons X effectuée sur le ciment (Figure 37) montre des réflexions d'hartrurite  $\text{C}_3\text{S}$  ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ), du gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) et de faibles traces de quartz.



Nous avons aussi mesuré le pH et la CE instantanés de 20 g de ciment mélangés avec 80 g d'eau. Nous avons obtenu un pH de 12.6 et une CE de 465  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

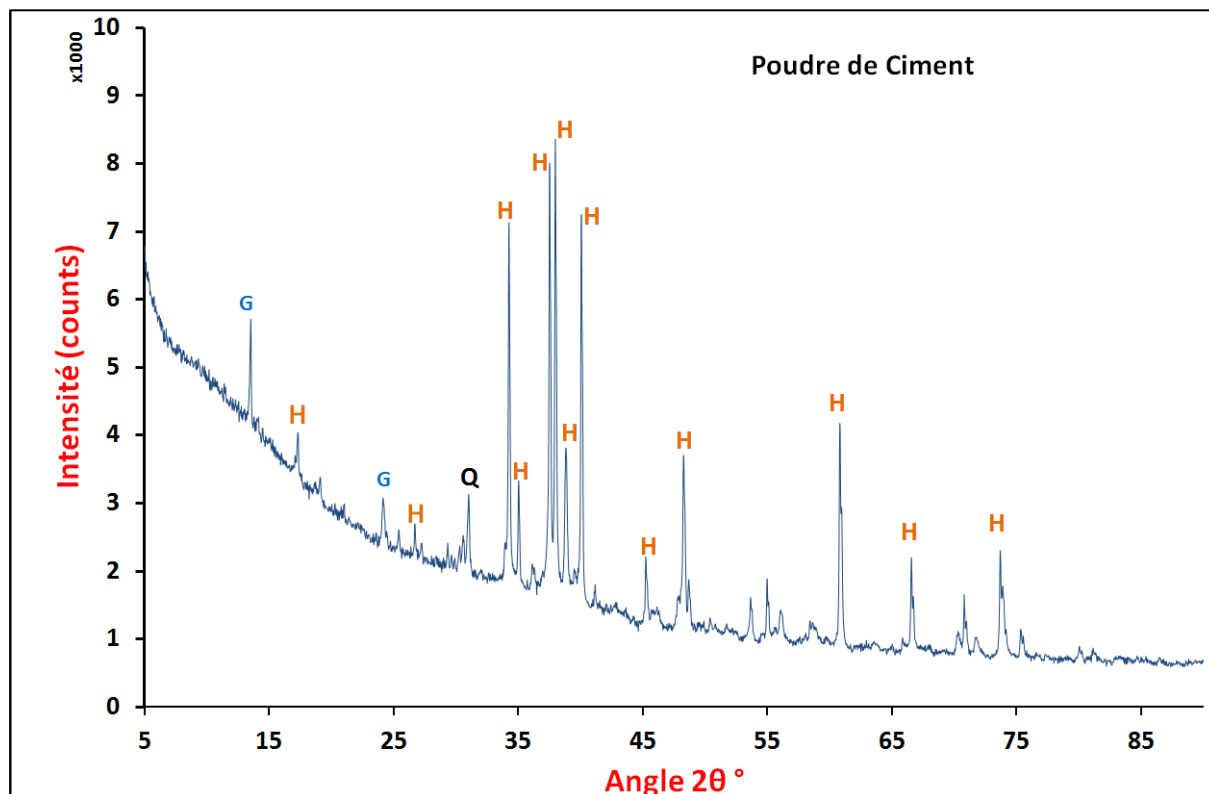


Figure 37. Diffractogramme du ciment. H: hartrurite, G: gypse, Q: quartz.

Tableau 4. Composants minéralogiques de ciment CEM I 52.5 N [57]

Composants principaux	Pourcentage (%)
$C_3S$	65
$C_2S$	12
$C_4AF$	6
$C_3A$	12

Tableau 5. Propriétés mécaniques du ciment CEM I 52.5 N [57]

Classe de résistance	Résistance à la compression (MPa)			Temps de début de prise (min.)
	Résistance à court terme		Résistance courante	
	1 Jour	2 Jours	28 Jours	
52.5 N	20.5	33.2	67	137

## A-II-4. Protocoles expérimentaux

### A-II-4.1. Suivi du pH et de la conductivité électrique CE

Afin d'étudier les interactions du sol avec les liants, nous avons confectionné différents mélanges sols-liants qu'on a analysés au cours de leur maturation.

Dans le cas du limon GO, sa teneur en eau naturelle est de l'ordre de 12%. Les différents mélanges réalisés à partir de cet état sont les suivants :

1. Li-3Ch : Limon GO traité avec 3% de chaux.
2. Li-8Ci : Limon GO traité avec 8% de ciment.
3. Li-20Ci : Limon GO traité avec 20% de ciment.
4. Li-3Ch-8Ci : Limon GO traité avec 3% de chaux et 8% de ciment.
5. Li-P-3Ch-8Ci : Limon GO traité avec 3% de chaux et 8% de ciment auquel on a ajouté de l'eau afin d'obtenir une pâte de teneur en eau  $w = 22\%$  correspondant approximativement à sa limite de liquidité.

Les mélanges sont ensuite stockés dans des boîtes hermétiques afin d'éviter l'évaporation. Les mesures de pH et de CE sont effectuées à différents intervalles de temps à partir de la préparation comme suit : 1h, 1 jour, 3 jours, 7 jours, 14 jours, 28 jours, 45 jours et 90 jours ou plus.

À chaque échéance, nous prélevons 20 g de sol qu'on mélange avec 80 g d'eau. La solution obtenue est ensuite placée sur un agitateur magnétique. Trois mesures de pH sont alors effectuées. De même, nous y effectuons trois mesures de conductivité électrique. Des mesures de diffractométrie et des observations au MEB ont été aussi réalisées à certaines échéances.

La boîte contenant la solution est ensuite fermée hermétiquement et stockée pour être analysée au temps de cure suivant. Nous avons donc un suivi des différents mélanges par prélèvement à chaque échéance, et un suivi des solutions dérivées des mélanges. Le diagramme ci-dessous (Figure 38) résume ce protocole pour un mélange donné.

Le même protocole a été effectué sur la kaolinite et la montmorillonite initialement séchées. Les différents mélanges ainsi que leurs références sont résumés dans le Tableau 6.

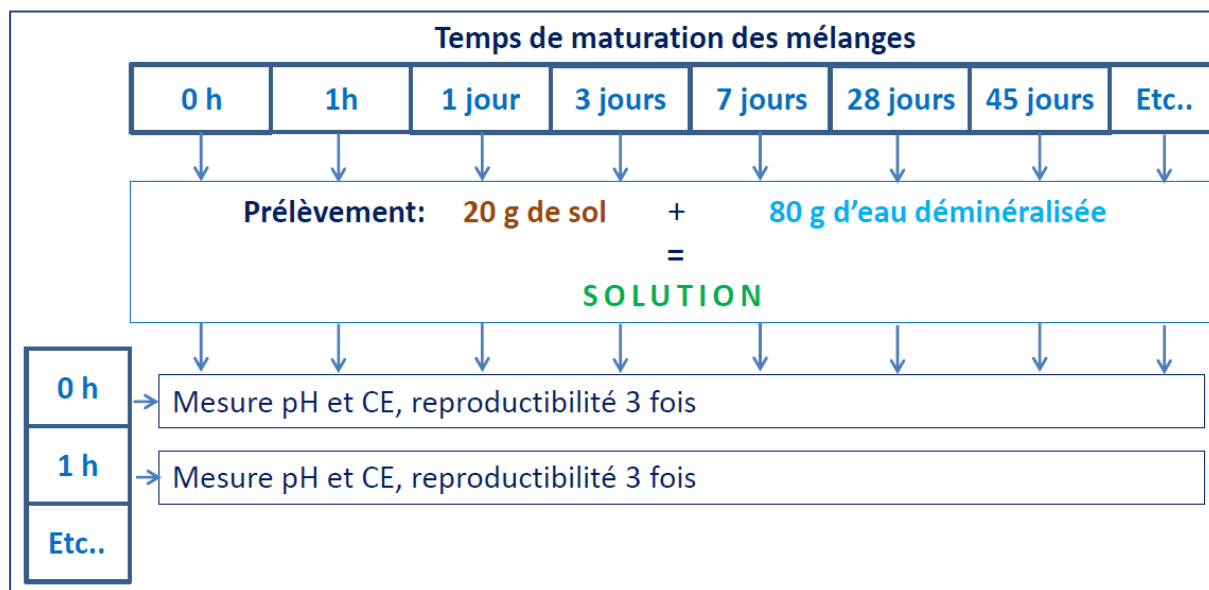


Figure 38. Protocole de suivi du pH et de la CE : mélanges et solutions

Tableau 6. Références des mélanges sols-liants

Sols	Liants		Teneur en eau	Référence
	Chaux	Ciment		
Limon GO	3%	--	Naturelle du limon w=12%	Li-3Ch
	3%	8%	Naturelle du limon w=12%	Li-3Ch-8Ci
	3%	8%	Pâte w=22%	Li-P-3Ch-8Ci
	--	8%	Naturelle du limon w=12%	Li-8Ci
	--	20%	Naturelle du limon w=12%	Li-20Ci
Kaolinite	3%	--	Poudre w≈0%	K-3Ch
	3%	8%	Poudre w≈0%	K-3Ch-8Ci
	3%	8%	Pâte w=40%	K-P-3Ch-8Ci
	--	8%	Poudre w≈0%	K-8Ci
Montmorillonite	3%	--	Poudre w≈0%	M-3Ch
	3%	8%	Poudre w≈0%	M-3Ch-8Ci
	3%	8%	Pâte w=80%	M-P-3Ch-8Ci
	--	8%	Poudre w≈0%	M-8Ci

### A-II-4.2. Résistance mécanique, diffractométrie et Microscopie

Afin de corrélérer les caractéristiques mécaniques aux interactions physico-chimiques au sein du mélange sol-liants, nous avons fabriqué des éprouvettes cylindriques de dimensions 5\*10 cm pour différents mélanges de limon traité avec les liants.

Nous avons tenté aussi d'analyser le rôle de l'ordre d'ajout des liants. Nous avons donc réalisé cinq différents mélanges :

1. E-Li-8Ci : Limon traité avec 8% de ciment pour une teneur en eau initiale  $w = 25\%$ .
2. E-Li-20Ci : Limon traité avec 20% de ciment pour une teneur en eau initiale  $w = 25\%$ .
3. E-LiCh-8Ci : Limon traité avec 3% de chaux après son extraction du gisement (limon chaulé). Le mélange est ensuite traité avec 8% de ciment pour une teneur en eau initiale  $w = 25\%$ .
4. E-LiCi-3Ch : Limon traité avec 8% de ciment (limon cimenté), stocké pendant 48 h. Le mélange est ensuite traité avec 3% de chaux pour une teneur en eau initiale  $w = 25\%$ .
5. E-Li-3Ch-8Ci : Limon séché à l'étuve puis traité avec 3% de chaux et 8% de ciment pour une teneur en eau initiale  $w = 25\%$ .

Les mélanges sont ensuite coulés dans des boîtes cylindriques hermétiques de dimensions 5\*10 cm. Le coulage s'effectue en deux phases : on coule jusqu'au  $\frac{3}{4}$  de la boîte et on tape 15 coups constants d'une hauteur de 10 cm, puis on continue le remplissage de la boîte et on tape 10 coups constants de la même hauteur. Leur densité moyenne est de l'ordre de 19.6 pour les mélanges contenant du ciment, et 17 pour le mélange avec uniquement de la chaux. Les éprouvettes sont stockées allongées (horizontalement) pour éviter un gradient de teneur en eau dans les éprouvettes (Figure 39).



*Figure 39. Préparation des éprouvettes pour analyse mécanique.*

Une série des éprouvettes de limon traité avec 8% et 20% de ciment ont été décoffrées après 24h de temps de maturation et laissées sécher à l'air libre.

Pour un temps de maturation donné (1 jour, 2 jours, 4 jours, 7 jours, 14 jours, 28 jours, 60 jours et 90 jours), nous mesurons le module élastique à partir du temps de propagation des ondes sonores (méthode présentée au paragraphe B-II-2.7 page 135) avant de procéder à l'écrasement des éprouvettes (méthode présentée au paragraphe B-II-2.6 page 135). Nous prélevons ensuite trois échantillons au cœur de l'éprouvette écrasée afin de les passer au diffractomètre aux rayons-X, et aussi de les observer au microscope électronique à balayage MEB. On procède par ailleurs à la mesure de leurs pH et conductivité électrique CE.

Un des échantillons prélevés est ensuite broyé et mélangé avec 20% en masse d'un étalon interne ( $\alpha$ -corundum). Cet étalon interne ne réagit pas avec l'échantillon et permet d'identifier par rapport d'intensité la variation des différentes réflexions : réflexions correspondants aux hydrates, réflexions correspondants à la destruction des feuillets d'argiles, ... La mesure au diffractomètre s'effectue en utilisant le mode « gonio scan » ( $\theta$ - $\theta$ ) sous une tension de 40 kV et 40 mA en balayant un large spectre d'angle allant de  $5^\circ$  à  $90^\circ$  par pas de  $0.0263^\circ$  et en comptant 96 s/pas.

La synthèse du protocole proposé est présentée sur le diagramme ci-dessous (Figure 40).



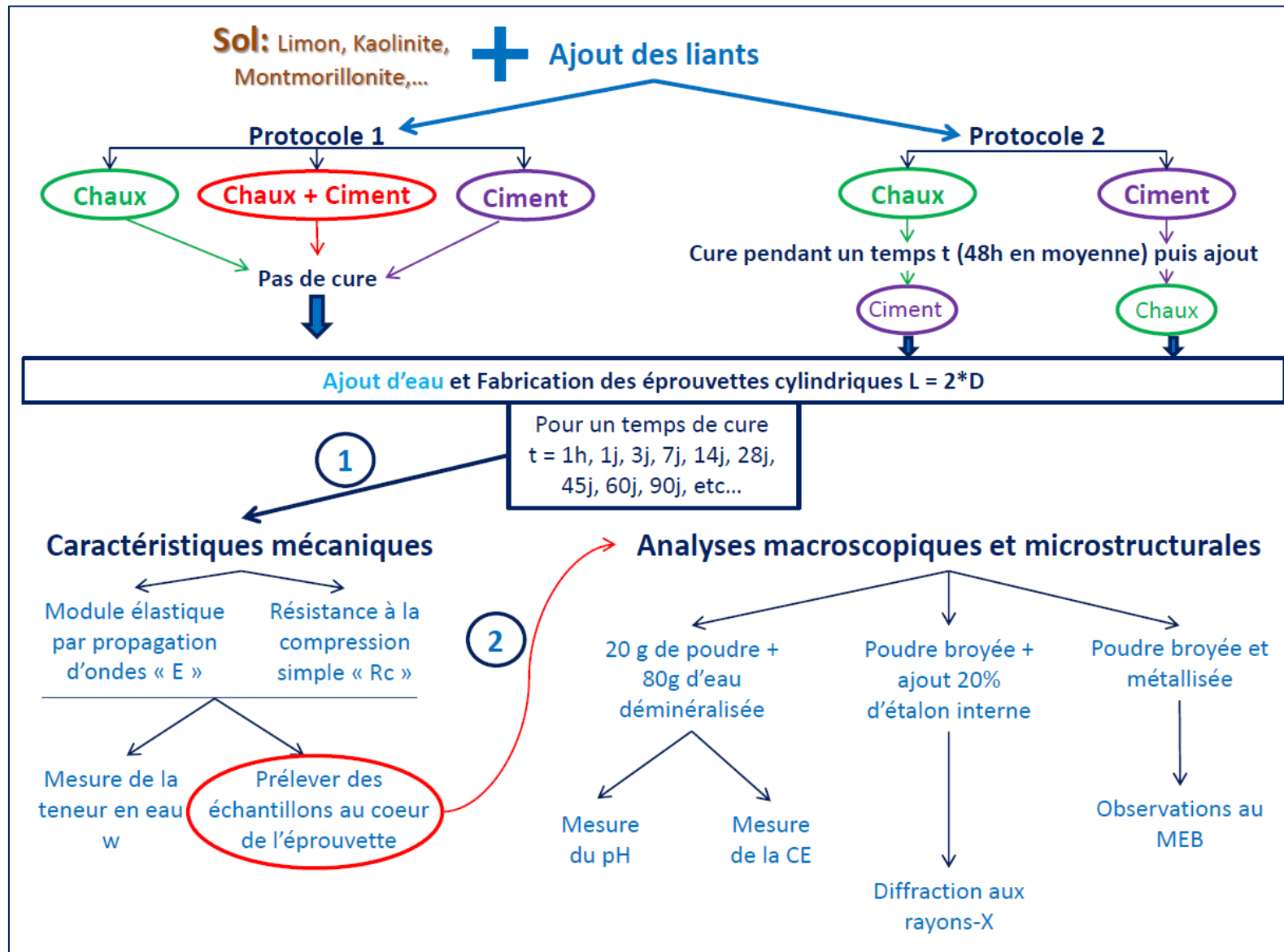


Figure 40. Synthèse du protocole proposé pour le suivi des interactions physico-chimiques entre le sol et les liants.





## Chapitre -III- RÉSULTATS

### A-III-1. Suivi du pH et de la conductivité électrique CE

#### A-III-1.1. Cas du Limon GO

##### A-III-1.1.1. Variation du pH des mélanges

La Figure 41 présente la variation du pH en fonction du temps de cure des cinq mélanges du Limon GO traité avec la chaux et/ou le ciment. Le pH des matériaux de base est aussi présenté en trait pointillé. Nous remarquons que la variation du pH est très faible de l'ordre de  $\pm 0.3$ .

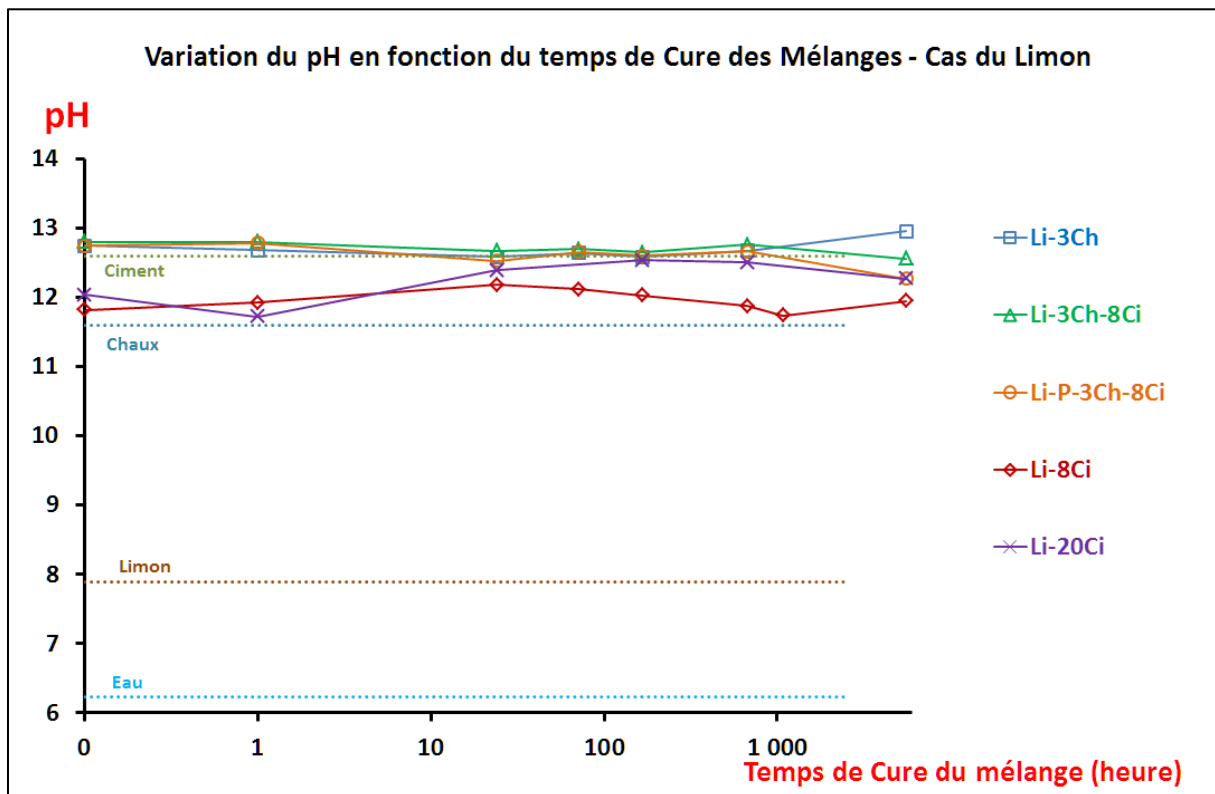


Figure 41. Variation du pH en fonction du temps de cure des mélanges. Cas du Limon GO

Les trois mélanges contenant de la chaux (Limon traité avec 3% de chaux, Limon traité avec 3% de chaux et 8% de ciment, et la pâte de limon traité avec 3% de chaux et 8% de ciment) ont une valeur de pH initiale égale à 12.74, tandis que les deux mélanges contenant uniquement du ciment (Limon traité avec 8% de ciment et Limon traité avec 20% de ciment) ont une valeur de pH inférieure de l'ordre de 11.82.

La valeur du pH des mélanges contenant de la chaux se situe au niveau du pH du ciment, et la valeur du pH des mélanges contenant uniquement du ciment se trouve légèrement supérieur au niveau du pH de la chaux.

Le pH des mélanges traités avec de la chaux ne varie presque pas en fonction du temps de cure des mélanges. Le pH du mélange Limon traité avec 8% de ciment augmente légèrement après 24h de temps de cure puis décroît vers sa valeur initiale. Cependant, dans le cas du traitement avec 20% de ciment, la variation du pH est plus visible. Il augmente pendant la première semaine de cure et atteint le niveau des mélanges traités avec la chaux, puis décroît-en suivant la même allure de la pâte du limon traité avec la chaux et le ciment.

L'augmentation de la valeur du pH des mélanges Limon traité avec du ciment peut être expliquée par le fait que l'hydratation du ciment libère de la portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) qui enrichi le milieu par des ions  $\text{Ca}^{2+}$ . Dans le cas du limon traité avec 20%, le pourcentage du ciment est plus important que dans le cas du limon traité avec 8% de ciment, ce qui explique l'augmentation plus importante pour le limon traité avec 20%. La solution de ce dernier devient saturée par les ions  $\text{Ca}^{2+}$ , c'est pourquoi elle atteint le niveau des mélanges traités avec de la chaux.

Après 200 jours de cure, les mélanges traités avec du ciment tendent vers une valeur égale à 12.27 alors que le mélange traité uniquement avec de la chaux augmente légèrement jusqu'à atteindre 12.95.

Constat : nous remarquons que la variation du pH est très limitée ( $\pm 0.3$ ) quel que soit le mélange et le temps de cure. Or, le modèle du pH-mètre utilisé a une précision constructeur de  $\pm 0.02$ . Cependant, la précision observée au laboratoire est de l'ordre  $\pm 0.1$ . On se pose alors la question sur la pertinence du choix de cet indicateur dont la variation est dans le même ordre de grandeur que la précision du capteur qui le détermine. Nous avons choisi donc d'utiliser un autre indicateur qu'est la conductivité électrique que nous présentons ci-dessous.

## A-III-1.1.2. Variation de la CE des mélanges

La Figure 42 présente la variation de la conductivité électrique en fonction du temps de cure des cinq mélanges du Limon GO traité avec la chaux et/ou le ciment. De même, la conductivité électrique des matériaux de base est présentée en trait pointillé. La variation de la conductivité électrique des mélanges s'effectue dans un domaine plus large que celui de la variation du pH ; la CE varie entre 146  $\mu\text{S}/\text{cm}$  et 1600  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

Comme dans le cas du pH, les 3 mélanges traités à la chaux ont une valeur de CE initiale similaire de l'ordre de 1400  $\mu\text{S}/\text{cm}$  alors que les deux mélanges traités uniquement avec du ciment ont une valeur initiale plus faible de l'ordre de 200 à 400  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

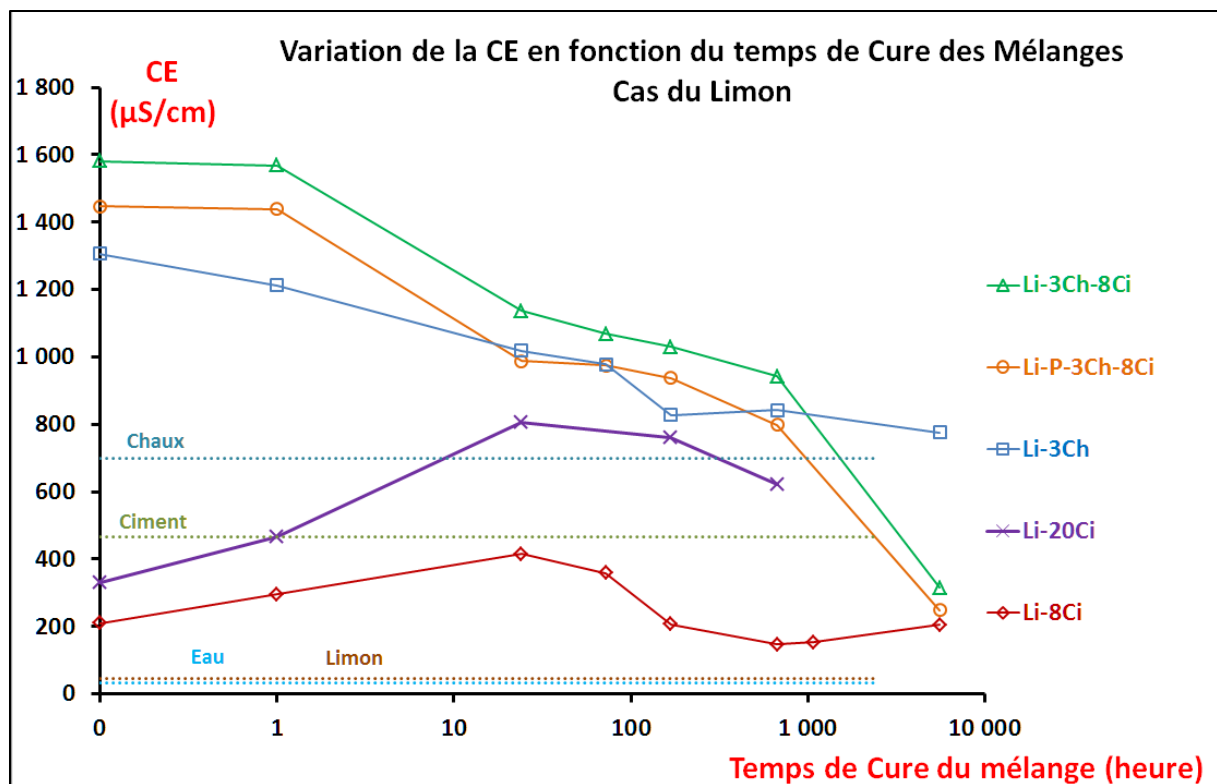


Figure 42. Variation de la conductivité électrique CE en fonction du temps de cure des mélanges.  
Cas du Limon GO

La CE des mélanges traités avec le ciment augmente pendant les premières 24h de temps de cure puis commence à décroître. Le mélange traité avec 20% de ciment présente une augmentation plus importante et atteint 810  $\mu\text{S}/\text{cm}$  alors que celui traité avec 8% atteint 410  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Cette variation est similaire à celle du pH des mêmes mélanges. Ceci renforce l'idée d'une libération d'ions  $\text{Ca}^{2+}$  dans le milieu qui augmente sa conductivité. Après 24h

de cure, la prise du ciment a lieu entraînant la précipitation des produits cimentaires formés et par conséquent la décroissance de la conductivité électrique.

La CE du mélange traité avec uniquement de la chaux décroît immédiatement avec le temps de cure. Elle passe de 1306  $\mu\text{S}/\text{cm}$  à 1212  $\mu\text{S}/\text{cm}$  en 1h. Elle continue à décroître et tend, après 200 jours de cure, vers un palier de 700  $\mu\text{S}/\text{cm}$  correspondant à la CE de la chaux.

La conductivité électrique des deux mélanges traités avec la chaux et le ciment présente une variation similaire. Elle reste quasi constante durant les premières heures de cure, aux alentours de 1440  $\mu\text{S}/\text{cm}$  pour le mélange sous forme de pâte et 1580  $\mu\text{S}/\text{cm}$  pour le mélange sans ajout d'eau. Puis elle décroît rapidement durant les 24h suivantes et atteint 988 et 1136  $\mu\text{S}/\text{cm}$  respectivement. La diminution est ensuite ralentie pendant 1 semaine avant de décroître rapidement pour atteindre la conductivité électrique du limon traité uniquement avec 8% de ciment. Cette dernière est de l'ordre de 250  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

#### **A-III-1.1.3. Variation du pH et de la CE de la solution Limon traité avec 3% de chaux (Li-3Ch)**

Des solutions ont été préparées par prélèvements de mélanges à un temps de cure donné mélangés avec de l'eau. La Figure 43 présente la variation du pH de ces solutions dans le cas du mélange limon traité avec 3% de chaux et la Figure 44 présente la variation de la conductivité électrique CE de ces solutions. Le pH et la CE de chaque solution préparée sont mesurés après 0h, 1h, 24h, 3 jours, 7 jours, 28 jours et 45 jours.

Nous présentons ci-dessous la variation du pH pour les solutions préparées après 0h de cure, après 1h de cure, après 1 jour de cure, après 3 jours de cure, après 7 jours de cure et après 28 jours de cure.

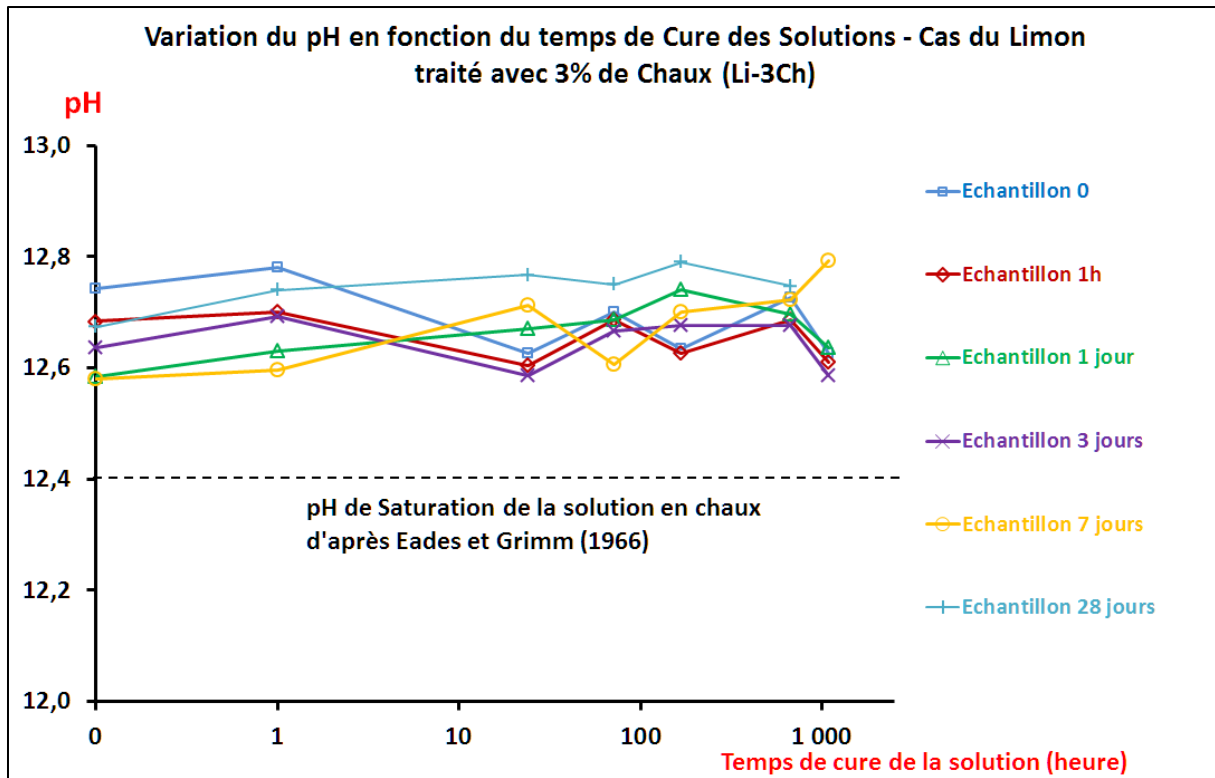


Figure 43. Variation du pH des solutions du Limon traité avec 3% de chaux, en fonction du temps de cure des solutions.

D'une part, nous constatons que la valeur du pH des solutions ne varie quasiment pas en fonction du temps de cure des solutions et le nuage de points se trouve aux alentours de 12.7. Notons que cette valeur se trouve supérieure à la valeur du pH de saturation décrit par Eades et Grimm [23] et retrouvé par les travaux de Lasledj [14]. D'autre part, la conductivité électrique CE (Figure 44) diminue légèrement avec le temps de cure des solutions.

Dans ses travaux, Lasledj a montré une décroissance du pH et de la CE des solutions en fonction du temps de cure (Figure 16 et Figure 17), ce qui est le cas dans nos mesures de CE mais pas dans le cas de nos mesures de pH. C'est pourquoi nous considérons, comme nous l'avons expliqué plus haut, que le suivi des interactions sols-liants à l'aide des mesures du pH n'est pas pertinent car la variation du pH peut se trouver dans la barre d'erreur de mesure du pH-mètre et ne représente pas forcément une réaction physico-chimique.

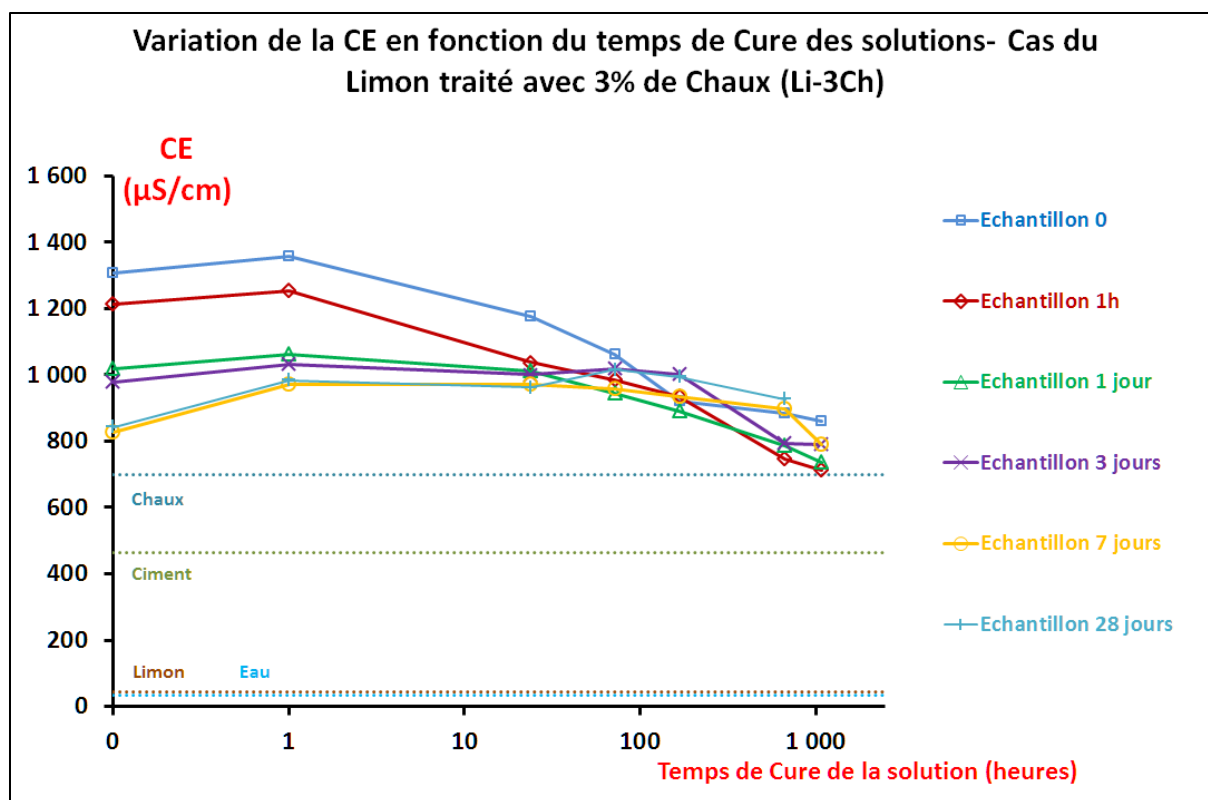


Figure 44. Variation de la CE des solutions du limon traité avec 3% de chaux, en fonction du temps de cure des solutions.

### A-III-1.2. Cas de la Kaolinite

#### A-III-1.2.1. Variation du pH des mélanges

La Figure 45 présente la variation du pH en fonction du temps de cure des quatre mélanges de la Kaolinite traitée avec la chaux et/ou le ciment.

La valeur du pH des mélanges traités avec la chaux ne varie quasiment pas et reste constante de l'ordre de 12.8 tout au long du temps de cure, légèrement au-dessus du niveau du pH du ciment (12.6). De même la valeur du pH du mélange traité avec 8% de ciment ne varie quasiment pas et reste constante de l'ordre de 11.85 et proche de la valeur du pH de la chaux (11.6). Cette variation est similaire à celle obtenue dans le cas des mélanges à base de limon.

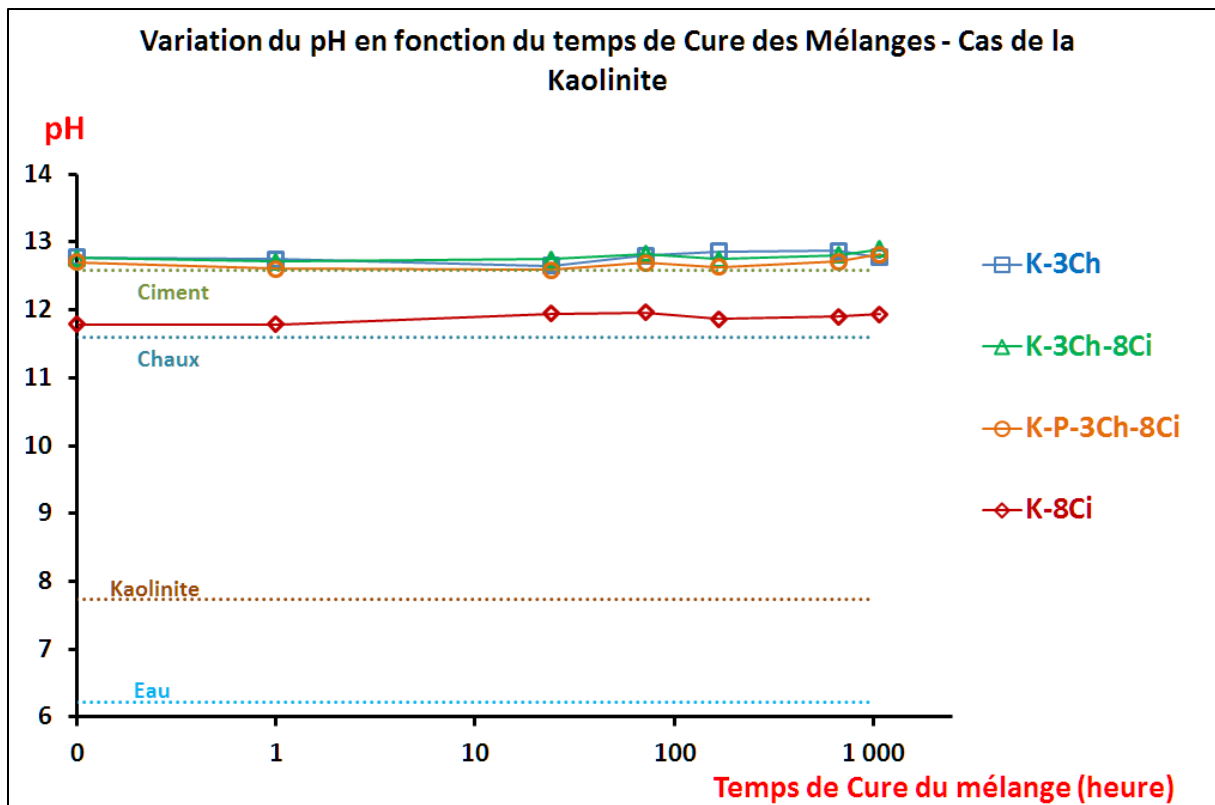


Figure 45. Variation du pH en fonction du temps de cure des mélanges. Cas de la Kaolinite.

#### A-III-1.2.2. Variation de la CE des mélanges

La Figure 46 présente la variation de la conductivité électrique en fonction du temps de cure des quatre mélanges de la Kaolinite traitée avec la chaux et/ou le ciment.

Comme dans le cas du Limon, les mélanges traités avec de la chaux ont une conductivité électrique initiale supérieure à celui traité avec du ciment, de l'ordre de 1200 et 240  $\mu\text{S}/\text{cm}$  respectivement. Nous remarquons que les mélanges traités à la chaux, dans le cas de la kaolinite, présentent une CE légèrement inférieure à ceux dans le cas du limon. Tandis que les mélanges traités avec du ciment présente une conductivité électrique proche dans les deux cas de sol.

Contrairement au cas du Limon traité, la conductivité électrique des mélanges à base de kaolinite ne varie pas significativement sauf dans le cas de la pâte de kaolinite traitée. En effet, les mélanges à base de kaolinite sont préparés à partir de poudre sèche sauf pour le mélange de pâte qui contient une quantité d'eau égale à WL de la kaolinite. Ceci explique pourquoi la CE ne varie presque pas pour le mélange traité avec du ciment et que tardivement, après 1 semaine de cure, pour les mélanges traités à la chaux.



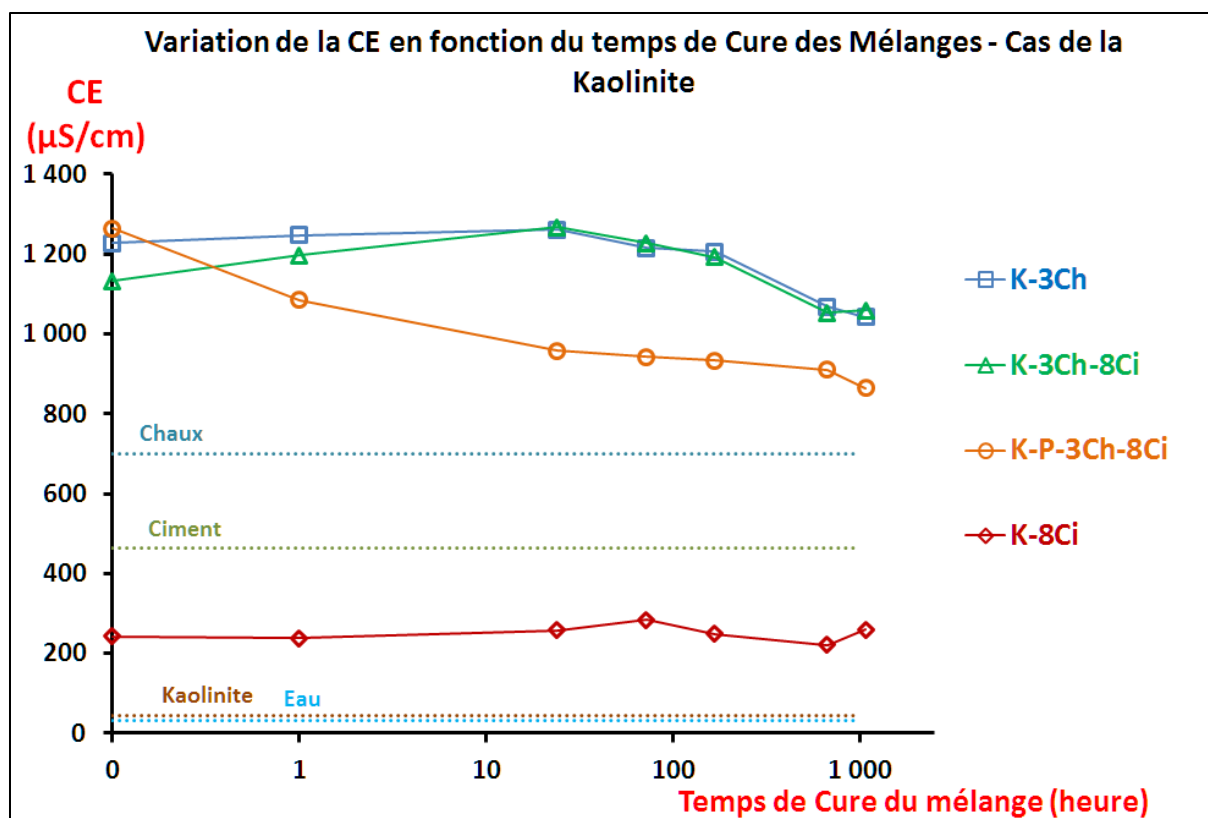


Figure 46. Variation de la conductivité électrique CE en fonction du temps de cure des mélanges. Cas de la Kaolinite.

Les mesures de la CE dans le cas de la kaolinite ont été arrêtées après 45 jours de cure pour des raisons techniques. Cependant nous constatons que la pâte de kaolinite traitée tend à décroître comme dans le cas de la pâte du limon.

### A-III-1.3. Cas de la Montmorillonite

#### A-III-1.3.1. Variation du pH des mélanges

La Figure 47 présente la variation du pH en fonction du temps de cure des quatre mélanges de la Montmorillonite traitée avec la chaux et/ou le ciment.

Similairement au cas de la kaolinite, la valeur du pH des mélanges traités avec la chaux ne varie quasiment pas et reste constante de l'ordre de 12.42 pendant les 3 premiers jours de cure, légèrement en-dessous du niveau du pH du ciment (12.6). De même la valeur du pH du mélange traité avec 8% de ciment ne varie quasiment pas et reste constante de l'ordre de 11.6 au même niveau que la valeur du pH de la chaux (11.6). Cette variation est aussi similaire à celle obtenue dans le cas des mélanges à base de limon.

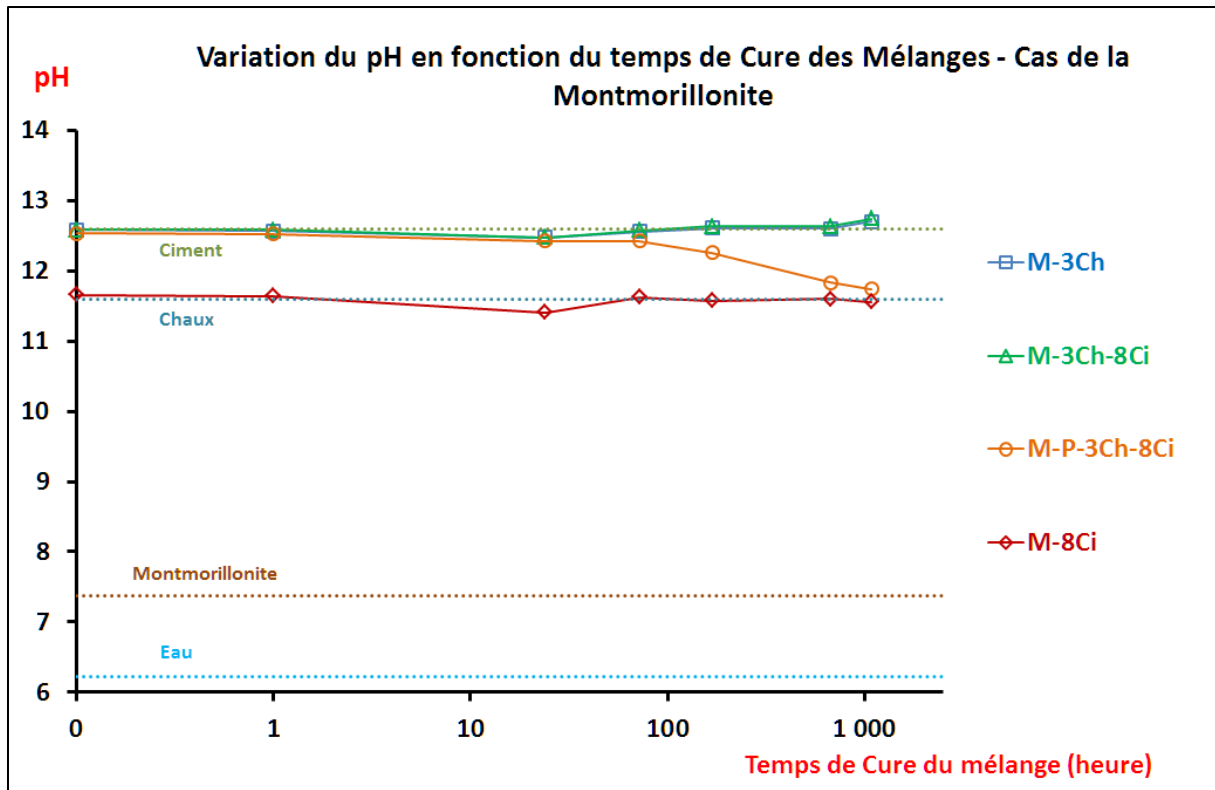


Figure 47. Variation du pH en fonction du temps de cure des mélanges. Cas de la Montmorillonite.

Cependant la pâte de montmorillonite traitée varie différemment. Après 3 jours de cure, elle décroît et devient égale à 11.6 après 45 jours de temps de cure. Or la pâte de montmorillonite contient une quantité d'eau correspondant à sa limite de liquidité WL ce qui permet aux différents ions d'être échangé entre les différents minéraux.

Sur la Figure 48 nous comparons la variation du pH du mélange pâte de montmorillonite avec celle obtenue par les travaux de Lasledj pour un traitement d'une Smectite par 2% et 4% de chaux. Nous constatons que la variation du pH est semblable. Dans notre cas le pH décroît après 7 jours de cure. Ceci est probablement dû à la présence du ciment qui enrichi le milieu avec des ions  $Ca^{2+}$ .

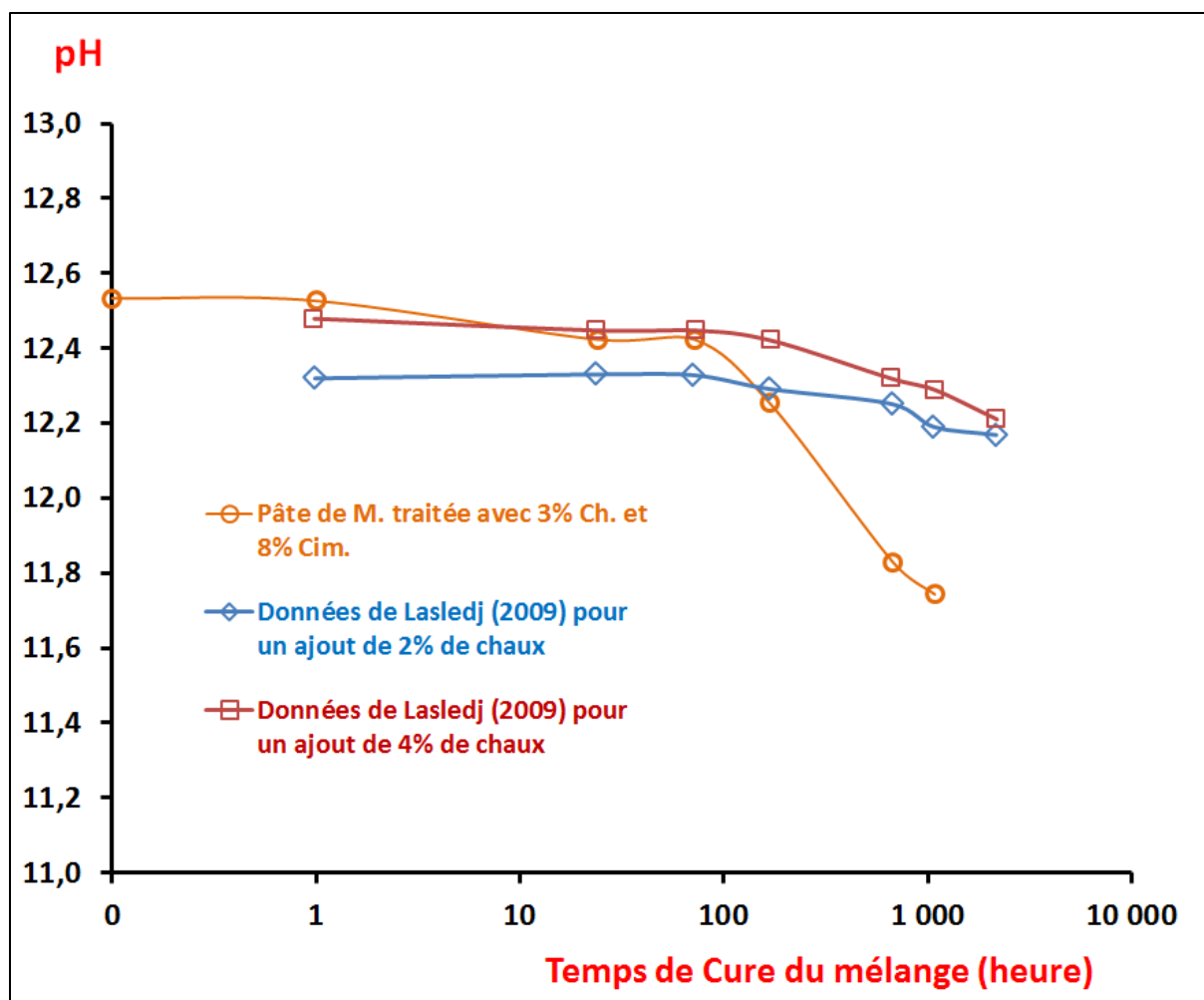


Figure 48. Comparaison de la variation du pH avec les données de Lasledj

#### A-III-1.3.2. Variation de la CE des mélanges

La Figure 49 présente la variation de la conductivité électrique en fonction du temps de cure des quatre mélanges de la Montmorillonite traitée avec la chaux et/ou le ciment.

Comme dans le cas du Limon et de la kaolinite, les mélanges traités avec de la chaux ont une conductivité électrique initiale supérieure à celui traité avec du ciment, de l'ordre de 850 et 350  $\mu\text{S}/\text{cm}$  respectivement. Nous remarquons aussi que les mélanges traités à la chaux, dans le cas de la montmorillonite, présentent une CE inférieure à ceux dans le cas du limon et la kaolinite. Tandis que les mélanges traités avec du ciment présentent une conductivité électrique supérieure aux deux autres sols.

Comme dans le cas de la kaolinite, la CE ne varie que dans le cas de la pâte de Montmorillonite. Dans ce cas, elle diminue et atteint, au bout de 45 jours de cure, la valeur

de la CE de la montmorillonite non traitée. En effet, la montmorillonite est une argile très réactive. Les ions présents en solution sont rapidement adsorbés dans l'espace interfoliaire de l'argile. Ceci explique cette forte diminution de la CE.

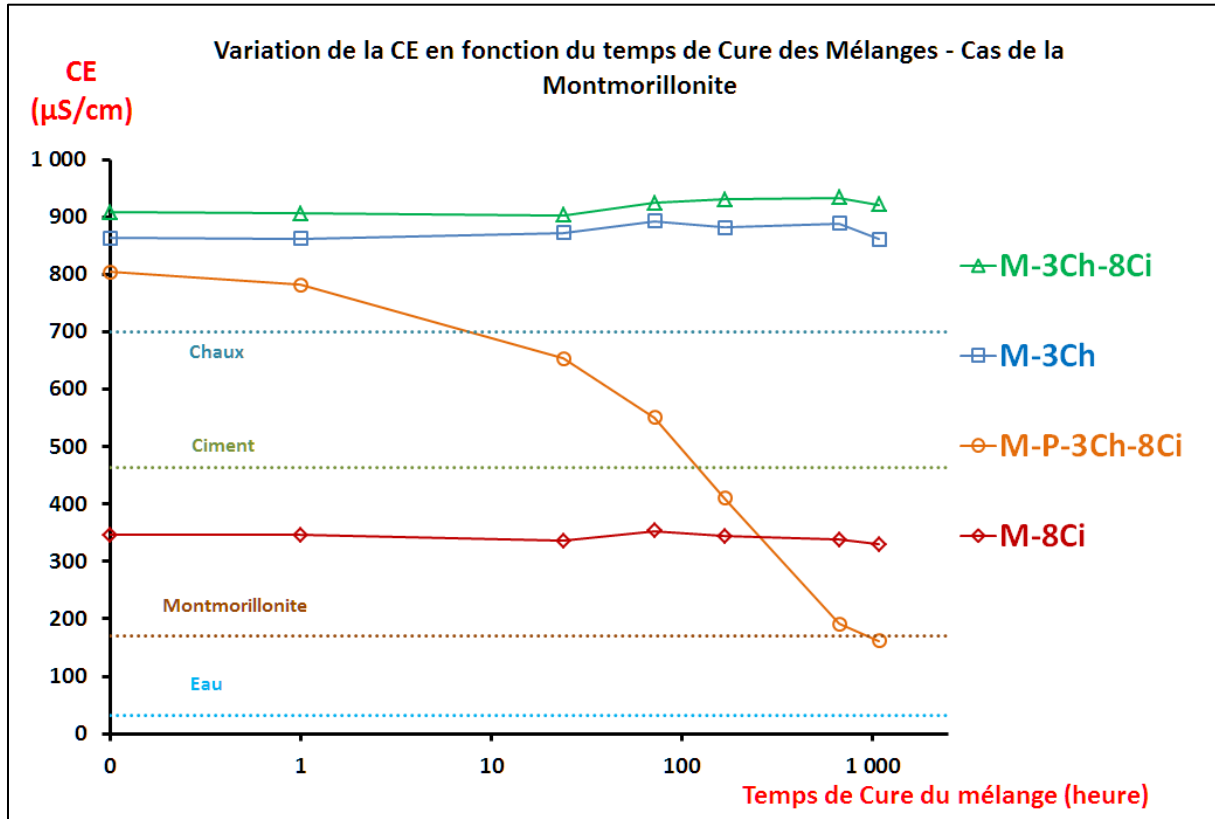


Figure 49. Variation de la conductivité électrique en fonction du temps de cure des mélanges. Cas de la Montmorillonite.

#### A-III-1.4. Interprétation et synthèse

A partir des résultats présentés ci-dessus, nous avons montré que la conductivité électrique est un paramètre plus pertinent que le pH pour suivre les réactions chimiques qui se passent entre l'argile et le liant hydraulique. Le pH pourrait être un paramètre significatif dans le cas des argiles gonflantes et réactives seulement, comme présenté dans la variation du pH de la pâte de la montmorillonite traitée.

Nous remarquons aussi un effet de l'ajout de la chaux aux mélanges. Ce dernier joue un rôle plus dominant que celui du ciment. La chaux impose la valeur de référence du pH et de la CE aux mélanges à court terme. A long terme, les mélanges contenant du ciment

et de la chaux changent de comportement et rejoignent le comportement des mélanges contenant uniquement du ciment.

La présence de l'eau dans les mélanges joue aussi un rôle important. En effet, pour les mélanges à base de poudre sèche (cas de la kaolinite et de la montmorillonite), aucune variation significative du pH et de la conductivité n'a été déplorée. Uniquement dans le cas des pâtes, où une certaine quantité d'eau a été ajoutée, la CE diminue avec le temps de cure.

En analysant la variation de la conductivité électrique des mélanges à base de limon naturel (Figure 50), nous pouvons identifier différentes phases pour chaque mélange.

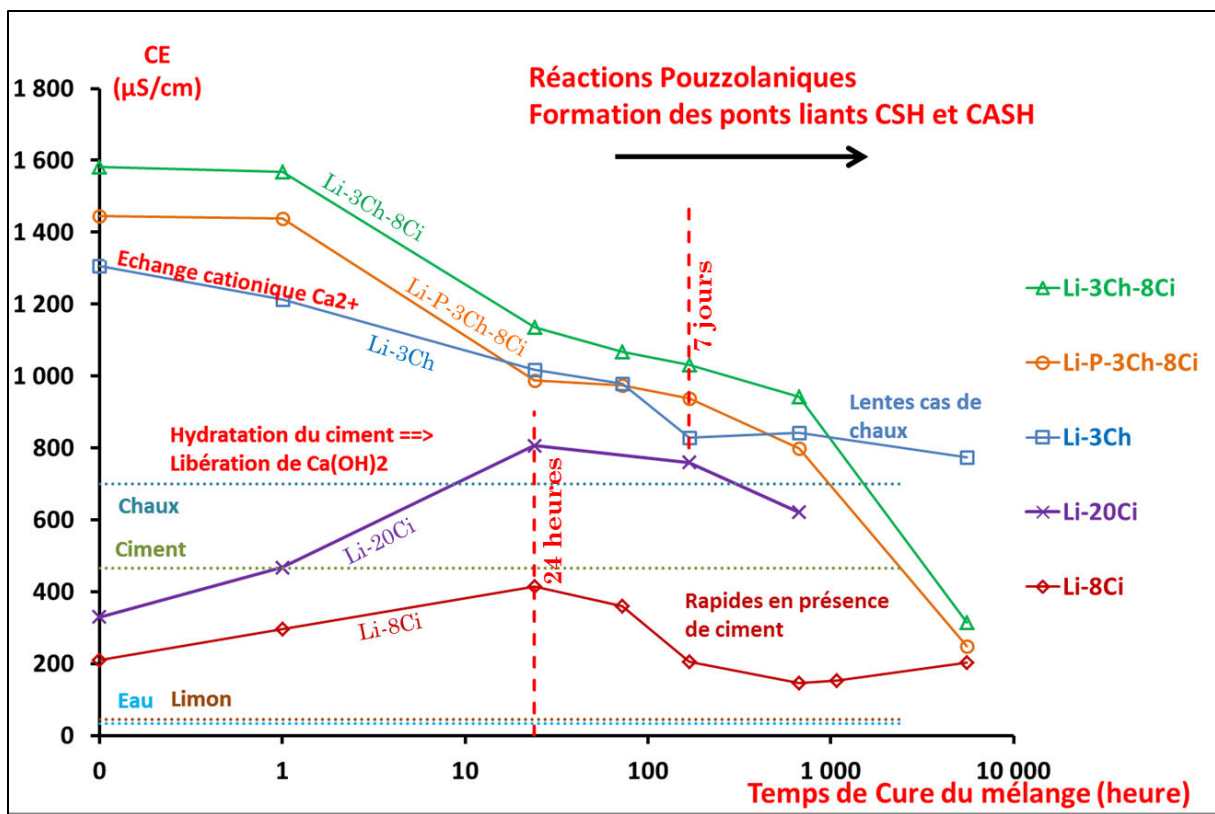


Figure 50. Interprétation des interactions sol-liants en fonction de la variation de la conductivité électrique CE.

1- Pour le mélange du limon GO à une teneur en eau naturel de 12% et traité uniquement avec 3% de chaux, nous identifions deux phases:

- Une première phase entre 0 et 1 semaine (7 jours) qui correspond à l'étape échange cationique, pendant laquelle les ions  $\text{Ca}^{2+}$  vont migrer vers l'espace

interfoliaire des minéraux argileux. Les feuillets se rapprochent alors les uns des autres, flocculent et s'agglomèrent pour former des particules plus stables. C'est ce qu'on a remarqué sur chantier lorsqu'on a ajouté la chaux au limon naturel. Il change de texture et passe d'un sol collant à un sol ressemblant à un sable très fin. Cette phase est identifiée par la décroissance de CE.

- Une deuxième phase qui débute après une semaine de cure et qui correspond à l'étape réactions pouzzolaniques. Durant cette phase, le milieu alcalin du mélange attaque la structure des feuillets d'argile et libère les silicates et les aluminates qui vont se combiner avec la chaux excédentaire présente en solution, pour former les ponts liants ou hydrates calcique CSH et/ou CASH. Cette phase est lente dans le cas des mélanges traités uniquement avec la chaux et peut durer plusieurs années (décroissance lente de CE).

2- Pour le mélange du limon GO à une teneur en eau naturel de 12% et traité avec 8% de ciment ou 20% de ciment, nous identifions aussi deux phases :

- Une première phase se situant entre 0 et 1 jour (24 heures) qui correspond à l'hydratation du ciment et à la libération de la portlandite. Durant cette phase le milieu est enrichi en ions, la CE augmente alors et atteint un maximum après environ 24h. Ce maximum dépend de la quantité de ciment ajoutée. De même, la durée de cette phase peut varier selon la quantité d'eau présente dans le mélange qui influe sur l'hydratation du ciment.
- Une deuxième phase qui débute après 24h de cure suite à l'hydratation du ciment. Elle correspond à une diminution de la CE. En effet, la prise du ciment et la formation des hydrates CSH et CASH est rapide dans le cas du limon traité avec du ciment et nécessite la consommation des ions présents en solution.

3- Pour les mélanges du limon GO traité avec de la chaux et du ciment, nous observons une combinaison des phases du mélange du limon GO traité avec du ciment et des phases du mélange du limon GO traité avec de la chaux. Nous identifions alors trois phases :

- Une première phase correspondant à l'hydratation du ciment et à un échange cationique instantané. Cette phase dure environ 1h et elle se présente sous forme d'un palier de la CE.
- Une deuxième phase correspond à un échange cationique plus important qui se manifeste par la diminution de la CE des mélanges. Cette phase peut durer jusqu'à une semaine (7 jours).
- Une troisième phase correspond aux réactions pouzzolaniques accélérées d'une part par la présence du ciment et d'autre part par le milieu alcalin favorisant l'attaque des feuillettes d'argiles et donc la formation des hydrates secondaires à partir des ions  $\text{Ca}^{2+}$  excédentaire en solution.

### A-III-2. Analyse microstructurale des mélanges Li-8Ci et Li-20Ci

Nous nous intéressons à présent aux analyses microstructurales de deux traitements dans le cas du limon : les mélanges limon traité avec 8% (Li-8Ci) et 20% de ciment (Li-20Ci).

#### A-III-2.1. Diffraction aux rayons-X

Le traitement du limon avec du ciment a été analysé par diffraction aux rayons-X pour quatre temps de maturation : instantanément, après 1 jour, 3 jours et après 7 jours de maturation.

En analysant les diffractogrammes correspondants, nous avons pu identifier des variations de certains pics uniquement dans le cas du limon traité avec 20% de ciment (Li-20Ci). Nous présentons dans ce qui suit la variation des intensités des réflexions correspondant aux composants du ciment (Figure 51) et des réflexions correspondant aux hydrates calciques (Figure 53).

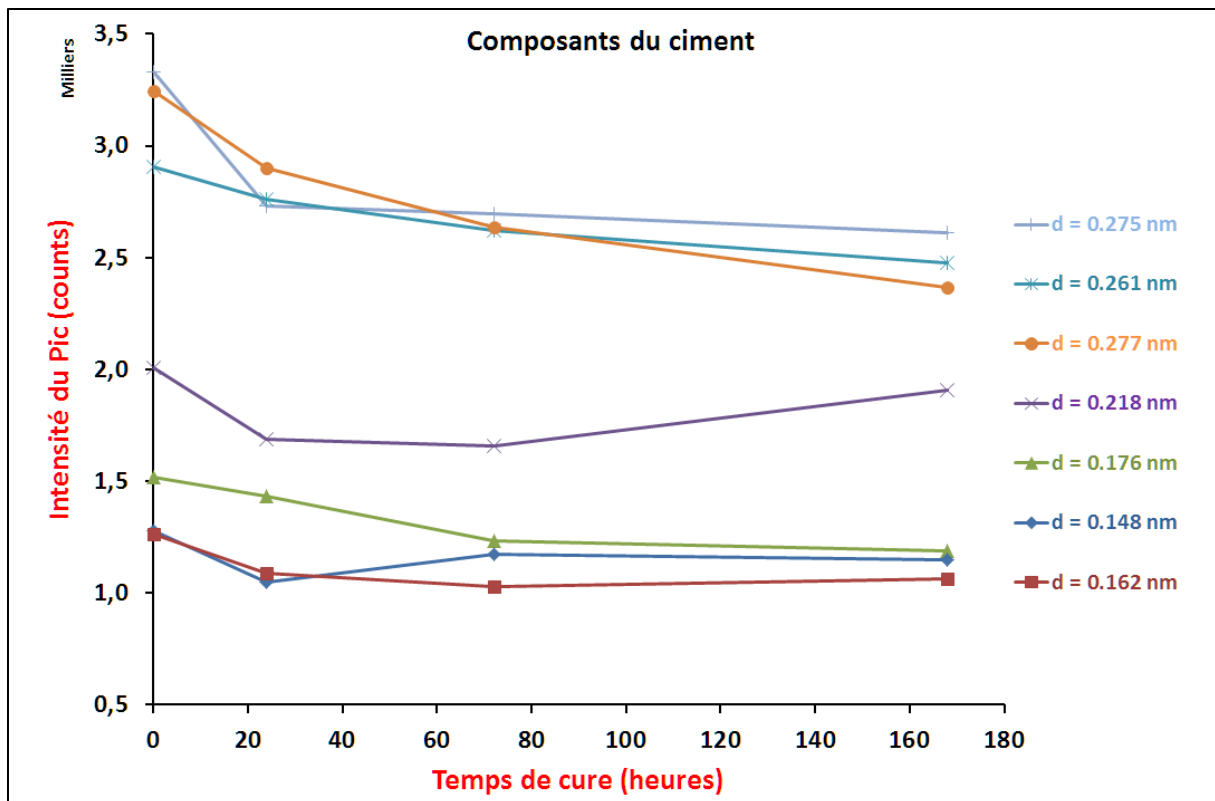


Figure 51. Variation de l'intensité de la réflexion des composants de ciments. Cas du limon traité avec 20% de ciment Li-20Ci.

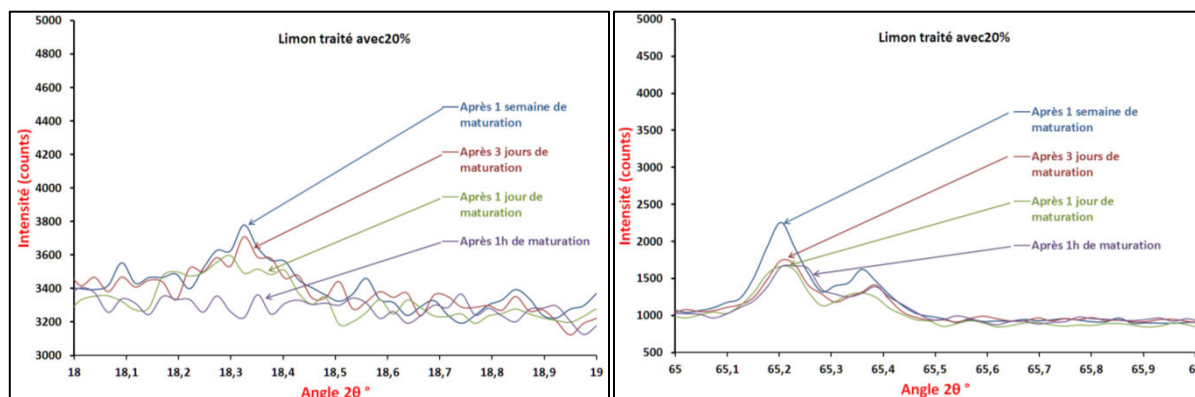
Nous avons relevé les intensités de sept réflexions des composants du ciment identifié par leur distance inter-réticulaire « d ». Nous remarquons une décroissance rapide de l'intensité le premier jour pour la majorité des réflexions. L'intensité continue à décroître plus lentement et tend vers un palier correspondant au bruit de fond du spectre.

La décroissance des intensités représente la consommation des composants du ciment au cours du temps de traitement [14]. La consommation est plus rapide pendant les premières 24h. Cette variation est semblable à la variation de la conductivité électrique (Figure 42) qui croît et atteint son maximum dans les premières 24h.

Dans le cas des réflexions des hydrates calciques, nous avons repéré six réflexions : deux réflexions pour « d » égal à 0.47 et 0.56 nm correspondant au silicate de calcium hydraté (CSH), deux réflexions pour « d » égal à 0.16 et 0.28 nm correspondant à l'aluminate de calcium hydraté (CAH), et deux réflexions pour « d » égal à 0.19 et 0.49 nm correspondant à l'hydrate de silico-aluminate de calcium (CSAH).



La Figure 52 présente un exemple de l'évolution pour deux réflexions :  $2\theta = 18.33^\circ$  ( $d = 0.56$  nm) et  $2\theta = 65.2^\circ$  ( $d = 0.16$  nm). La variation des intensités des différentes réflexions est présentée sur la Figure 53.



**Figure 52. Évolution de l'intensité des réflexions des hydrates liants. Cas du limon traité avec 20% de ciment Li-20Ci.**

Nous remarquons, dans le cas des réflexions à bas angles (0.56 nm, 0.49 nm et 0.47 nm), que l'intensité augmente rapidement les premières 24h puis continue à croître légèrement pour les autres temps de maturation. Dans le cas des autres réflexions, l'intensité est plutôt stable pendant les premières 24h puis croît à partir du 3ème jour de maturation. Ceci pourrait être expliqué comme suit : à court terme, la présence abondante du quartz dans le limon favorise la formation des hydrates de silicate de calcium nécessitant la présence de Si dans le milieu, puis après 3 jours de maturation, les feuillets d'argile sont attaqués par le milieu alcalin et libère des aluminates permettant la formation des hydrates à base d'aluminate comme le CAH et le CSAH.

La variation des intensités des réflexions des hydrates est comparable à celle des composants du ciment. La consommation du ciment est traduite par la formation des différents hydrates.

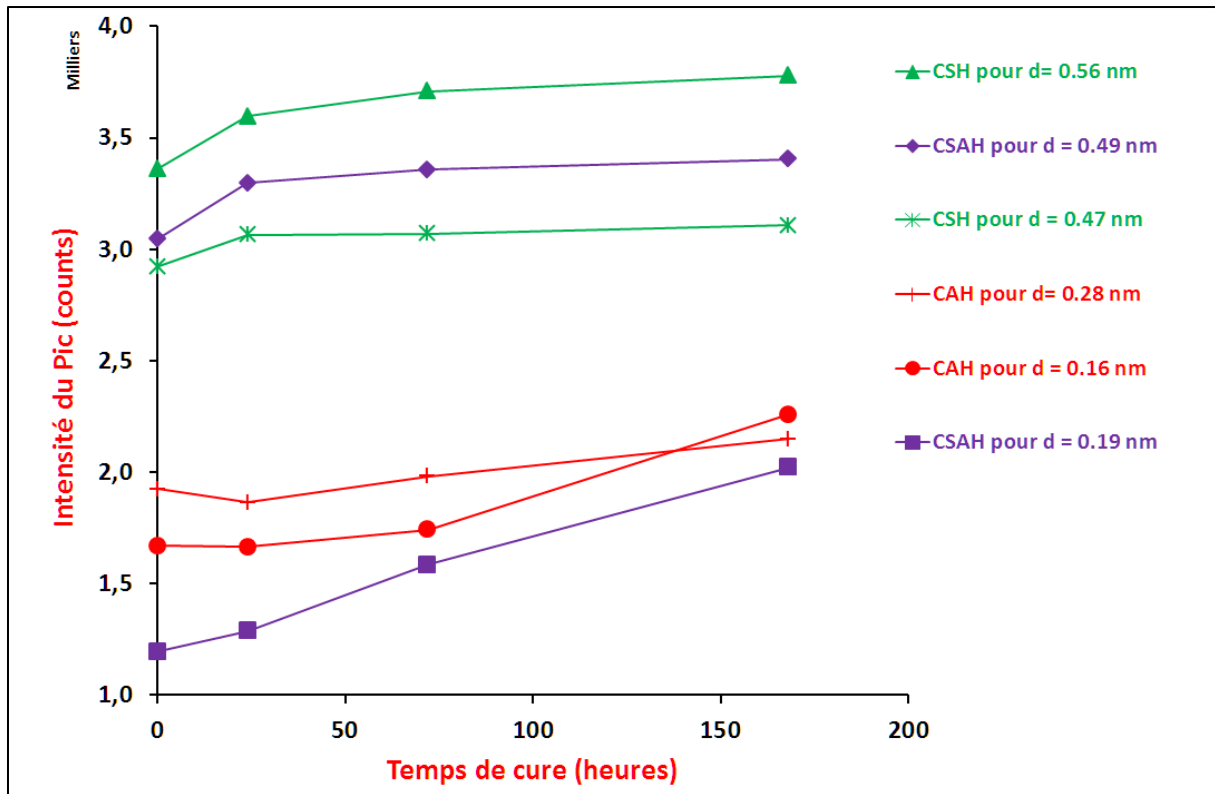


Figure 53. Variation de l'intensité de quelques réflexions des ponts liants. Cas du limon traité avec 20% de ciment Li-20Ci.

### A-III-2.2. Observations au MEB

Après 1 semaine de maturation, nous avons observé les poudres métallisées des deux mélanges : limon traité avec 8% de ciment (Li-8Ci) (Figure 54) et le limon traité avec 20% de ciment (Li-20Ci) (Figure 55).

Nous identifions au gros plan l'agglomération des particules les unes contre les autres, et en zoomant, nous identifions les cendres volantes (petites sphères) et le gel des hydrates.

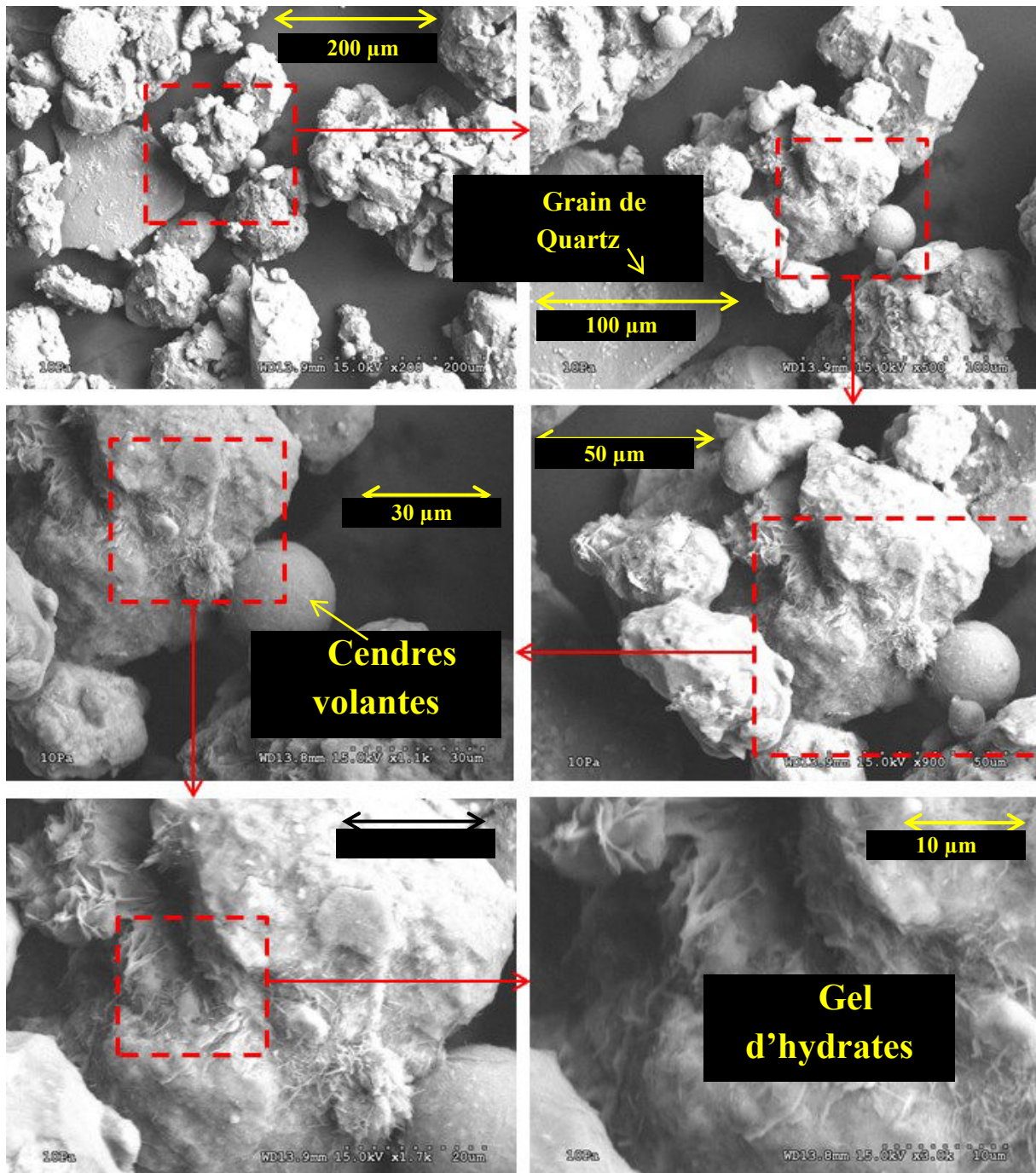


Figure 54. Limon traité avec 8% de ciment Li-8Ci

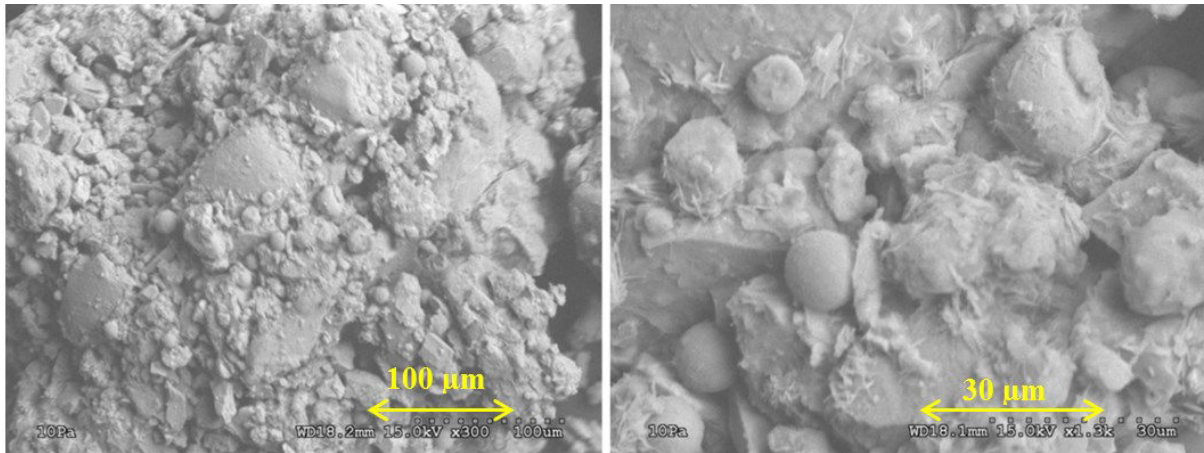


Figure 55. Limon traité avec 20% de ciment Li-20Ci

### A-III-3. Analyse mécanique

#### A-III-3.1. Éprouvettes E-Li-8Ci et E-Li-20Ci

Nous avons confectionné des éprouvettes avec du limon traité avec 8% de ciment (E-Li-8Ci) et avec 20% de ciment (E-Li-20Ci). Les éprouvettes ont été décoffrées après 24h de maturation et laissées sécher à l'air libre.

À différents temps de cure (respectivement 2, 4, 7, 14, 28, 60 et 90 jours), trois éprouvettes de chaque mélange ont été analysées. Nous avons mesuré leur module d'Young (Figure 56) et leur résistance à la compression simple RC (Figure 57). Ensuite nous avons prélevé un échantillon au cœur de l'éprouvette pour réaliser des mesures au diffractomètre. Les analyses et interprétations de ces dernières mesures n'ont pas été concluantes.

En analysant la variation de la résistance à la compression simple (Figure 57), nous remarquons, d'une part que la résistance augmente avec le pourcentage de ciment, résultat auquel on s'attendait, d'autre part que dans le cas du limon traité avec 8% de ciment (E-Li-8Ci), cette résistance atteint un maximum entre 14 et 30 jours de cure puis décroît avec le temps.

Comme le pourcentage de 8% est faible et que les éprouvettes étaient exposées à l'air libre, donc perte en teneur en eau, nous pensons que ces conditions ont favorisé un retrait global important (s'approchant du retrait du sol non traité), induisant ainsi la formation de plusieurs agglomérats de particules autour des hydrates de ciment au lieu d'une pâte

continue, comme vu au MEB (Figure 54), ce qui a créé des zones de faiblesses dans l'éprouvette, et par conséquent une décroissance de la résistance à la compression simple.

En revanche, dans le cas du limon traité avec 20% de ciment, la résistance croît avec le temps de cure et atteint un palier après 28 jours de maturation comme dans le cas du béton classique. Le séchage à l'air libre provoque un retrait global moindre que dans le cas du traitement avec 8% de ciment tout en causant des endommagements locaux liés à la microfissuration. Ceci peut expliquer la dispersion des valeurs de la résistance entre 3.5 et 5 MPa.

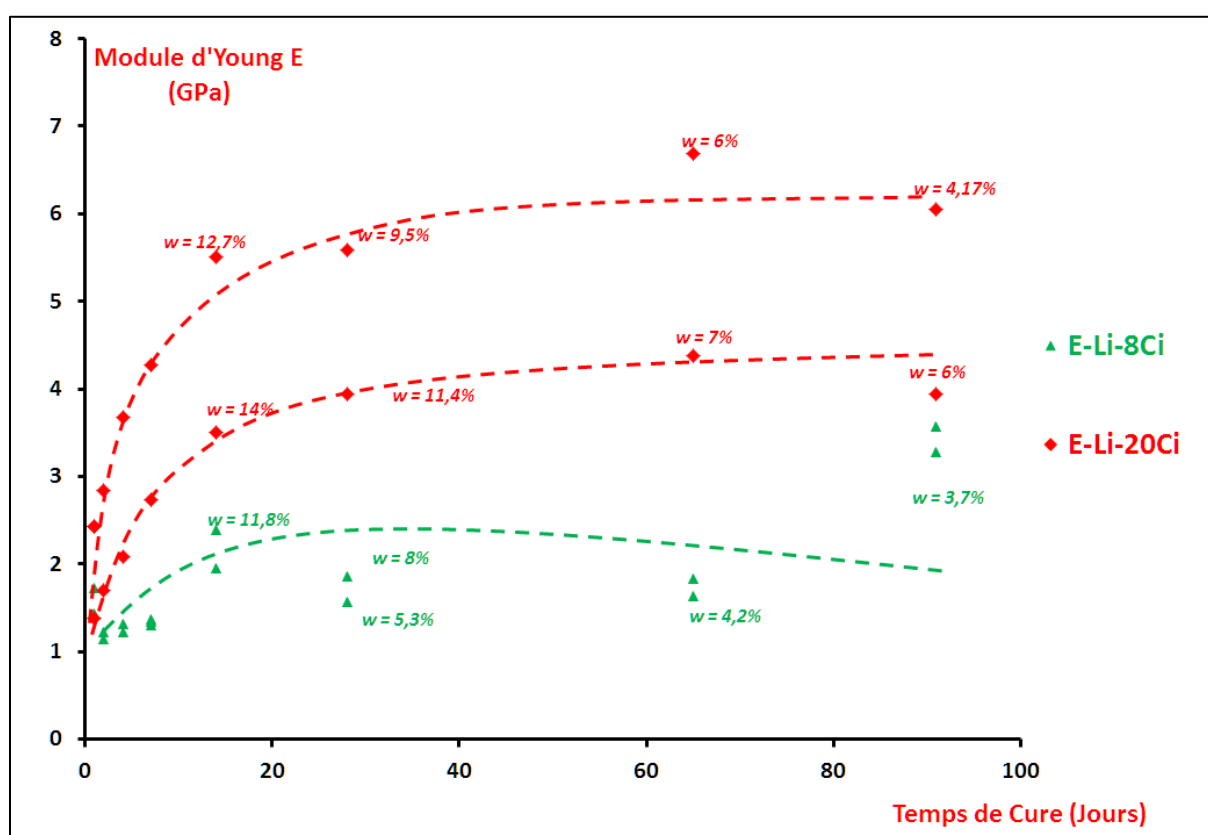


Figure 56. Variation du module d'Young élastique pour deux traitements au ciment E-Li-8Ci et E-Li-20Ci.

Pour le cas du limon traité avec 8% de ciment (E-Li-8Ci), la variation du module élastique (Figure 56) présente aussi une décroissance à partir d'un temps de cure de l'ordre de 20 jours comme dans le cas de la résistance à la compression simple.

Pour le cas du limon traité avec 20% de ciment (E-Li-20Ci), le module augmente et atteint un palier variant entre 4 et 6 GPa.

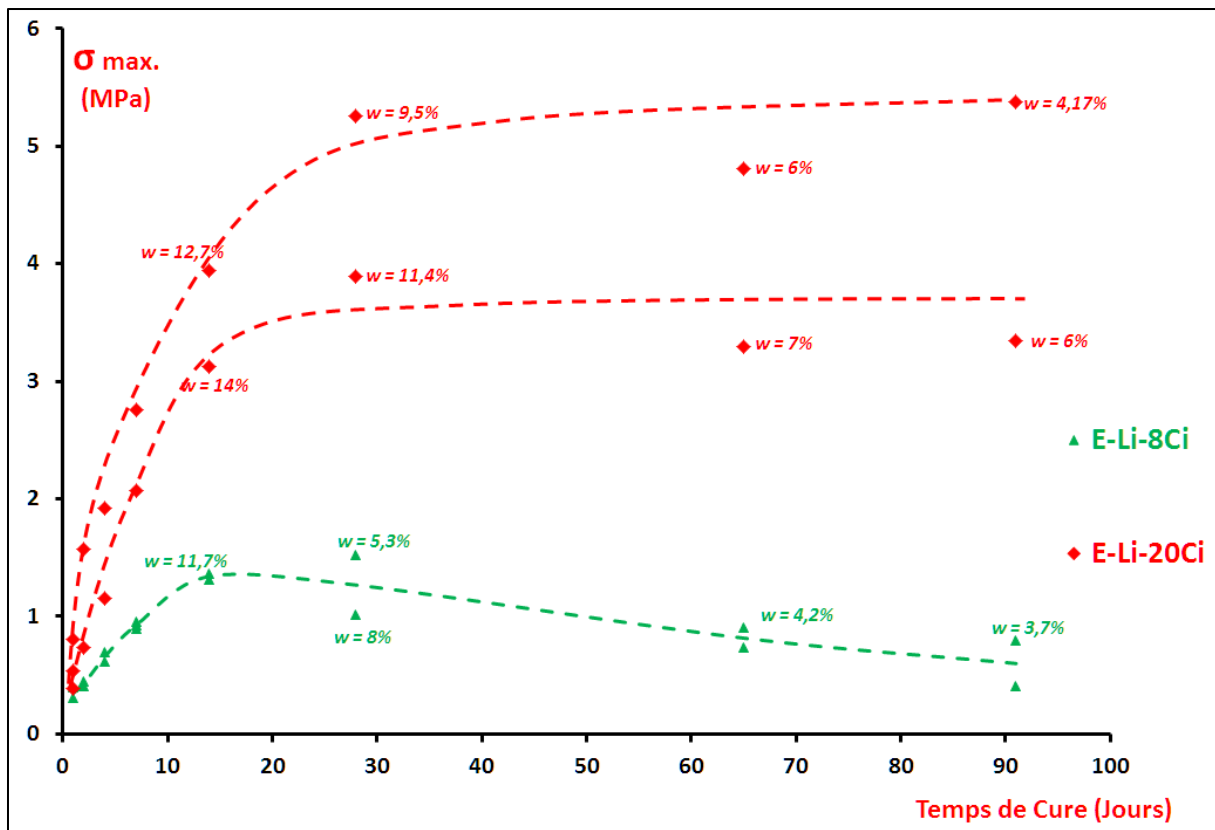


Figure 57. Variation de la résistance à la compression pour deux % de ciment E-Li-8Ci et E-Li-20Ci.

### A-III-3.2. Effet du phasage du traitement aux liants

Nous nous intéressons à présent à l'influence de l'ordre d'ajout des liants sur le comportement du béton de terre (protocole 2 de la Figure 40). Nous avons alors confectionné des éprouvettes pour quatre différents mélanges : E-Li-8Ci, E-LiCh-8Ci, E-Li-3Ch-8Ci et E-LiCi-3Ch.

Afin de réduire l'effet du séchage des éprouvettes et la variation de la teneur en eau au cours de la maturation des éprouvettes présentées ci-dessus, nous avons gardé les éprouvettes de cette série d'essais dans leur boîte hermétique tout au long de leur maturation.

A différents temps de cure (2 jours, 4 jours, 7 jours, 14 jours et 28 jours), trois éprouvettes de chaque mélange ont été analysées, sauf dans le cas du Li-8Ci à cause de problèmes techniques. Nous avons mesuré leur résistance à la compression simple  $R_C$  (Figure 58) et calculé leur module sécant (Figure 59). Ensuite nous avons prélevé un

échantillon du centre de l'éprouvette pour réaliser des mesures au diffractomètre. Ces dernières mesures n'ont pas pu être interprétées de manière concluante.

La résistance à la compression simple croît avec le temps de cure pour les quatre mélanges. Les teneurs en eau pour chaque échéance sont notées sur le graphe. Elles ne varient quasiment pas pour les mélanges E-LiCh-8Ci, E-Li-3Ch-8Ci et E-Li-8Ci, et restent aux alentours de 22%. Dans le cas particulier du mélange E-LiCi-3Ch, la consistance du matériau quasi saturé ne permettait pas de le manipuler correctement pour les essais mécaniques, nous avons par conséquent été amené à le décoffrer pour qu'il sèche et durcisse suffisamment pour pouvoir l'analyser, d'où une variation de sa teneur en eau avec le temps de cure, celle-ci diminuant jusqu'à 10% après 28 jours.

Dans le cas du limon cimenté (traité avec 8% de ciment) puis traité avec 3% de chaux (E-LiCi-3Ch), la résistance à la compression simple atteint un palier très faible aux alentours de 200 kPa. Dans le cas du limon chaulé (traité avec 3% de chaux) puis traité avec 8% de ciment (E-LiCh-8Ci), la résistance à la compression simple est de l'ordre de 800 kPa après 28 jours de maturation. Dans le cas du limon traité uniquement avec 8% de ciment (E-Li-8Ci), la résistance est de l'ordre de 1.2 MPa après 28 jours de maturation. Et enfin, dans le cas du limon traité avec la chaux et le ciment (E-Li-3Ch-8Ci), la résistance est de l'ordre de 1.3 MPa.

Nous remarquons que les mélanges E-Li-3Ch-8Ci et E-Li-8Ci présentent une résistance du même ordre de grandeur au bout de 28 jours de maturation pour une même teneur en eau. Cependant la variation de la résistance n'est pas la même pour les deux mélanges ; la résistance croît plus rapidement dans le cas du Li-8Ci.

La variation du module sécant (Figure 59) est similaire à la variation de la résistance à la compression simple.

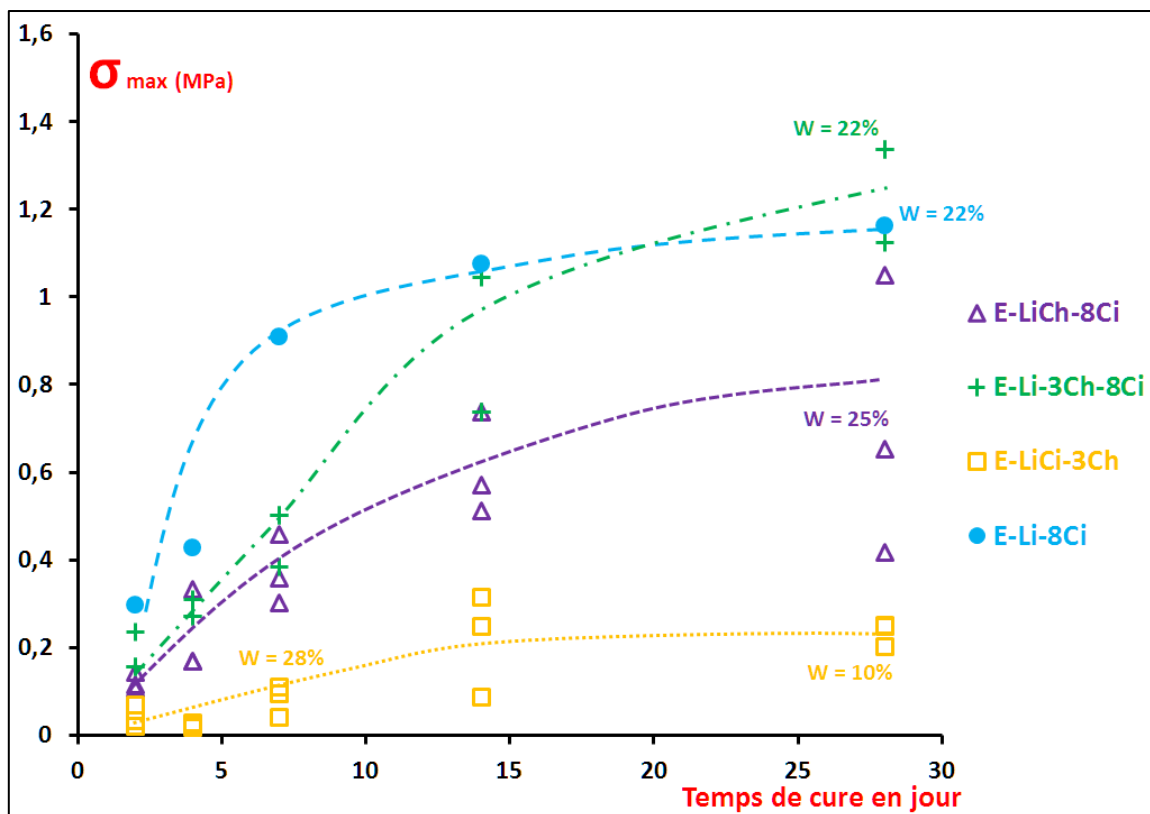


Figure 58. Influence de l'ordre de traitement sur la résistance à la compression simple.

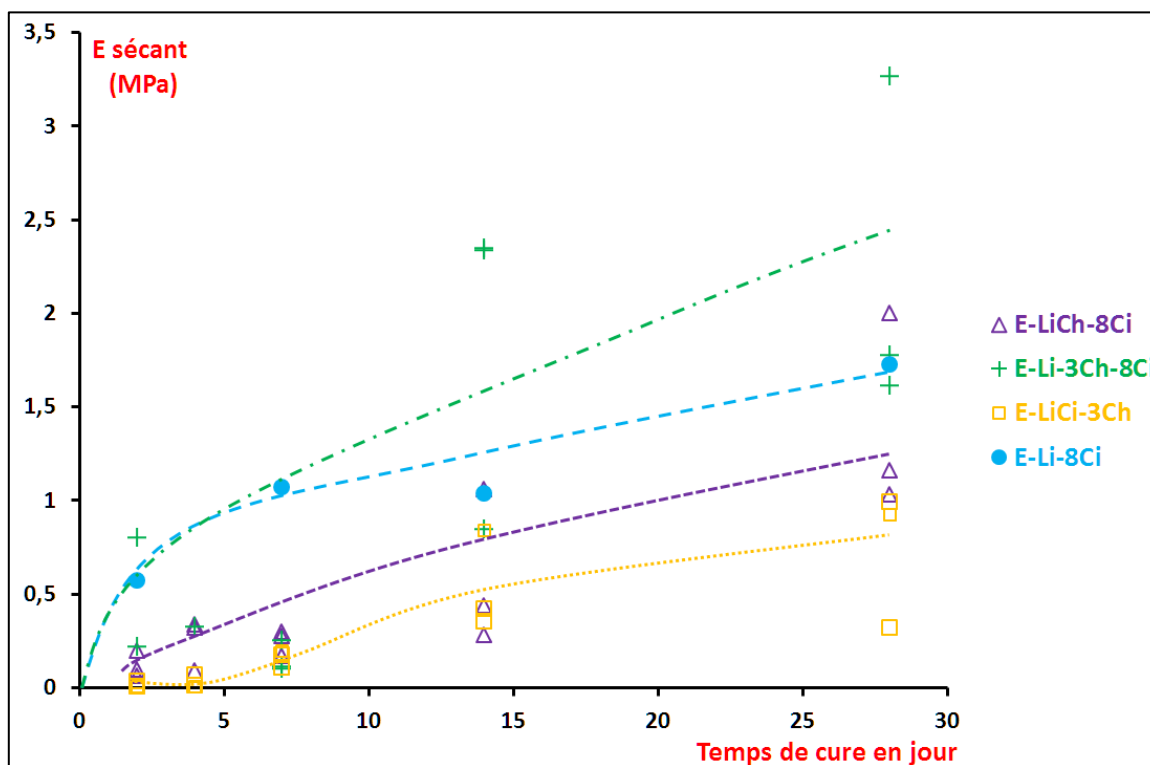


Figure 59. Influence de l'ordre de traitement sur le module sécant.



### A-III-3.2.1. Comparaison E-LiCh-8Ci et E-Li-8Ci

En comparant les résultats des mélanges E-LiCh-8Ci et E-Li-8Ci, nous nous attendions à obtenir une variation similaire voire une résistance plus importante dans le cas du limon traité préalablement avec de la chaux (E-LiCh-8Ci). Cependant la résistance du mélange E-LiCh-8Ci est plus faible que celle du E-Li-8Ci, presque sa moitié.

L'ajout préalable de la chaux au limon permet une restructuration des particules grâce à l'échange cationique qui ait lieu entraînant la floculation et l'agglomération des feuillets d'argile. Le limon chaulé (E-LiCh-8Ci) a été ensuite séché à l'étuve afin de faciliter la préparation du mélange. Or le séchage du mélange entraîne la carbonatation de la chaux présente et donc la formation de la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ). Pour un temps de cure  $t = 0$ , nous avons pu identifier la calcite sur le diffractogramme du mélange E-LiCh-8Ci et non sur le mélange E-Li-8Ci (Figure 60) (réflexions à  $56.99^\circ$ ,  $55.78^\circ$  et  $42.03^\circ$ ). Nous pensons alors que la présence de la calcite peut réduire la résistance à la compression simple du mélange (voir paragraphe A-I-3.1.1.4 page 23).

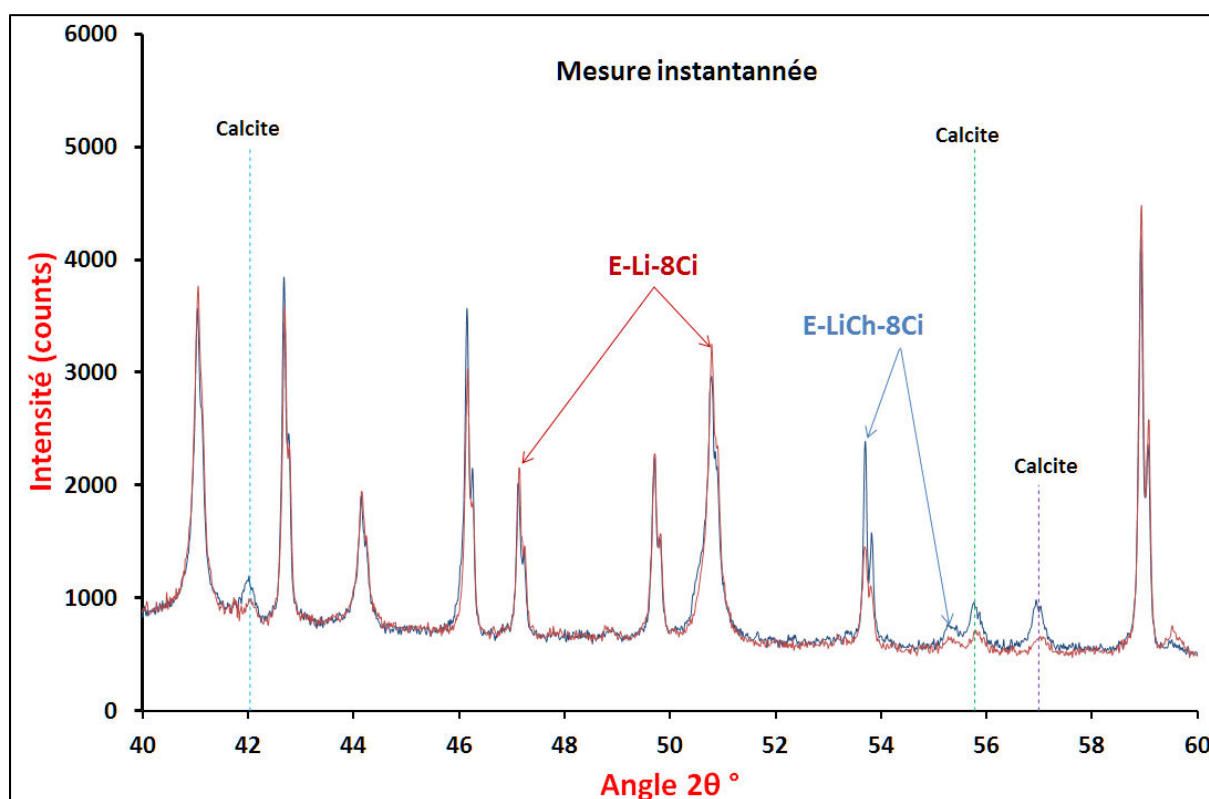


Figure 60. Diffractogramme E-LiCh-8Ci et E-Li-8Ci pour un temps de maturation  $t = 0$ .

### A-III-3.2.2. Comparaison E-Li-3Ch-8Ci et E-Li-8Ci

Comparons à présent les mélanges E-Li-3Ch-8Ci et E-Li-8Ci. La différence entre les deux c'est l'ajout de 3% de chaux au E-Li-3Ch-8Ci au moment de la préparation des mélanges. Nous remarquons qu'à court terme (avant 15 jours), la résistance à la compression simple est plus faible pour le cas du mélange E-Li-3Ch-8Ci, et à long terme celle-ci devient plus grande que celle du cas du mélange E-Li-8Ci.

L'ajout de la chaux rend le milieu plus alcalin, comme démontré dans le paragraphe A-III-1.1.1 page 61. À court terme, la présence de la chaux favorise les échanges cationiques et par conséquent l'agglomération des particules, la formation des hydrates est alors ralentie. À long terme, on a d'une part l'agglomération des particules qui rend le milieu plus rigide, et d'autre part, le milieu alcalin favorise l'attaque des feuilletts d'argile et donc les réactions pouzzolaniques, et par conséquent l'augmentation de la résistance à la compression simple.

### A-III-3.3. Synthèse

À partir des deux séries d'essais présentées ci-dessus, nous pouvons en déduire :

- Dans le cas du traitement des sols avec uniquement du ciment (E-Li-8Ci et E-Li-20Ci), il faut éviter de sécher les échantillons au cours des premiers jours de traitement. Un séchage rapide provoque une mauvaise hydratation de la pâte de ciment, et par conséquent un retrait important induisant, d'une part la formation de plusieurs agglomérats de particules autour des hydrates de ciment au lieu d'une pâte continue, et d'autre part des endommagements locaux liés à la microfissuration due au retrait.
- Dans le cas du traitement avec la chaux et le ciment, l'ordre du traitement est très important et nous pouvons conclure ce qui suit :
  - Le traitement préalable avec du ciment suivi d'un traitement à la chaux (E-Li-3Ch) est à éviter. Ce traitement ne présente aucun gain en résistance.
  - Le traitement préalable avec de la chaux suivi d'un traitement au ciment (E-Li-3Ch-8Ci) présente des caractéristiques mécaniques plus faibles que dans le cas du traitement simultané à la chaux et au ciment (E-Li-3Ch-8Ci). Nous

conseillons de ne pas chauler le sol trop longtemps avant son utilisation sur chantier pour éviter le phénomène de carbonatation.

- Les traitements avec uniquement du ciment (E-Li-8Ci) et celui avec les deux liants (E-Li-3Ch-8Ci) présentent une résistance à la compression simple similaire après 28 jours de traitement. Le gain en résistance est plus progressif dans le cas du E-Li-3Ch-8Ci.
- Afin d'obtenir un bon comportement mécanique d'un béton de terre, à court terme ainsi qu'à long terme, il est préférable d'ajouter simultanément la chaux et le ciment.

## CONCLUSION DE LA PARTIE -A-

Dans cette partie, nous avons montré que la conductivité électrique est un paramètre plus pertinent que le pH pour suivre les réactions chimiques qui se passent entre l'argile et le liant hydraulique. Le pH pourrait être un paramètre significatif dans le cas des argiles gonflantes et réactives seulement.

Par ailleurs, à court terme le traitement à la chaux impose la valeur de référence du pH et de la CE. En revanche, à long terme, les mélanges traités au ciment et à la chaux rejoignent le comportement de ceux traités uniquement au ciment.

Nous avons alors proposé sur la base de l'évolution de la CE, une identification des différentes phases d'évolution des interactions sol-liants depuis la phase d'échange cationique pour la chaux et l'hydratation du ciment, jusqu'à la formation des ponts de liants dus aux réactions pouzzolaniques.

Nous avons mis en évidence aussi l'effet du phasage du traitement avec des liants. En effet, le traitement préalable avec du ciment suivi d'un traitement à la chaux ne présente aucun gain en résistance. Par ailleurs, le traitement préalable avec de la chaux favorise la carbonatation qui entraîne la formation de la calcite préjudiciable à la résistance du matériau. Nous conseillons donc de traiter le sol avec de la chaux et du ciment simultanément.



# **Partie -B- FISSURATION PAR DESSICCATION DE L'ARGILE**

*“There is a crack in everything. That’s how the light gets in”*

*Leonard Cohen*



## SOMMAIRE DE LA PARTIE -B-

<b>PARTIE -B- FISSURATION PAR DESSICCATION DE L'ARGILE.....</b>	<b>89</b>
<b>SOMMAIRE DE LA PARTIE -B- .....</b>	<b>91</b>
<b>INTRODUCTION DE LA PARTIE -B-.....</b>	<b>93</b>
<b>CHAPITRE -I- ETAT DE L'ART SYNTHÉTIQUE .....</b>	<b>95</b>
<i>B-I-1. Définition de la dessiccation et de la fissuration.....</i>	<i>95</i>
<i>B-I-2. Etude des mécanismes de la fissuration par dessiccation des sols .....</i>	<i>96</i>
B-I-2.1. Causes de la fissuration .....	96
B-I-2.2. Résistance à la traction.....	98
B-I-2.3. Variation de la saturation lors du séchage .....	101
B-I-2.4. Concept de l'énergie et des modes de rupture .....	103
B-I-2.5. Réseau de fissures .....	105
<i>B-I-3. Cas du béton de ciment.....</i>	<i>108</i>
B-I-3.1. Retrait chimique ou endogène .....	109
B-I-3.2. Le retrait par dessiccation .....	111
B-I-3.3. L'ajout des granulats.....	112
B-I-3.4. L'ajout d'adjuvant.....	113
<i>B-I-4. Synthèse.....</i>	<i>113</i>
<b>CHAPITRE -II- MATÉRIAUX ET MÉTHODES .....</b>	<b>115</b>
<i>B-II-1. Matériaux .....</i>	<i>115</i>
B-II-1.1. Adjuvant .....	116
B-II-1.2. Fibre végétale de lin .....	116
B-II-1.3. Fibre synthétique.....	117
<i>B-II-2. Méthodes .....</i>	<i>118</i>
B-II-2.1. Chemins de Drainage-Humidification .....	119
B-II-2.1.1. Plaques tensiométriques .....	119
B-II-2.1.2. Solutions osmotiques .....	120
B-II-2.1.3. Dessiccateurs à solutions salines saturées .....	120
B-II-2.2. Technique d'analyse d'image .....	121
B-II-2.2.1. Analyse de la déformation avant fissuration.....	122
B-II-2.2.2. Analyse de la fissuration et son évolution .....	124
B-II-2.2.3. Spécificités du Programme Local.....	125
B-II-2.3. Retrait linéaire normalisé selon la norme NF P18-427 .....	126
B-II-2.4. Mesures de la porosité moyenne et la distribution des pores .....	128
B-II-2.4.1. Porosité globale par pesée immergée .....	128
B-II-2.4.2. Distribution des pores .....	129
B-II-2.5. Essai de flexion quatre points ISO 14125.....	133
B-II-2.6. Essais de compression simple NF EN 12390-3 .....	135
B-II-2.7. Mesure du module d'Young par propagation des ondes ultrasonores .....	135



<i>B-II-3. Protocole expérimental</i> .....	136
B-II-3.1. Dispositif expérimental.....	136
B-II-3.2. Ajout des renforts.....	138
B-II-3.3. Ajout des granulats de béton recyclé et de l'adjuvant .....	139
B-II-3.4. Localisation des fissures .....	141
<b>CHAPITRE -III- RETRAIT ET FISSURATION DES SOLS FINS</b> .....	143
<i>B-III-1. Chemins de drainage-humidification</i> .....	143
<i>B-III-2. Champs de déformation</i> .....	145
<i>B-III-3. Etude de la fissuration du limon naturel</i> .....	150
B-III-3.1. Evolution du réseau de fissures et de la teneur en eau .....	150
B-III-3.2. Evolution des déformations principales et du retrait global .....	151
B-III-3.3. Analyse des réseaux de fissures.....	155
<i>B-III-4. Minimisation de la fissuration par ajout de renforts</i> .....	156
B-III-4.1. Evolution du réseau de fissures et de la densité de fissuration « Crack Ratio » .....	157
B-III-4.2. Déformations principales et relation déformation succion .....	161
B-III-4.3. Synthèse et conclusion .....	163
<i>B-III-5. Effet de l'ajout des liants sur la fissuration du limon naturel</i> .....	164
B-III-5.1. Limon traité avec 8% de ciment .....	167
B-III-5.2. Limon traité avec 3% de Chaux et 8% de Ciment .....	169
B-III-5.3. Synthèse et interprétation.....	170
<i>B-III-6. Localisation des fissures par l'ajout d'un joint</i> .....	172
<b>CHAPITRE -IV- IMPACT DE L'AJOUT DES GRANULATS SUR LE COMPORTEMENT DES BÉTONS DE TERRE CRUE</b> .....	175
<i>B-IV-1. Etude 2D de la dessiccation</i> .....	175
B-IV-1.1. Effet de l'ajout des granulats sur le limon naturel .....	175
B-IV-1.2. Effet de l'adjuvant .....	179
B-IV-1.2.1. Densité de fissuration et analyse du retrait global et de la porosité .....	180
B-IV-1.2.2. Analyse du champ de déformation correspondant.....	182
<i>B-IV-2. Etude 1D de la dessiccation</i> .....	184
B-IV-2.1. Variation du retrait linéaire et de la teneur en eau en fonction du temps de séchage.....	184
B-IV-2.2. Etude du réseau poral des échantillons de béton de terre amendé avec les RCA .....	191
B-IV-2.3. Synthèse et conclusion .....	194
<i>B-IV-3. Effet des granulats sur le comportement mécanique</i> .....	195
B-IV-3.1. Série n°1 : Essais préliminaires, résistance à la compression simple et module d'élasticité. ....	195
B-IV-3.2. Série n°2 : Résistance à la compression simple et à la traction, et module d'élasticité .....	200
B-IV-3.3. Interprétation et synthèse .....	203
<i>B-IV-4. Conclusion</i> .....	203
<b>CONCLUSION DE LA PARTIE -B-</b> .....	205

## INTRODUCTION DE LA PARTIE -B-

Le séchage ou dessiccation des matériaux à base d'argile induit des phénomènes de retrait dus à la succion régnant au sein du matériau. L'hétérogénéité naturelle de ces matériaux à l'échelle microstructurale et les conditions aux limites lors de la dessiccation, provoquent un retrait localisé et hétérogène qui induit des tensions internes pouvant atteindre la valeur de la résistance à la traction du matériau et donc des localisations de rupture qu'est la fissuration.

Dans le cas des matériaux de construction à base de terre crue comme les bétons de terre, ces fissurations peuvent être préjudiciables au bon fonctionnement des structures, d'une part par endommagement du matériau et donc une baisse de sa résistance, et d'autre part par les infiltrations pouvant altérer ses propriétés de régulation hygrothermiques.

Nous nous proposons dans cette partie de caractériser les mécanismes des phénomènes de retrait et de la fissuration à l'aide de techniques de traitement d'image en analysant d'une part l'évolution des champs de déformation induit par la dessiccation et aboutissant à la fissuration, et d'autre part l'amorce de la fissuration et sa propagation.

Par ailleurs, nous proposons des solutions pour minimiser le retrait et la fissuration comme par exemple l'ajout de renforts, le traitement aux liants, l'ajout de granulats, ou encore l'ajout d'adjuvants.

Le chapitre I présente une synthèse bibliographique succincte sur les mécanismes de fissuration induite par la dessiccation des matériaux argileux. Le chapitre II développe les méthodes expérimentales et techniques d'analyse utilisés, et présente les matériaux et traitements adoptés. Le chapitre III traite de l'effet des renforts d'une part et des liants d'autre part sur le retrait et la fissuration. Le chapitre IV quant à lui met en évidence l'effet de l'ajout de granulats de béton recyclé dans la formulation des bétons de terre sur le retrait et les caractéristiques mécaniques.



## Chapitre -I- ÉTAT DE L'ART SYNTHÉTIQUE

### B-I-1. Définition de la dessiccation et de la fissuration

D'après la définition du Larousse, la dessiccation désigne l'élimination de l'humidité présente dans un milieu. Ce phénomène apparaît dans différents domaines : en médecine ou en biologie (dessiccation d'un organisme vivant exposé à une atmosphère sèche), en agronomie (dessiccation des plantes), et en génie civil (dessiccation des sols ou des bétons). On emploie parfois le mot drainage pour désigner la dessiccation des sols. En général, dans le domaine de mécanique des sols, la dessiccation se définit comme le drainage (perte d'eau) par évaporation en se référant à un mécanisme de pré-consolidation, soit à un mécanisme d'invasion d'air [58].

La dessiccation peut avoir lieu de différentes manières, soit naturelles ou imposées comme les dessiccateurs à solutions salines par exemple. Le séchage par exposition à l'air libre est un cas naturel particulier de la dessiccation. Il se fait en général par évaporation de l'eau liquide qui se transforme en vapeur d'eau.

Un milieu granulaire continu, tel que les sols et les bétons, est composé de trois phases distinctes : solide, liquide et gazeuse. L'arrangement des trois phases forme un milieu poreux et déformable. Les pores contenant le gaz et le liquide sont en général connectés entre eux. Le gaz et le liquide peuvent alors circuler librement et échanger avec le milieu extérieur.

Le contact d'un sol humide avec l'air ambiant entraîne l'évaporation de l'eau liquide présente dans les pores. L'eau en contact avec l'atmosphère subit alors une pression négative (inférieure à la pression atmosphérique) qu'on nomme la succion définie par la différence de pression entre la pression d'air et la pression d'eau ( $s = u_a - u_w$ ). Celle-ci entraîne la dessiccation du sol et la soustraction du volume d'eau. Les grains se réarrangent alors entre eux et se rapprochent grâce à la dépression exercée par l'eau. Ceci entraîne un rétrécissement volumique global du milieu, nommé le retrait.

Le retrait se fait dans les trois directions de l'espace, retrait longitudinal, transversal et vertical. Il correspond à la perte de volume du sol pendant la dessiccation. Selon les conditions aux limites du milieu, des contraintes sont générées pour faire face au retrait. Quand ces contraintes atteignent la résistance maximale à la traction du matériau, la rupture a lieu [59]. Cette rupture se manifeste par l'apparition des fissures dans le milieu qui devient discontinu. Les fissures de dessiccation sont principalement des fissures de traction. Le sol qui gagne en résistance pendant la dessiccation, développe une contrainte qui induit à la formation de fissures [60]. Il faut noter que le retrait peut avoir lieu sans atteindre la rupture ou la fissuration. Le retrait par dessiccation dépend généralement des propriétés du sol, des tailles des pores et de son comportement vis-à-vis du drainage.

## **B-I-2. Étude des mécanismes de la fissuration par dessiccation des sols**

Les différentes études sur le mécanisme de fissuration ont utilisé la technique d'analyse d'image afin de suivre l'amorce et la propagation des fissures à la surface d'échantillons de sol argileux. Les images prises sont généralement en 2D et permettent par corrélation d'images d'une part à identifier différents paramètres de la morphologie des fissures, tel que la longueur, la largeur et la surface, et d'autre part de remonter au champ de déformation de l'échantillon lors du séchage. Différents programmes sont utilisés pour la technique de corrélation d'image en 2D, comme par exemple VIC-2D [55] [61], CORRELI<sup>Q4</sup> [62], ou des programmes développés sur Matlab ou en utilisant les éléments finis [63] [64] [65]. Des études plus rares ont étudié les déformations dues à la dessiccation dans les trois directions de l'espace en utilisant par exemple VIC-3D [55] [66] ou en balayant la surface à l'aide d'une nappe de laser pour déterminer le tassement vertical et la profondeur des fissures [67].

### **B-I-2.1. Causes de la fissuration**

La dessiccation et la fissuration des sols argileux lors du séchage sont des phénomènes largement étudiés dans la littérature. Les différents chercheurs qui ont tenté d'étudier les mécanismes de la fissuration par dessiccation sont d'accord sur le fait que l'apparition des fissures de dessiccation se produit lorsque la limite de retrait est atteinte et les forces de traction qui s'opposent au retrait dépassent la résistance à la traction du

sol. En effet, durant le séchage, la succion augmente générant des contraintes capillaires et qui induisent des sollicitations de compression amenant l'échantillon à rétrécir [68]. Si la déformation est empêchée soit par des forces de frottement à l'interface sol-support, soit par l'hétérogénéité du sol, ou en raison de différences dans les conditions aux limites, etc., des contraintes de traction apparaissent dans le matériau et, éventuellement, conduisent à l'apparition des fissures si ces contraintes atteignent la résistance maximale à la traction du matériau. Pour démontrer ce constat, la majorité des études ont tenté d'expliquer les phénomènes de fissuration à l'aide des essais de dessiccation unidirectionnelles [69] [70] [59] [71] [72] [73].

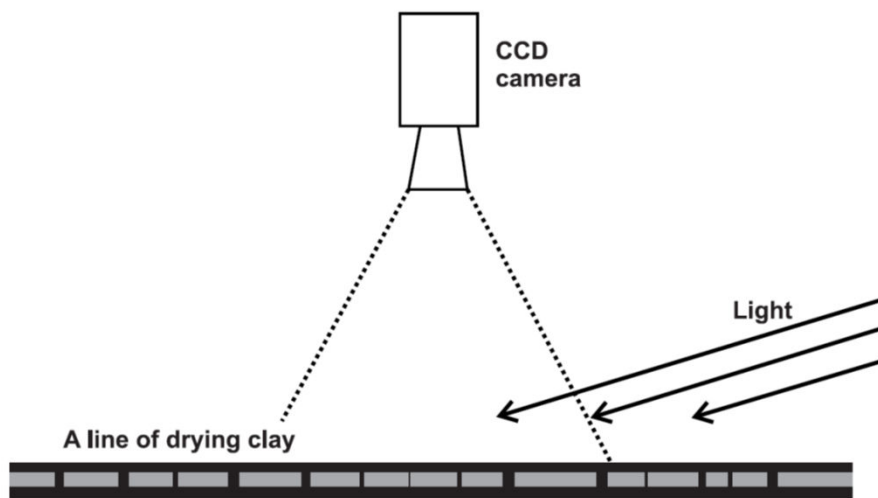


Figure 61. Etude unidirectionnelle de la fissuration de Lecocq et Vandewalle [71].

Lecocq et Vandewalle [71] ont réalisé une étude expérimentale sur une lame d'argile longue et étroite. Les fissures sont apparues perpendiculairement à la longueur de la lame en la divisant en petits segments (Figure 61). Ils ont étudié la vitesse d'ouverture des fissures et la relation entre l'ordre d'apparition et la largeur finale à la fin du séchage. Ils ont constaté que la largeur cumulative des fissures est constante tout au long du processus de fissuration, puis décroît et devient nulle lorsque le retrait est stabilisé. L'ouverture finale des fissures est inversement proportionnelle à leur ordre d'apparition. L'amorce d'une fissure a une influence sur son voisinage, sur une distance d'environ 8 mm, où la probabilité d'amorce d'une nouvelle fissure est quasi nulle. Les fissures sont alors dépendantes les unes des autres. Des essais similaires ont été effectués par Costa et al. [74].

Péron [75] a montré l'effet des contraintes présentes à l'interface support-sol sur l'amorce des fissures. Il a analysé la fissuration d'un échantillon unidimensionnel sur deux

supports, d'une part un support en téflon pour éliminer les forces de frottement, et d'autre part un support avec des encoches pour simuler un retrait restreint (Figure 62). Le retrait de l'échantillon est accompagné de fissures si le support sur lequel se trouvent les échantillons génère des frottements (support avec encoches). En effet, cette friction donne lieu à des contraintes de traction dans l'échantillon en réponse au déplacement induit par le retrait. Lorsque, dans un point la contrainte de traction atteint la valeur de la résistance à la traction de la matière, la rupture se produit.

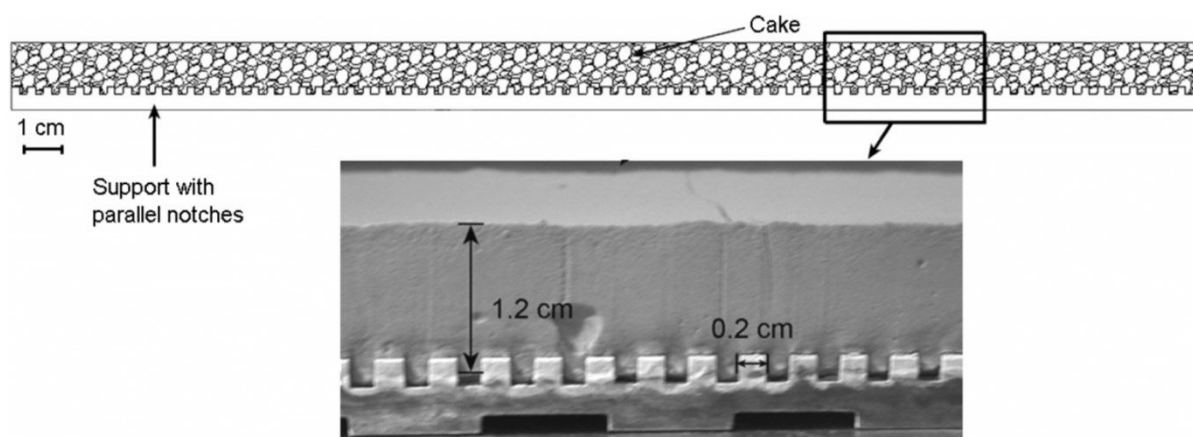


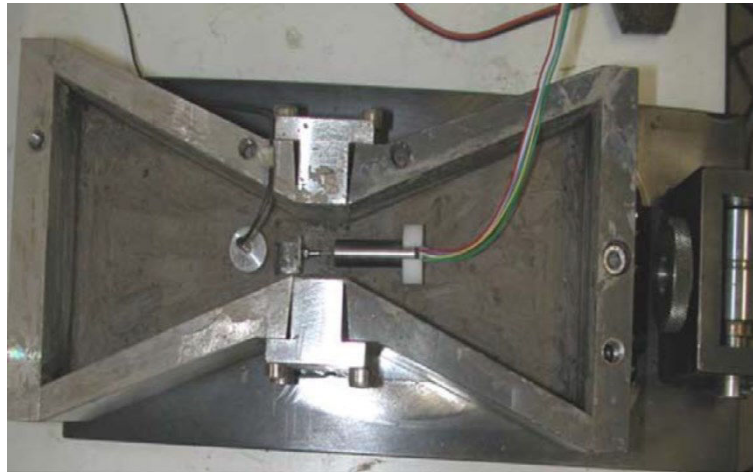
Figure 62. Etude unidirectionnelle du retrait restreint. Péron et al. [72].

### B-I-2.2. Résistance à la traction

Les contraintes « mécaniques » de traction sont donc responsables de la formation et la propagation des fissures [76] [75] [77]. Rares sont les études réalisées sur la résistance à la traction des sols, et les quelques résultats ont été résumés par Krishnayya et al. [78] comme suit :

- Les sols présentent une très faible résistance à la traction variant de 0 à quelques kPa.
- Les sols présentant une forte plasticité sont plus résistants à la traction que ceux présentant une faible plasticité.
- Dans le cas des sols compactés, une légère augmentation (2% à 3%) de la teneur en eau de l'optimum Proctor améliore la résistance du sol à la traction.

Leonards et Narain [79] ont réalisé des essais de flexion sur des poutres en argile compactées. Ils ont trouvé que la rupture a lieu pour une déformation de l'ordre de 0.05% à 0.33%. Krishnayya et al. [78] ont réalisé des essais brésiliens sur une argile de faible plasticité. Ils ont trouvé une résistance à la traction maximale de 3.5 kPa correspondant à une déformation de l'ordre de 0.2% à 3%. Ces deux études ont montré aussi que la déformation augmente avec la teneur en eau initiale des échantillons.



*Figure 63. Dispositif pour mesurer directement la résistance à la traction d'un sol [80] [80].*

Avila [80] et Wei [55] ont effectué des tests de flexion et de traction pour mesurer la résistance à la traction. Ils ont développé une nouvelle technique pour mesurer directement la résistance à la traction des sols. Le dispositif consiste à placer l'argile dans un moule composé de deux compartiments triangulaires (Figure 63). Les compartiments tirent de côtés opposés et un comparateur mesure le déplacement à leur intersection (Figure 64).

Wei [55] a étudié la résistance à la traction de trois sols argileux : une kaolinite P300, une montmorillonite et un mélange de montmorillonite avec de la kaolinite. Elle a déduit que la résistance à la traction augmente avec la diminution de l'indice de liquidité de l'échantillon (Figure 65). Pour un indice de liquidité donné, la résistance diminue lorsque le pourcentage de montmorillonite augmente. Les valeurs de la résistance à la traction obtenues varient entre 2 et 14 kPa.



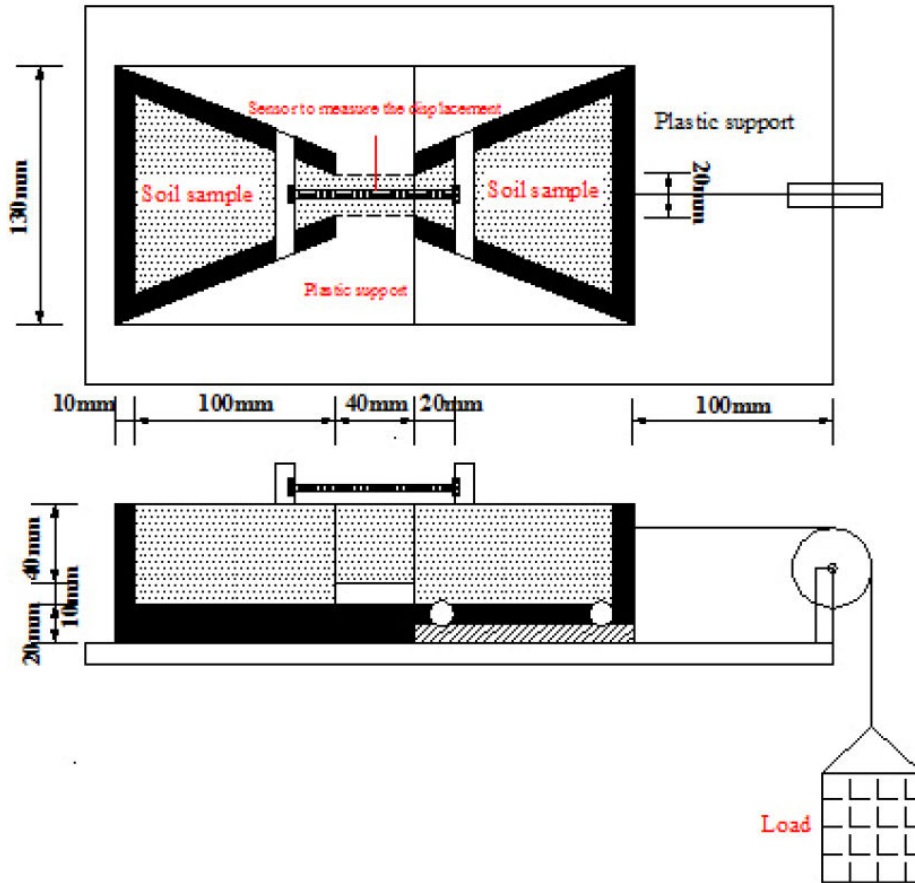


Figure 64. Schéma de principe de l'essai de traction directe sur un sol. [55]

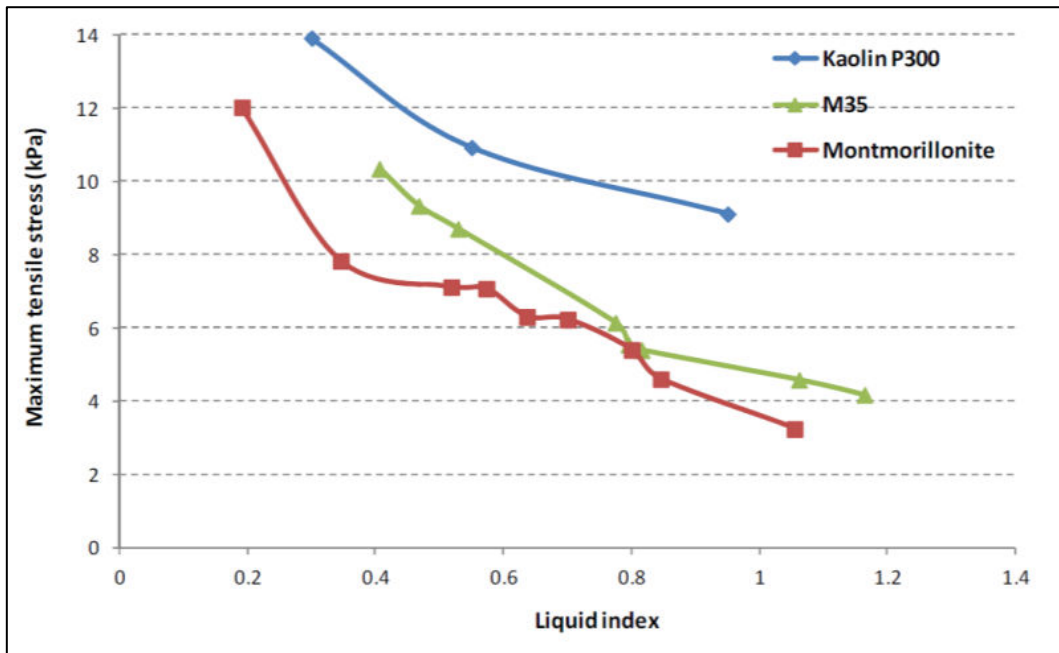
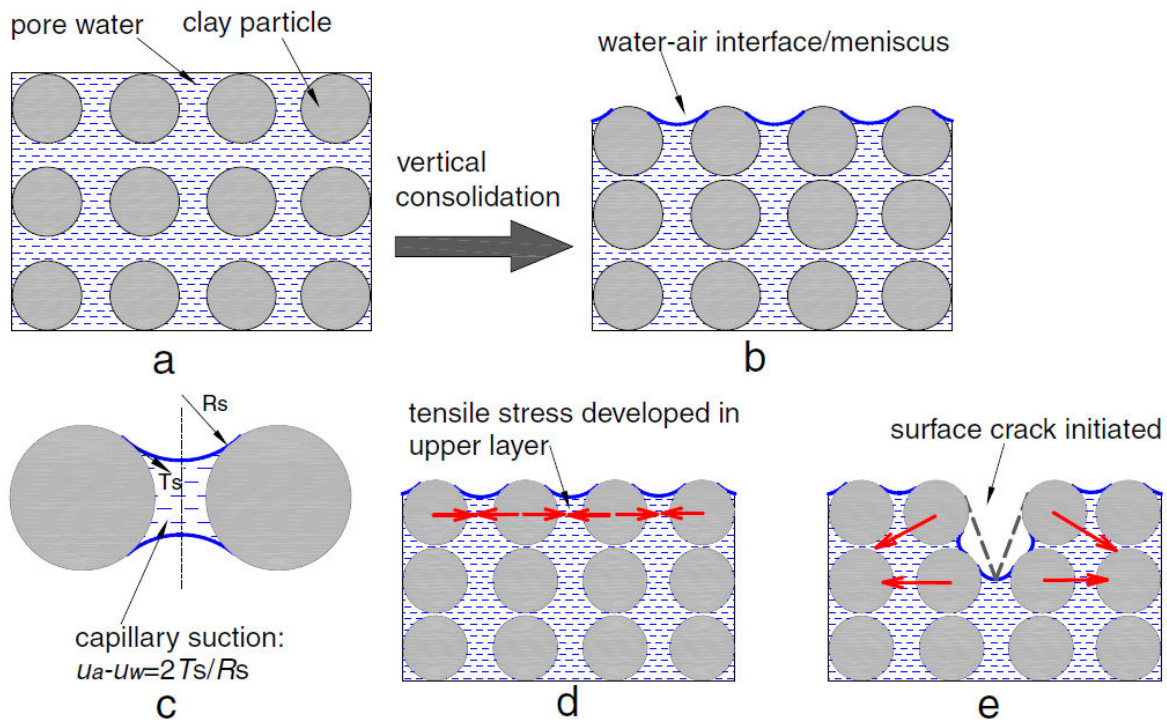


Figure 65. Variation de la résistance à la traction en fonction de l'indice de liquidité [55]

### B-I-2.3. Variation de la saturation lors du séchage

Lors du séchage, l'eau contenue dans le sol s'évapore à travers les surfaces libres en contact avec l'atmosphère [77]. Le débit est essentiellement unidimensionnel vers la surface de séchage. Des expériences [81] [82] ont montré, à l'aide des chemins de drainage, que les espaces vides restent remplis avec de l'eau jusqu'à une certaine succion appelée "la succion d'entrée d'air". Lorsque la succion augmente, l'échantillon se désature et une grande quantité d'air entre et remplit les pores vides (Figure 66).



**Figure 66.** Schéma de principe de l'amorce de la fissuration. (a) sol initialement saturé ; (b) développement du ménisque à l'interface air-eau ; (c) succion capillaire entre les particules ; (d) développement d'un effort de traction à la surface de l'échantillon ; (e) amorce de la fissure. [77]

La plupart des chercheurs étudiant les mécanismes de fissuration confirme cette hypothèse et montrent que l'apparition de la fissuration est accompagnée par la désaturation de l'échantillon ( $S_r < 1$ ) et l'entrée d'air (Figure 67) [76] [80] [75] [72] [83] [77]. D'autres chercheurs considèrent qu'il faut plutôt trouver le degré de saturation à l'endroit de l'apparition de la fissure que la saturation globale de l'échantillon [83] [84] [85]. C'est dans ce sens que Costa [86] a montré qu'une fissure peut apparaître à une faible

valeur de succion sans forcément atteindre la désaturation. En effet, une hétérogénéité locale peut induire une rupture localisée et donc l'apparition de la fissure [83] [84] [85].

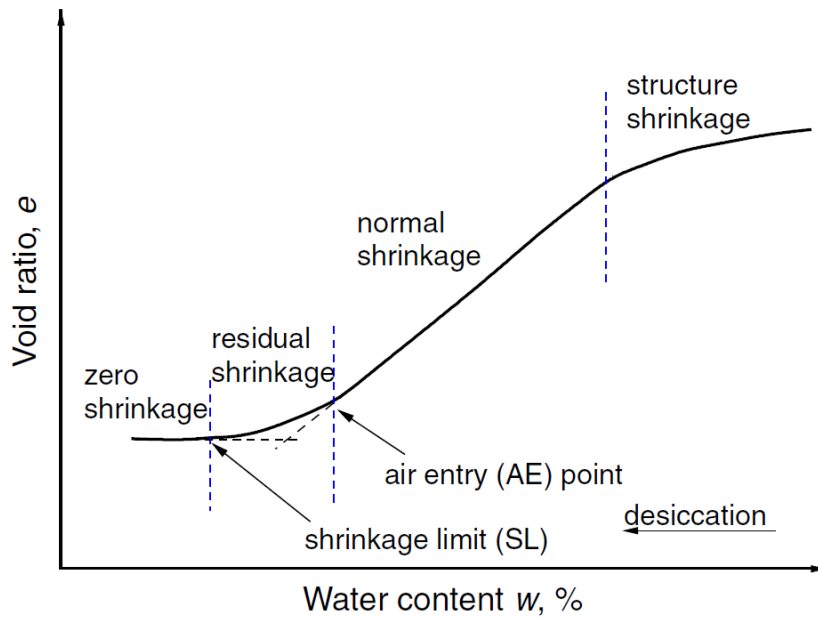


Figure 67. Evolution du retrait d'un sol naturel. [77]

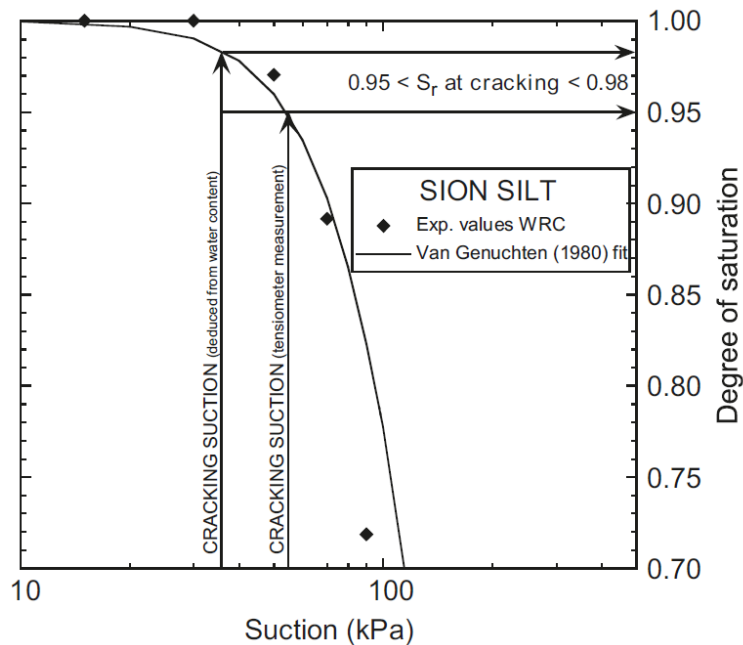
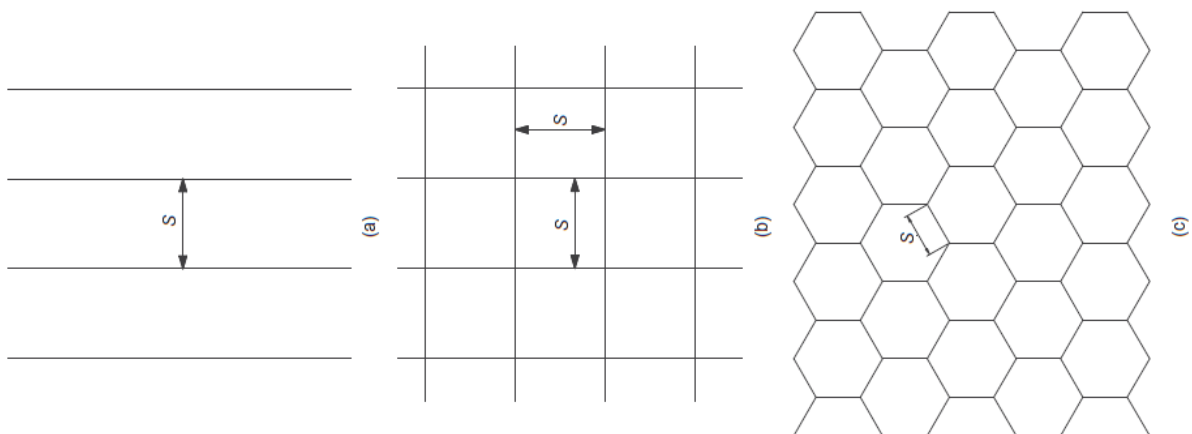


Figure 68. Degré de saturation au moment de fissuration, mesuré par un tensiomètre et déduit de la teneur en eau. (Péron et al., 2009) [72]

Péron et al. [72] ont mesuré la succion directement à l'aide d'un tensiomètre et par déduction de la courbe de rétention (Figure 68). Ils ont trouvé que la fissure apparaît pour un degré de saturation compris entre 0.95 et 0.98. Wei et al. [68] ont obtenu des résultats similaires sur deux types d'argiles, une kaolinite P300 et un mélange de bentonite. Ils ont montré aussi que les fissures se stabilisent quand la teneur en eau est proche de la limite de retrait.

#### B-I-2.4. Concept de l'énergie et des modes de rupture

Le concept de base de la propagation des fissures peut être tiré des études sur la fissuration des métaux initialisées par Griffith en 1921. Griffith [87] a déclaré qu'une fissure s'amorce et se propage uniquement si l'énergie mécanique libérée lors de la propagation de la fissure était suffisante pour provoquer la rupture. Avila [80] a utilisé ce concept pour analyser la propagation des fissures dans les sols [14].



**Figure 69. Répartition théorique des fissures de dessiccation dans un milieu idéal : (a) parallèle (b) orthogonal (c) hexagonal [85]**

D'après le concept d'énergie de rupture de Griffith, trois différents réseaux de fissures sont prévisibles (Figure 69) : des fissures parallèles, comme dans le cas unidirectionnel, des fissures orthogonales et des fissures hexagonales. Considérant une zone dans l'échantillon soumise à un champ de contrainte de traction constant, l'énergie de déformation accumulée  $G_s$  (énergie de rupture) peut être calculée comme suit, par unité de longueur [85] [88]:

- Fissures parallèles : 
$$G_s = \frac{0.5\sigma^2 S t}{E} \quad (10)$$

- Fissures orthogonales: 
$$G_s = \frac{0.5\sigma^2 S^2 t}{E} \quad (11)$$

- Fissures hexagonales: 
$$G_s = \frac{1.299\sigma^2 S^2 t}{E} \quad (12)$$

Avec :  $\sigma$  la contrainte de traction, S la surface de la zone de rupture, t l'épaisseur effective de l'échantillon et E le module d'Young.

D'après les équations précédentes, la distance entre les fissures est inversement proportionnelle au carré de la résistance à la traction et directement proportionnelle à l'énergie de rupture et le module d'Young. Or la contrainte de traction est directement liée au module d'Young. En remplaçant ce dernier, l'espacement des fissures devient inversement proportionnel au module d'Young [85].

Cependant, le comportement des géo-matériaux est élastoplastique non linéaire et nécessite des études théoriques plus générales pour comprendre la croissance des fissures [4]. Irwin [15] a constaté qu'une zone plastique se développe aux alentours de la fissure dans les matériaux ductiles.

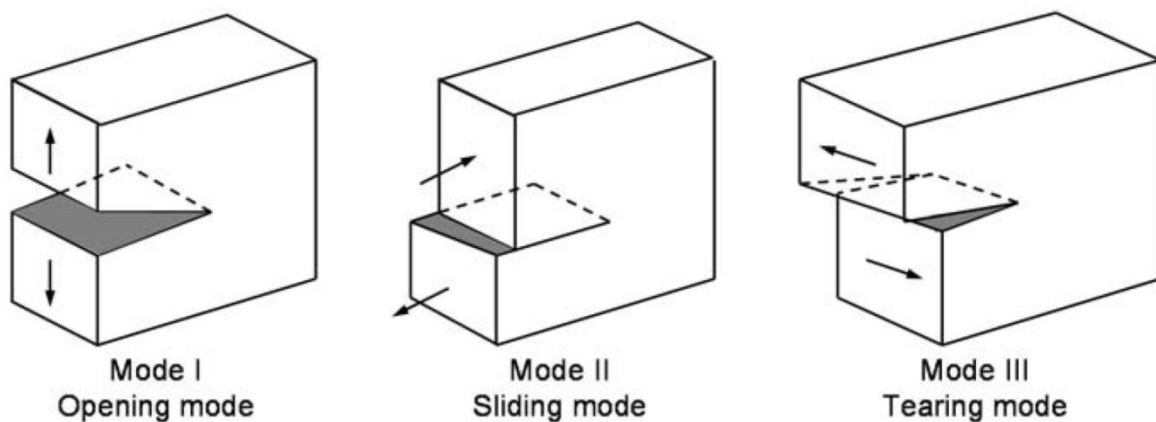


Figure 70. Trois modes de rupture durant la dessiccation. [68]

Wei et al. [68] ont suivi le champ de déformation d'une argile afin d'identifier les différents modes de rupture causant l'apparition d'une fissure. Ils ont identifié trois modes (Figure 70) :

- Mode 1 nommé mode d'ouverture,
- Mode 2 nommé mode de glissement ou cisaillement,
- Mode 3 nommé mode de déchirement détecté dans une déformation verticale de l'échantillon.

Ils ont constaté que le mode 1 est toujours présent dans une amorce de fissure, et peut être associé à l'un des deux autres modes. Les fissures apparaissent perpendiculairement à la direction des contraintes d'ouverture du mode 1 ou parallèlement à ces dernières si le mode 1 est combiné au mode 2. Cette combinaison entre le mode 1 et mode 2 provoque la bifurcation des fissures lors de leur propagation.

### **B-I-2.5. Réseau de fissures**

En général, les fissures apparaissent successivement en formant des blocs de sol et elles se croisent sous un angle généralement supérieur ou égal à  $90^\circ$  [89] [90] [84] [85]. Les différentes études cherchent à comprendre l'influence de l'homogénéité de l'échantillon et la diffusion de la teneur en eau sur cette répartition de fissures. En raison d'un processus d'optimisation de l'énergie, les fissures ont tendance à se croiser à un angle d'environ  $120^\circ$  si l'énergie de déformation est assez élevée, comme décrit dans le paragraphe précédent [76] [72] [85]. Plus l'énergie de déformation est faible plus les fissures forment un angle proche de  $90^\circ$  [91]. Une fois les fissures apparaissent à la surface de l'échantillon, elles se propagent en profondeur [67].

Vogel et al. [92] ont analysé le réseau de fissures d'une couche mince de dimensions  $240 \times 300 \times 5$  mm pour deux mélanges de sable et bentonite. Ils ont étudié la distribution des angles entre les fissures. Le mélange contenant le plus faible pourcentage d'argile présente une densité de fissuration plus faible. Cependant, la longueur cumulative des fissures est égale pour les deux mélanges à la fin du séchage. Ils ont montré qu'il existe deux valeurs optimales pour l'angle d'intersection des fissures :  $120^\circ$  obtenu pour les premières fissures

et 90° obtenu ultérieurement. Ces deux valeurs correspondent à la dissipation la plus efficace de l'énergie.

Corte and Higashi [76] ont conclu que le réseau de fissures dépend largement de l'épaisseur de l'échantillon et du support. Plus l'épaisseur est grande plus les fissures sont espacées et ouverte. Plus l'épaisseur est fine plus les fissures sont proches et moins ouvertes.

Les facteurs influant le retrait et la fissuration ont été résumé par Cauley et Kennendy [93] comme suit :

1. La densité de fissuration augmente avec le pourcentage de fine et dépend du type d'argile.
2. L'ajout d'agrégats de diamètre supérieur à 25 mm augmente la densité de fissuration.
3. La largeur des fissures ainsi que l'espace entre les fissures dépendent de la résistance à la traction, du module d'élasticité et du coefficient de frottement entre la base et le sol.
4. L'ajout de ciment augmente le retrait et la résistance à la traction. Ceci résulte par l'obtention de fissures plus large.
5. Le coefficient de frottement peut réduire la densité de fissuration.
6. La vitesse de séchage joue un rôle important. Un séchage rapide provoque des contraintes de retrait plus élevée et par conséquent une densité de fissuration plus importante.

Wei [55] a étudié l'influence de trois types de support sur le réseau de fissures : un support lisse pour des forces de frottement minimales, un support très rugueux pour des forces de frottement assez élevée et un support intermédiaire entre les deux. Elle a trouvé que pour le support lisse et le support rugueux, le retrait est limité et la densité de fissuration finale est similaire, alors que pour le support intermédiaire la densité de fissuration est plus élevée par rapport aux deux autres.

Pour Prat et Bazant [94] et Prat et al. [95] la formation des fissures dans le sol commence à partir de la surface et pénètre dans le sol jusqu'à une profondeur qui dépend des conditions aux limites.

L'analyse de la propagation des fissures en profondeur a fait l'objet de différentes recherches récentes. Marcelo et al. [67] ont analysé la surface d'un échantillon soumis à la dessiccation à l'aide d'un appareil laser de profil 2D (Figure 71). Ils ont suivi le changement du volume ou retrait volumétrique, le tassement vertical de l'échantillon, la variation de la teneur en eau et la morphologie du réseau des fissures.

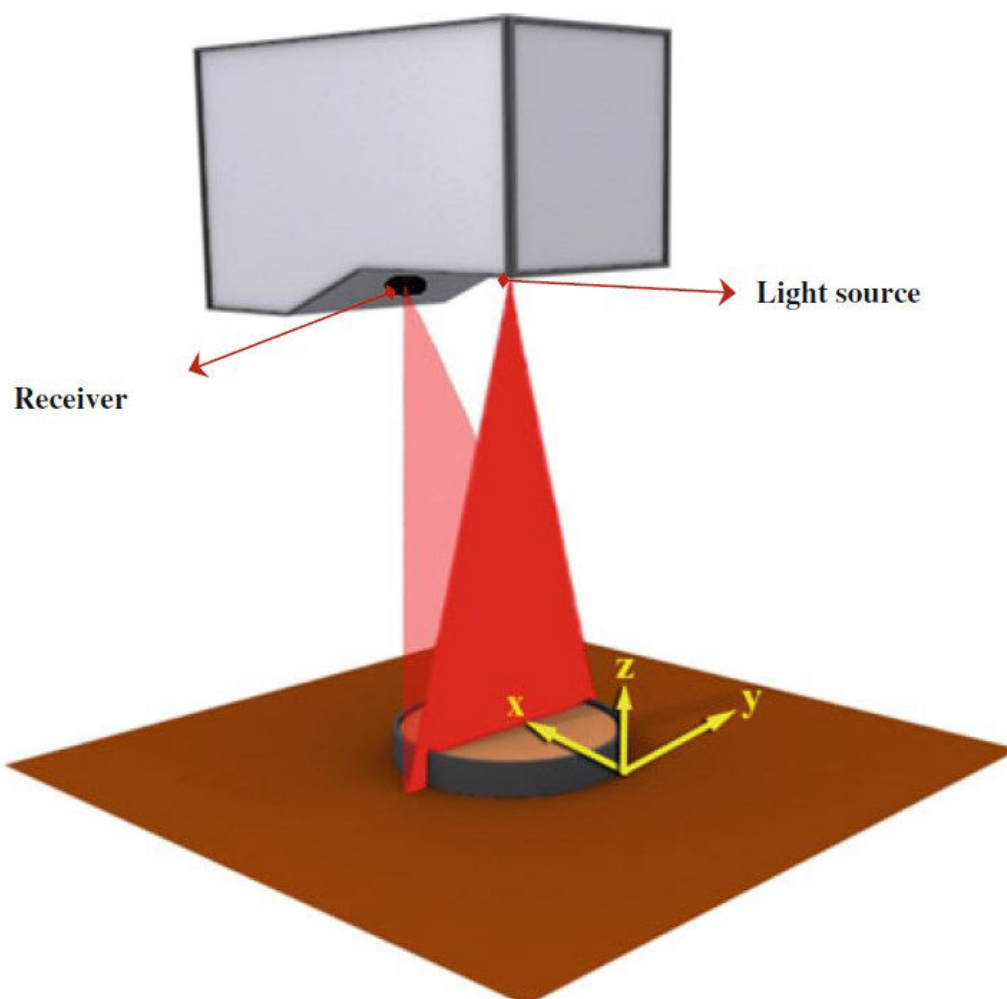


Figure 71. Etude de la fissuration par balayage de la surface à l'aide d'un laser Marcelo et al. [67]



### B-I-3. Cas du béton de ciment

Dans ce qui précède nous avons synthétisé les mécanismes de fissuration par dessiccation dans le cas d'un sol. Le retrait des sols est dû uniquement à l'évaporation de l'eau présente dans les interstices par dessiccation. Le sol contraint alors par ses conditions aux limites génère des contraintes de traction. Lorsqu'il atteint sa résistance à la traction il fissure.

Nous allons à présent nous intéresser au cas du béton de ciment afin de tenter de comprendre l'effet de l'ajout des liants sur la fissuration des sols. Le béton de ciment est composé de grains plus ou moins inertes, tel que le sable et les graviers naturels, liés par une pâte résultant de l'hydratation du ciment. L'eau de gâchage ajoutée dans un béton doit être suffisante pour hydrater les liants et avoir une bonne maniabilité du matériau pour sa mise en œuvre sur chantier. Tout excès d'eau dans la formulation du béton provoque sa fragilisation en augmentant sa porosité. C'est pourquoi les études sur le béton s'intéressent au rapport E/C entre la masse d'eau et la masse du ciment ajoutée.

Dans la littérature on parle en général de cinq types de retrait dans le cas du béton, le retrait plastique suivi d'un retrait thermique, le retrait endogène ou retrait chimique, le retrait par carbonatation et le retrait par dessiccation [96]. Le retrait plastique concerne la perte en eau lors du coulage du béton à jeune âge, le retrait endogène est dû à la consommation d'eau par les réactions chimiques lors de l'hydratation du ciment, le retrait de carbonatation est dû aux réactions chimiques des produits cimentaires avec le dioxyde de carbone, et le retrait par dessiccation est le retrait dû au séchage du béton durci (Figure 72). Nous nous intéressons dans cette synthèse uniquement au retrait endogène et par dessiccation.

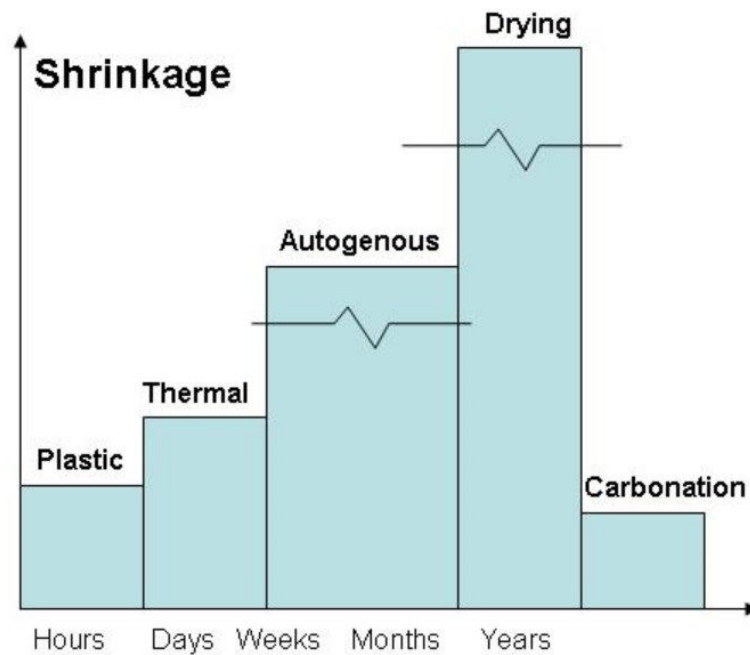


Figure 72. Différents types de retrait dans les bétons de ciment et leur intensité [97].

### B-I-3.1. Retrait chimique ou endogène

Le retrait endogène est accompagné du retrait chimique correspondant à la perte en volume des produits cimentaires résultant de l'hydratation du ciment. Cette perte en volume est définie par « Contraction Le Chatelier ». Cette diminution de volume absolu peut atteindre 10% du volume initial à hydratation complète dépendant de la densité des hydrates cimentaires formés [98].

Lors de l'hydratation du ciment et la formation de la matrice cimentaire, la contraction Le Chatelier cause l'apparition de pores gazeux initialement saturés par de l'eau générant une dépression capillaire, d'où le terme employé généralement pour désigner le retrait endogène, « retrait d'auto-dessiccation » [99].

Les fissures peuvent apparaître dans un béton jeune à cause d'un séchage rapide. L'intensité du retrait endogène augmente inversement au rapport E/C. Ainsi, les bétons dont le rapport E/C dépasse 0,5 ont un retrait endogène très faible alors que les bétons à hautes performances ont un retrait endogène non négligeable [96]. Le retrait endogène apparaît surtout dans le cas où le rapport E/C est faible (inférieur à 0.45) et le pourcentage de ciment est assez élevé. Il est plus important dans le cas du béton à haute performance.

Donc le rapport E/C est le paramètre majeur influençant le retrait endogène. En effet, plus le E/C est faible, plus l'amplitude du retrait endogène est grande et plus le retrait commence au jeune âge [98] (Figure 73). Ce phénomène est expliqué par le fait que la diminution de l'humidité relative interne est d'autant plus intense à faible rapport E/C, spécialement au jeune âge [98].

La composition du ciment influence aussi l'évolution du retrait endogène. Plus le ciment est fin, plus le développement du retrait endogène est accéléré ainsi que la consommation de l'eau interne.

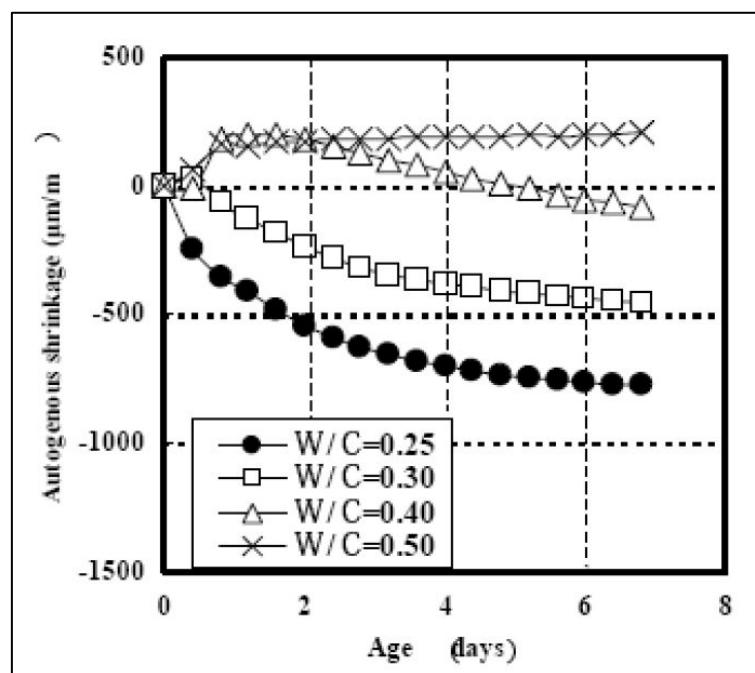


Figure 73. Influence du rapport E/C sur le retrait endogène de la pâte de ciment [98] [99].

La variation du retrait endogène et du retrait par dessiccation avec l'âge du béton est présentée sur la Figure 74 pour deux types de béton, classique (photo(a)) et haute performance (photo (b)) [96].

Dans le cas d'un béton classique avec un rapport E/C supérieur à 0.5, on peut négliger le retrait endogène et s'intéresser uniquement au retrait par dessiccation car la déformation du retrait endogène varie entre 0.02 et 0.11% ce qui correspond à 10 à 20% du retrait total [100]. Tandis que dans le cas d'un béton de haute performance, pour un E/C faible, le retrait endogène ne peut pas être négligé et nous devons analyser les deux types de retrait indépendamment.

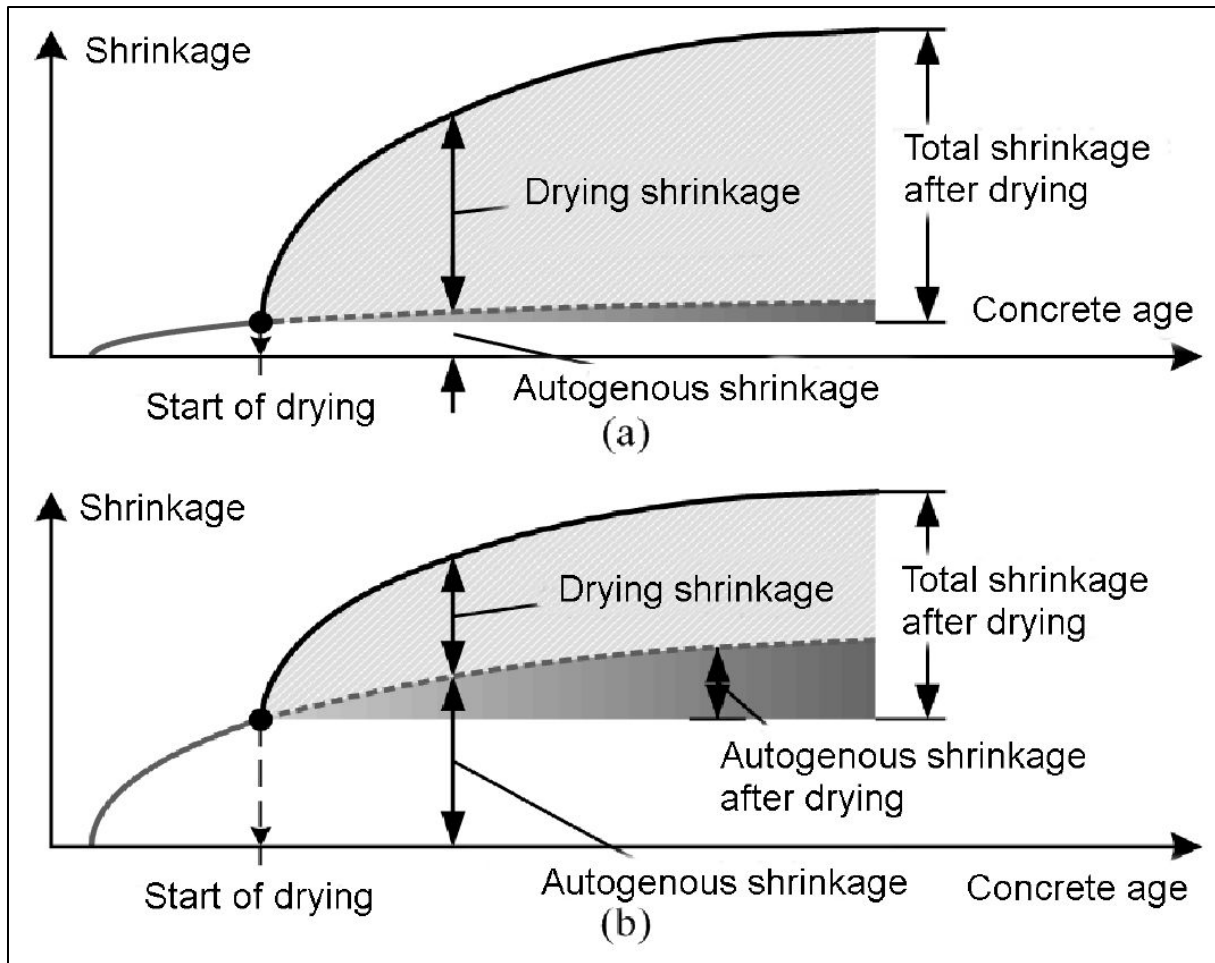


Figure 74. Variation du retrait d'un béton classique (a) et d'un béton à haute performance (b)  
[101]. [96]

### B-I-3.2. Le retrait par dessiccation

Lors de la prise du ciment, les réactions d'hydratation sont exothermiques et il s'en suit une dilatation du béton suivit d'un refroidissement du matériau. La cause première de cet échauffement est la formation d'étringite. Une fois la prise faite, la baisse de température du béton produira une rétractation. Cette phase est accompagnée d'un premier retrait nommé le retrait thermique [98].

Le retrait par dessiccation est plus lent que le retrait endogène et se poursuit à long terme selon les conditions environnant le béton. Ce retrait est relié directement à la perte d'eau présente dans les pores formés entre les grains et dans les micros pores du gel des produits cimentaires C-S-H. Le retrait est plus élevé pour une température ambiante plus élevée, pour une humidité relative plus faible et pour une ventilation élevée du béton [102].

Le retrait par dessiccation augmente avec la teneur en eau. Un béton avec un rapport E/C élevé contient une quantité d'eau plus élevée. Il a alors une résistance plus faible et un module d'élasticité plus faible [103]. C'est pourquoi le rapport E/C influe sur le retrait par dessiccation d'un béton (Figure 75). Plus le rapport E/C est élevé plus le retrait par dessiccation est élevé contrairement au retrait endogène qui est inversement proportionnel au rapport E/C.

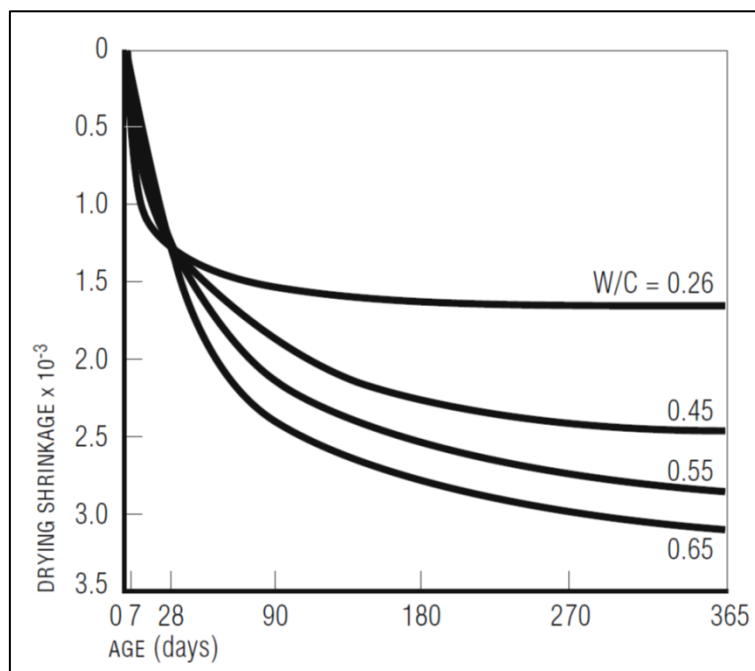


Figure 75. Effet du rapport E/C sur le retrait par dessiccation d'une pâte de ciment [103].

### B-I-3.3. L'ajout des granulats

Les granulats naturels ajoutés dans le béton, tel que le gravier, ont en général un rôle dans la réduction du retrait de la pâte de ciment [104]. Un béton classique contenant du gravier et du sable présente un retrait plus faible qu'un mortier contenant que du sable. Une pâte de ciment présente un retrait davantage plus élevé que le béton et le mortier (Figure 76). En effet, les granulats freinent le retrait de la pâte du ciment s'ils présentent un retrait plus faible que celui de la pâte [104].

Le retrait des granulats est lié directement à leur capacité d'absorption. Plus les granulats ont une absorption élevée, plus ils ont tendance à avoir un retrait conséquent. C'est le cas des granulats de béton recyclé. L'ajout des granulats de béton recyclé au béton classique induit un retrait plus élevé du béton [105] [106].

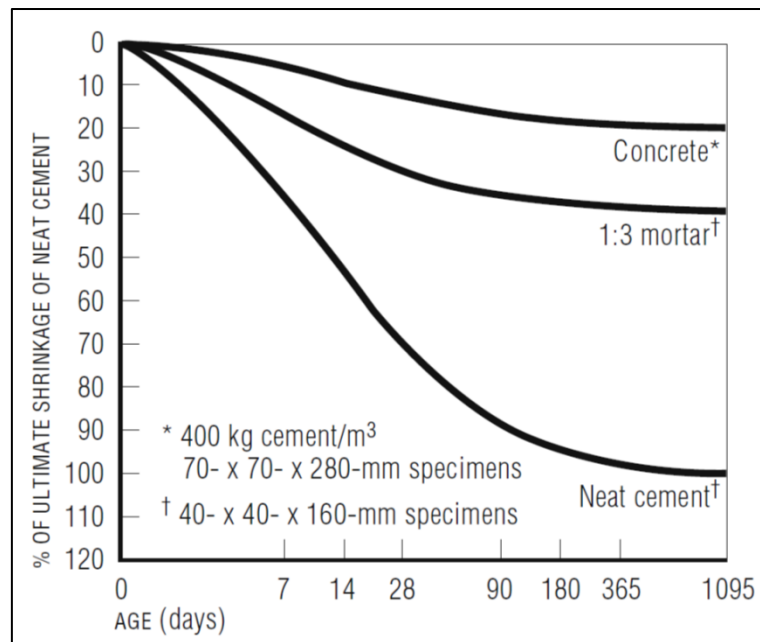


Figure 76. Comparaison du retrait par dessiccation d'un béton, d'un mortier et d'une pâte de ciment [103].

#### B-I-3.4. L'ajout d'adjuvant

L'ajout des adjuvants à la formulation d'un béton a pour but de faciliter la mise en œuvre du béton sur chantier, soit en retardant la prise, soit en réduisant la quantité d'eau de gâchage ajoutée. En effet, le super plastifiant, réducteur d'eau, a pour rôle d'apporter des charges négatives autour des grains de ciment qui vont se repousser. D'autre part, l'ajout des adjuvants a des influences sur le retrait selon le type d'adjuvant ajouté [107].

#### B-I-4. Synthèse

La dessiccation d'un géomatériau poreux, initialement humide s'accompagne d'un retrait volumétrique. Ce retrait est dû à des contraintes capillaires générées par la succion exercée par l'eau en dépression, présente dans les pores. Ces contraintes sont assimilées à des contraintes de traction. Lorsque le milieu atteint localement sa résistance à la traction, la rupture a lieu, d'où l'apparition des fissures.

La dessiccation d'un sol argileux est due uniquement à la diffusion de l'eau quittant les pores du sol vers l'environnement ambiant. Différentes études ont tenté d'expliquer la dessiccation d'un sol. Nous pouvons en conclure que : (i) le retrait avant rupture s'effectue à une saturation proche de 1, (ii) les fissures apparaissent uniquement si le retrait est

restreint par les conditions aux limites ou par des inclusions locales, et (iii) que le réseau de fissures dépend de l'énergie emmagasinée par le milieu lors du phénomène de séchage dépendant de plusieurs paramètres tel que la température, l'humidité relative, la géométrie du milieu, etc...

L'ajout des liants à un sol, cas du béton de terre par exemple, a pour conséquence le développement d'un retrait chimique dit endogène ou auto-dessiccation précédant la dessiccation par séchage. L'auto-dessiccation dépend fortement du rapport E/C et du type de ciment utilisé. Elle est inversement proportionnelle au rapport E/C et peut être négligée pour une valeur supérieure à 0.5. Le rapport E/C a aussi une influence sur la dessiccation par séchage. Cette dernière est proportionnelle à ce rapport. L'ajout des granulats peut réduire le retrait si les granulats ajoutés présentent un coefficient d'absorption faible et un retrait inférieur à celui du milieu initial. Certains adjuvants ajoutés ont pour rôle de réduire la quantité d'eau de gâchage ajoutée dans la formulation. Cependant, ils peuvent avoir des conséquences importantes sur le retrait final du milieu.

Certains chercheurs ont essayé de modéliser le phénomène de fissuration par dessiccation pour prédire l'initiation et la propagation des fissures dans un milieu granulaire [108] [109] [71] [75] [110] [111]. Dans ce travail de thèse, nous ne nous sommes pas intéressés à la modélisation de ce phénomène car notre étude est essentiellement expérimentale et concerne un nouveau matériau de construction à base de terre crue, composé d'un sol argileux avec ou sans granulats et traité aux liants. Le but principal de notre travail est de comprendre le phénomène de fissuration dans ce nouveau matériau et de minimiser si possible l'apparition des fissures et leur densité.

## Chapitre -II- MATÉRIAUX ET MÉTHODES

### B-II-1. Matériaux

Les matériaux utilisés pour l'étude des mécanismes de fissuration du béton de terre sont le limon naturel extrait de travaux de terrassement (décrit dans la partie I au paragraphe A-II-3.1 page 41), des granulats de béton recyclé, la chaux et/ou le ciment (décrits dans la partie I au paragraphe A-II-3.3 page 51), un adjuvant et deux types de renfort: la fibre de lin végétale et une maille de fibre synthétique.

Le sol est initialement séché et tamisé à 4 mm, puis il est humidifié avec une teneur en eau moyenne de l'ordre de 1,5  $W_L$ . Puis il est laissé reposer pendant 24h pour obtenir une boue homogène.

Les granulats de béton recyclé, nommé RCA, sont extraits de la démolition des ouvrages en béton. Ils sont ensuite triés et broyés. On obtient ainsi des granulats avec une granularité variant de 0 à 31 mm (Figure 77).



*Figure 77. Granulats de béton recyclé RCA*



### B-II-1.1. Adjuvant

Dans sa formulation, Cematerre contient un adjuvant afin de réduire la quantité d'eau de gâchage. L'adjuvant dénommé « Tempo 10 » est un réducteur d'eau de haute gamme. Il est composé essentiellement d'un copolymère acrylique. Sa fiche technique est décrite dans le Tableau 7.

*Tableau 7. Fiche Technique du Tempo 10 [112]*

Densité	pH	Cl <sup>-</sup> (%)	Na <sub>2</sub> O <sub>eq</sub> (%)
1.06 ± 0.01	4 ± 1	≤ 0.1	≤ 1

Différents tests ont été effectués par l'entreprise Cematerre afin de choisir l'adjuvant qui réduira le mieux le retrait de ce nouveau béton de terre crue. "Tempo 10" était sélectionné. Il est ajouté avec l'eau de gâchage à hauteur de 1.48% ± 0.01 de la masse d'eau ajoutée. Le but est d'obtenir une bonne ouvrabilité du mélange et d'assurer un affaissement S3 correspondant aux recommandations de EN 206-1.

### B-II-1.2. Fibre végétale de lin

Les fibres utilisées sont des fibres de lin végétales provenant de la région de Normandie (Figure 78).



*Figure 78. Fibres végétales de lin*

Tableau 8. Propriétés mécaniques des fibres végétales de lin. [113]

$\rho$ (Mg/m <sup>3</sup> )	E (GPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)
1.4	40-85	800-2000	2.4-3.3

Ces fibres de lin offrent de bonnes performances. Leurs propriétés mécaniques (la masse volumique  $\rho$ , le module d'Young E, sa résistance ultime maximale  $\sigma_u$  et sa déformation ultime  $\epsilon_u$ ) sont énumérées dans le Tableau 8. Les fibres sont coupées en tiges de 7 cm de longueur.

### B-II-1.3. Fibre synthétique

Le renfort synthétique utilisé est un treillis en plastique. Sa masse volumique est égale à 0.93 Mg/m<sup>3</sup>. Le maillage a une forme de losange. Son côté est de 8 mm et les diagonales sont 13 mm et 10 mm (Figure 79).

Les essais de traction ont été effectués sur une fibre élémentaire (5 cm de longueur et de diamètre 0.63 mm) afin d'identifier les propriétés mécaniques de la fibre synthétique utilisée (Figure 80). Les résultats sont présentés dans le Tableau 9.

Tableau 9. Propriétés mécaniques de la fibre synthétique

$\rho$ (Mg/m <sup>3</sup> )	E (GPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)
0.93	0.5	767	541

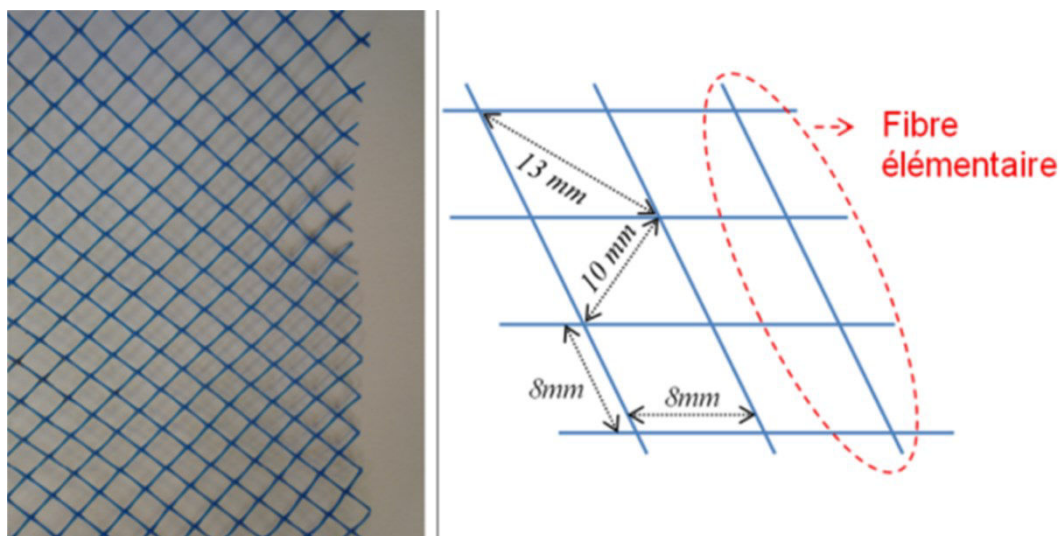


Figure 79. Maillage de fibre synthétique

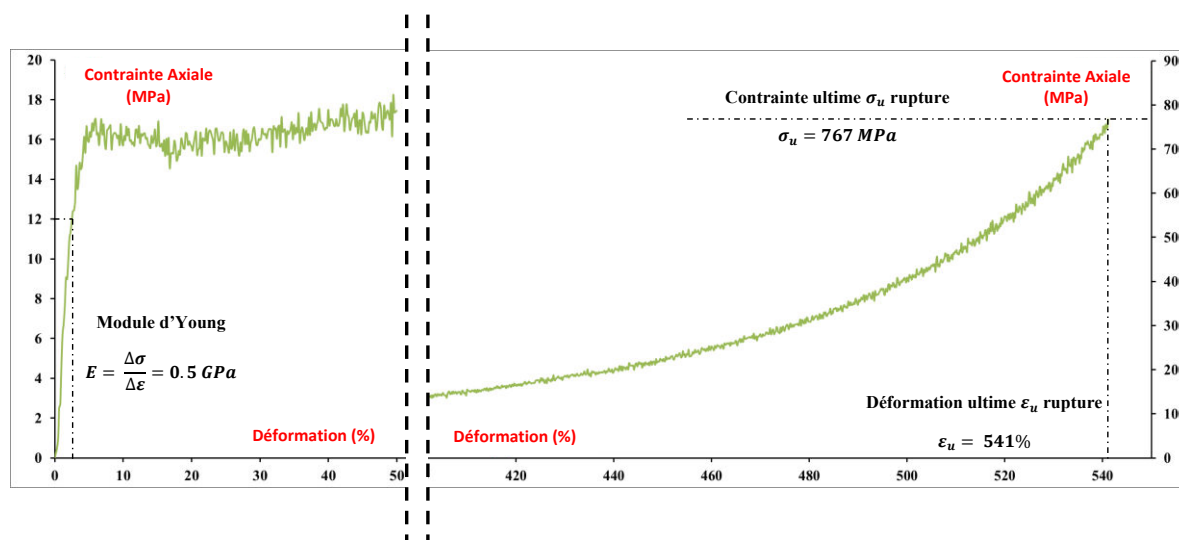


Figure 80. Essais de traction sur une fibre élémentaire de la maille synthétique.

## B-II-2. Méthodes

L'étude de la fissuration nécessite la compréhension des mécanismes de retrait par dessiccation due à la succion et les déformations non homogènes qu'elle entraîne. Pour cela, on a réalisé deux types d'expériences indépendantes et complémentaires : les chemins de drainage-humidification sous contraintes mécaniques nulles et l'analyse d'image des échantillons au cours du séchage.

Le chemin de drainage-humidification permet de caractériser le comportement du sol au cours d'un cycle de séchage et d'humidification [82]; une relation entre la teneur en eau, le degré de saturation, l'indice des vides et la succion peut être ainsi établie. L'analyse d'images a été effectuée sur des échantillons carrés en 2D afin d'analyser le champ de déformation dû au retrait avant fissuration et aussi l'apparition du réseau de fissures et sa propagation.

Par ailleurs, des essais de retrait linéaire, de porosimétrie, de résistance à la flexion et à la compression simple et des mesures de module d'élasticité par propagation des ondes sonores ont été réalisés pour mettre en évidence les relations entre différents paramètres tel que le temps de cure, l'ajout de granulats, etc...

### B-II-2.1. Chemins de Drainage-Humidification

Le principe de la technique expérimentale consiste à imposer une succion ou pression négative à l'eau interstitielle du matériau pour le ramener à une humidité d'équilibre imposée. Ceci requiert l'utilisation de dispositifs expérimentaux permettant d'imposer la succion dans une très large gamme. Trois techniques complémentaires d'imposition ont été sélectionnées pour permettre de balayer une gamme de succion variant de quelques kPa à plusieurs centaines de MPa : la méthode des plaques tensiométriques, la méthode osmotique et la technique des solutions salines saturées. [82]

#### B-II-2.1.1. Plaques tensiométriques

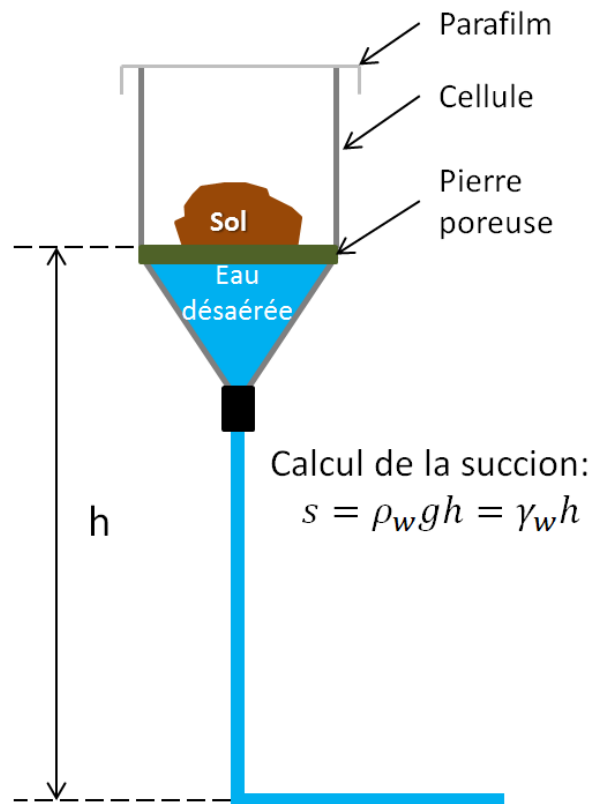


Figure 81. Schéma de principe des plaques tensiométriques.

Pour des succions inférieures à 20 kPa, les échantillons sont placés sur des plaques tensiométriques, dans lesquelles l'eau est mise en tension par rapport à l'air, à la pression atmosphérique. Le principe consiste à mettre l'eau d'un échantillon sous tension en le mettant au contact d'une pierre poreuse céramique saturée d'eau, connectée à un récipient d'altitude variable (Figure 81). Une pression d'eau interstitielle négative (par rapport à la

pression atmosphérique) est développée. Elle est déduite de la différence de hauteur entre l'échantillon et l'extrémité libre de la colonne. Ce système permet d'avoir une excellente précision aux très faibles succions, entre 0 et 25 kPa (2.5 m d'eau).

### B-II-2.1.2. Solutions osmotiques

Le principe de la méthode osmotique consiste à mettre en contact l'échantillon de sol avec une solution de PEG 6000 préparée à différentes concentrations. L'échantillon de sol est séparé de cette solution à l'aide d'une membrane d'hémodialyse de diamètres des pores de l'ordre de 40 Å permettant l'échange de molécules d'eau entre l'échantillon et la solution, et empêchant le passage des macromolécules de PEG 6000. La valeur de succion dépend de la concentration de la solution. C'est une méthode qui permet d'imposer des succions comprises entre 0.05 et 8.5 MPa (Figure 82).

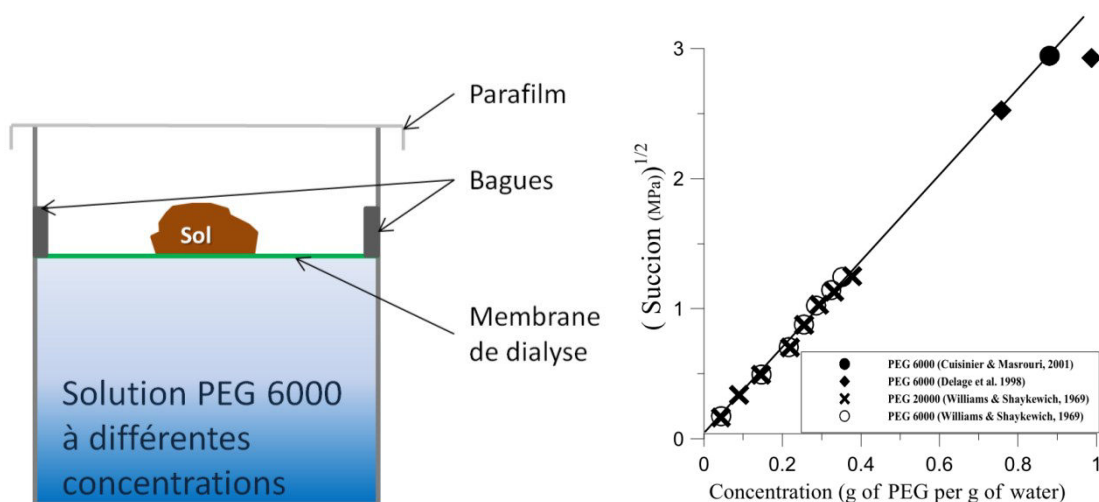


Figure 82. Schéma de principe des solutions osmotiques.

### B-II-2.1.3. Dessiccateurs à solutions salines saturées

Le principe général de cette technique d'imposition de la succion par phase vapeur est basé sur la loi de Kelvin. La méthode consiste à placer un échantillon du matériau poreux dans une atmosphère (enceinte hermétique) à humidité contrôlée imposée par une solution saline saturée (Figure 83). Les transferts d'eau s'effectuent sous forme de vapeur entre l'échantillon et l'atmosphère du dessiccateur jusqu'à l'équilibre.

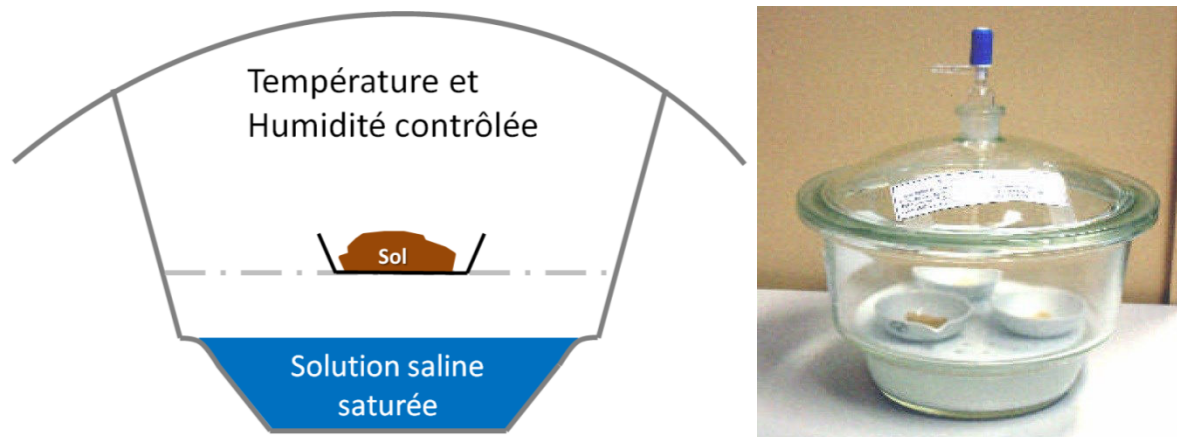


Figure 83. Dessiccateur à solution saline saturée.

### B-II-2.2. Technique d'analyse d'image

Durant le processus de séchage des échantillons, des photos sont prises à l'aide d'un appareil photo avec une bonne résolution. L'appareil utilisé dans notre montage est un Canon 600D avec un objectif Macro. L'appareil est fixé sur un statif fixe. La mise au point de l'objectif est effectuée manuellement au début de chaque expérience et reste la même tout au long de l'essai. Les photos sont prises à des intervalles de temps constants sous forme de photo monochromatique, en niveaux de gris, afin de faciliter l'analyse des images par les logiciels de traitement.

Les échantillons sont éclairés à l'aide de deux lampes fluos fournissant un éclairage froid afin de ne pas perturber la température ambiante de séchage des échantillons. La Figure 84 montre le montage mis en place pour la prise des photos.



*Figure 84. Banc d'essai pour analyse d'image. Statif-Appareil photo-Eclairage*

#### **B-II-2.2.1. Analyse de la déformation avant fissuration**

La déformation de l'échantillon avant l'apparition des fissures est analysée avec un logiciel de corrélation d'image nommé « VIC-2D ». Ce logiciel permet d'obtenir un champ de déformation bidimensionnel de la surface de l'échantillon. L'échantillon doit être préparé avec un motif de points aléatoire à la surface (aspect moucheté) pour permettre au logiciel de calculer les déplacements des différents points. Le logiciel analyse la différence entre les pixels des différentes images et les corrèle pour dériver le champ de déplacement et le champ de déformation.

L'aspect moucheté nécessaire pour pouvoir effectuer la corrélation d'image est difficile à obtenir. En effet, l'utilisation habituelle de gouttelettes de peinture pulvérisée à l'aide d'un aérosol ne fonctionne pas très bien avec notre matériau qui est initialement sous forme de pâte saturée d'eau. Comme alternative, nous avons testé différentes solutions comme la pulvérisation de paillettes, sans succès. Finalement, nous avons trouvé la solution en utilisant de fines particules de PVC de diamètre  $D_{50} = 0.17$  mm.

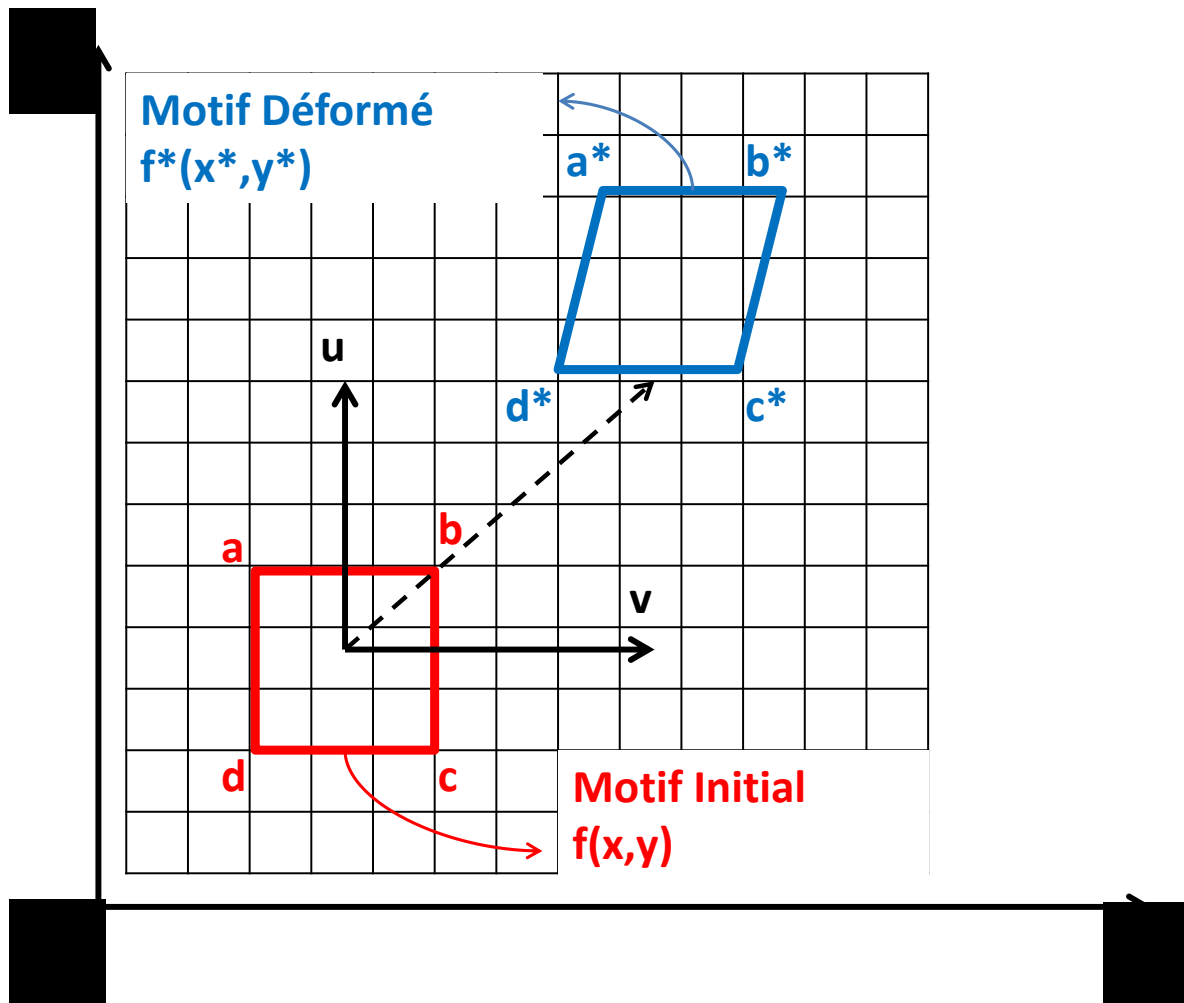


Figure 85. Déformation d'un motif

Une image digitale prise en mode monochromatique, sur une échelle de gris, présente des valeurs de pixels variant de 0 à 255. Un groupe de pixels est appelé motif et son déplacement est considéré comme homogène. Les motifs sont décrits par une fonction discrète notée  $f(x,y)$ . Pendant le séchage, cette fonction est transformée en une autre fonction discrète notée  $f^*(x^*,y^*)$  qui représente la relation théorique entre les deux fonctions discrètes [114]:

$$f^*(x^*,y^*) - f(x+u(x,y), y+v(x,y)) = 0 \quad (13)$$

$u(x,y)$  et  $v(x,y)$  représentent le champ de déplacement pour un motif. La Figure 85 présente cette relation.



Avec les résultats de VIC-2D,  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$  sont calculés. Les déformations principales majeures et mineures  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  et l'angle de la déformation majeure principale  $\theta$ , peuvent être calculés comme suit :

$$\varepsilon_1 = \frac{\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22}}{2} + \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_{11} - \varepsilon_{22}}{2}\right)^2 + \varepsilon_{12}^2} \quad (14)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22}}{2} - \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_{11} - \varepsilon_{22}}{2}\right)^2 + \varepsilon_{12}^2} \quad (15)$$

$$\theta = \frac{1}{2} \operatorname{arctg} \frac{2\varepsilon_{12}}{\varepsilon_{11} - \varepsilon_{22}} \quad (16)$$

#### B-II-2.2.2. Analyse de la fissuration et son évolution

A partir d'une certaine déformation de retrait, l'échantillon fissure. L'apparition des fissures rend le milieu discontinu et perturbe la corrélation d'image. On commence alors à suivre l'évolution des réseaux de fissures qui apparaissent et à analyser leur morphologie : surface totale ou densité de fissures, longueur, orientation, ouverture, etc... L'analyse de la morphologie des fissures a nécessité le développement d'un programme sous Matlab, en collaboration avec le laboratoire LEM3 de l'université de Lorraine. Par ailleurs, cette analyse a été comparée avec celle obtenue à l'aide d'un autre logiciel nommé « ImageJ ».

L'identification des fissures s'effectue en définissant une valeur entre 0 et 255 sur le niveau de gris. Cette valeur correspond au seuil de fissuration. Chaque pixel qui possède une valeur inférieure à cette limite est considéré comme une fissure. L'image est ensuite convertie en image binaire possédant deux valeurs : 0 pour le noir et 1 pour le blanc. Les paramètres morphologiques sont alors mesurés et la densité de fissuration calculée. La densité de fissuration est nommée « Crack Ratio » et notée CR. Elle est égale au rapport entre la surface totale des fissures et la surface totale de l'échantillon.

$$CR = \frac{\text{Surface de fissures}}{\text{Surface de l'échantillon}} \quad (17)$$

L'identification des fissures avec le logiciel ImageJ est manuelle et permet une identification précise des fissures. Vu le nombre considérable de photos à traiter par essais, cette technique est lente. C'est pourquoi nous avons développé notre propre logiciel qui permet une identification automatique des fissures et de leurs morphologies.

### **B-II-2.2.3. Spécificités du Programme Local**

Les images sont segmentées en zones fissurées et zones non fissurées en utilisant la technique dite « Sobel » pour la détermination du seuil. Au cours du séchage, le niveau de gris de la matrice du sol varie avec la diminution de la teneur en eau. Par conséquent, le seuil varie d'une image à l'autre. Il est calculé pour chaque image et optimisé en utilisant un facteur prédéfini au début de chaque série d'expériences.

Les photos segmentées sont ensuite filtrées en plusieurs étapes afin d'obtenir une détection avec un minimum d'erreurs possibles. Nous considérons pour chaque élément détecté une ellipse avec un axe majeur et un axe mineur et une surface. Nous comparons le rapport des axes par rapport à un seuil prédéfini, ainsi que la valeur de la surface. Ainsi nous pouvons éliminer toute détection parasite ne correspondant pas à une fissure. Entre chaque filtrage, les éléments sont dilatés puis érodés pour permettre à des éléments constituant une même fissure de se rejoindre et de former un même élément. L'Annexe présente les différents Scripts codés dans ce programme ainsi qu'une explication détaillée du code.

Suite à la segmentation des images, on peut calculer en fonction des nombres de pixels la longueur et l'orientation des fissures. Le Crack Ratio ou densité de fissuration est également calculé. Cette technique est automatique et permet de traiter l'ensemble des images de l'expérience (600 photos par exemple) rapidement. Le programme est développé sous Matlab.

A titre d'exemple, la Figure 86 présente la variation de la densité de fissuration en fonction de la variation de la teneur en eau pour un échantillon de limon. Le graphe présente les résultats des deux techniques d'analyse présentées ci-dessus (ImageJ et le Programme Local) et compare le résultat de leur traitement d'image sur le même échantillon. La première technique est manuelle, en utilisant ImageJ, et la seconde est automatique, en utilisant le programme local développé. La technique automatique traite

un grand nombre de photos alors que la technique manuelle ne peut pas traiter plus qu'une douzaine de photos, car elle nécessite beaucoup plus de temps. À titre d'exemple, le traitement de la photo d'un échantillon fissurée nécessite en moyenne 30 min avec ImageJ (nettoyage de la photo et binarisation), alors que la même analyse nécessite à peine quelques secondes avec le Programme Local. D'autre part, compte tenu des incertitudes, l'ordre de grandeur du résultat final est presque le même.

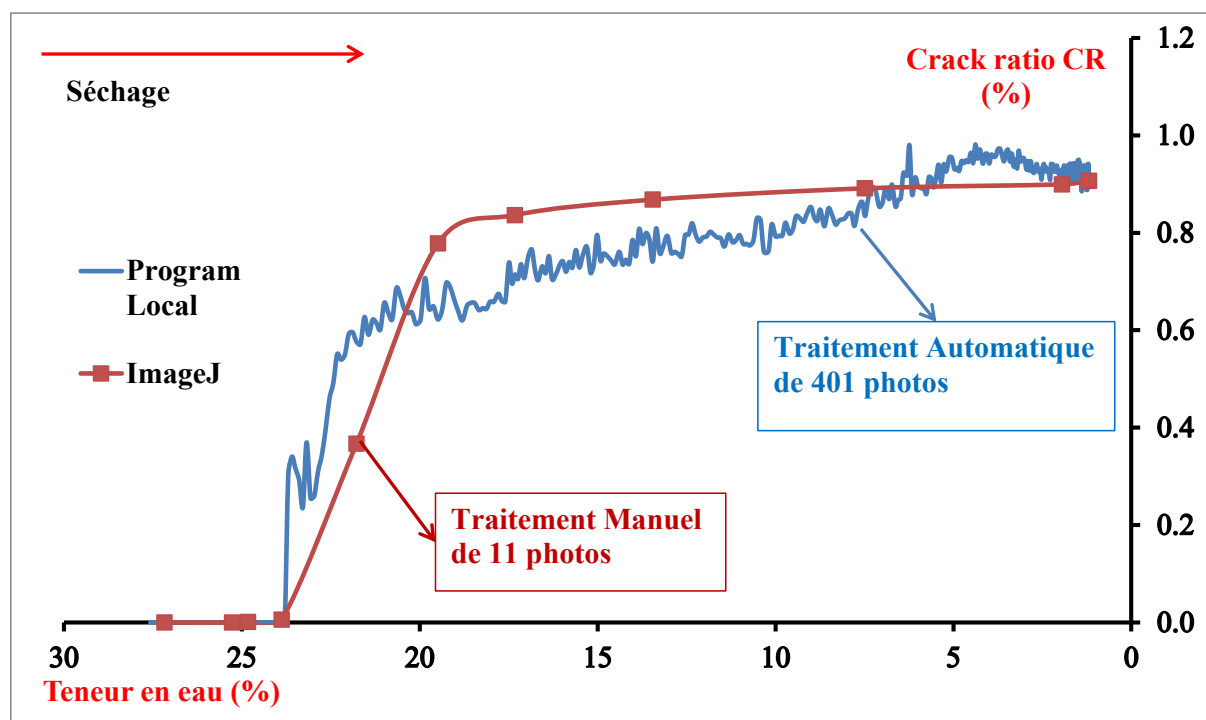


Figure 86. Comparaison entre ImageJ et Programme Local

### B-II-2.3. Retrait linéaire normalisé selon la norme NF P18-427

Le retrait linéaire normalisé est mesuré sur des échantillons parallélépipédiques de dimensions 7\*7\*28 cm, en utilisant un dispositif spécifique (norme NF P18-427). Le dispositif comprend une base, un comparateur avec une précision de 1  $\mu\text{m}$  et une tige de calibrage (Figure 87).

Les échantillons sont conservés dans leur moule pendant 24 heures en raison de leur faible rigidité dans les premiers âges. Après décoffrage, les mesures de retrait sont effectuées sur la longueur de l'échantillon, tous les jours pendant 28 jours, puis une mesure tous les 3 jours jusqu'au 60<sup>ème</sup> jour, et, enfin, une mesure par semaine jusqu'à 90 jours.

Le retrait linéaire est égal à la différence entre la longueur initiale de l'échantillon ( $\approx 28$  cm) et sa longueur après un certain temps de cure.

Une fois le retrait stabilisé, on effectue un essai de flexion quatre points pour déterminer la résistance à la traction, on mesure ensuite la porosité moyenne par pesées immergées dans de l'huile, complétée par des mesures au porosimètre à mercure pour déterminer la distribution du réseau poral.



*Figure 87. Dispositif de mesure du retrait linéaire.*

## B-II-2.4. Mesures de la porosité moyenne et la distribution des pores

### B-II-2.4.1. Porosité globale par pesée immergée

La porosité globale est mesurée par immersion de petits échantillons dans une huile non mouillante, dans notre cas c'est le kerdane (Figure 88).

Les échantillons sont pesés ( $M_h$ ), puis, ils sont immergés dans l'huile pendant 2 heures pour permettre à l'huile de remplacer l'air présent dans les pores sans interagir avec l'échantillon (photo (b)). Les échantillons immergés sont placés sur des tares reliées à une balance de précision afin de prendre leur poids immergé ( $M_{im}$ ) (photo (c)). Après 2h, ils sont retirés de l'huile et pesés de nouveau ( $M_{h+huile}$ ) (photo (d)). Ensuite ils sont séchés dans un four à 110°C pendant 24h et pesés afin d'obtenir leur poids sec ( $M_s$ ) (photo (e)).

À partir de ces pesées, nous pouvons déduire le poids volumique humide «  $\gamma_h$  », le poids volumique sec «  $\gamma_d$  », la teneur en eau «  $w$  », l'indice des vides «  $e$  », la saturation «  $S_r$  » et la porosité «  $n$  », comme suit, avec «  $g$  » la gravité  $\approx 9.81$  N/kg et  $\gamma_s$  la densité des grains solides :

$$\gamma_h = \frac{M_h * g}{M_{h+huile} - M_{im}} * \gamma_{huile} \quad (18)$$

$$\gamma_d = \frac{M_s * g}{M_{h+huile} - M_{im}} * \gamma_{huile} \quad (19)$$

$$w = \frac{M_h - M_s}{M_s} \quad (20)$$

$$e = \frac{\gamma_s * g}{\gamma_d} - 1 \quad (21)$$

$$S_r = \frac{\gamma_s * w}{e} \quad (22)$$

$$\gamma_h = \frac{M_h * g}{M_{h+huile} - M_{im}} * \gamma_{huile} \quad (23)$$

$$n = \frac{e}{1 + e} \quad (24)$$

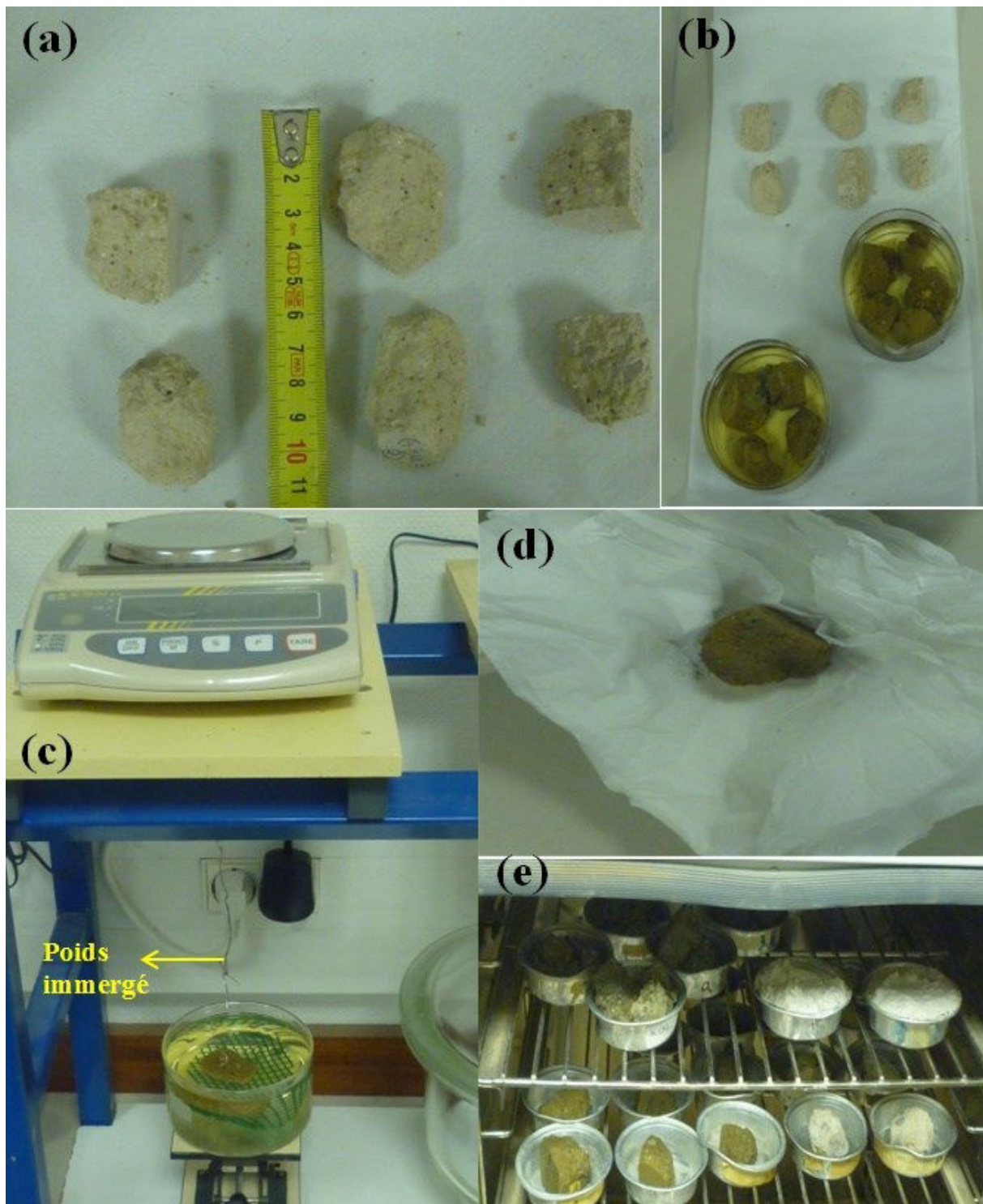


Figure 88. Mesure de la porosité par immersion à l'huile

#### B-II-2.4.2. Distribution des pores

La distribution des pores au sein d'un échantillon est obtenue à l'aide d'un porosimètre à mercure. Cette méthode permet d'obtenir le volume qu'occupe un certain diamètre de pores.

La méthode consiste à faire pénétrer le mercure dans les pores du matériau sous une pression croissante. Le mercure est, vis à vis de la quasi-totalité des solides, un fluide non mouillant, c'est à dire qu'il ne pénètre pas spontanément dans la porosité comme le ferait l'eau par exemple [115]. Ceci permet le contrôle de l'injection au moyen de la pression. A mesure que la pression augmente, le mercure occupe des régions de plus en plus confinées de la porosité, remplissant des pores de plus en plus fins. L'information fournie par la caractéristique d'injection est beaucoup plus riche, il s'agit d'un spectre des tailles de pores présents dans le matériau [115]. L'opération est pratiquée sur des échantillons de petite taille (centimétrique), qu'on introduit dans le pénétromètre (Figure 89).

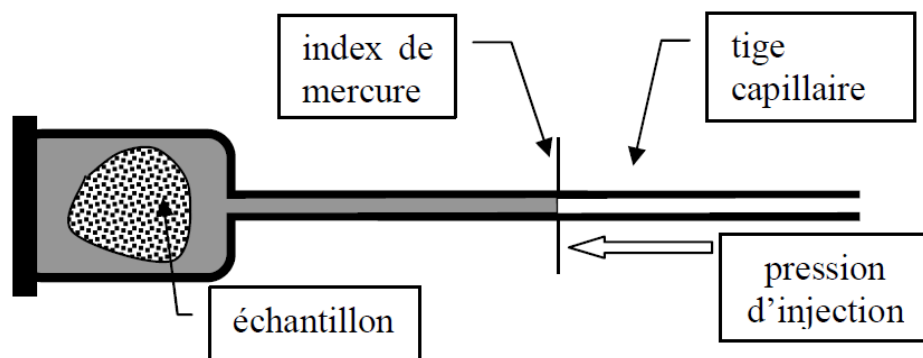


Figure 89. Pénétromètre [115]

Pour les sols granulaires, la porosimétrie au mercure ne peut être valablement pratiquée que dans certains cas. Elle nécessite en effet un séchage préalable du sol qui doit conserver un minimum de cohésion après séchage, afin qu'on puisse dégager des fragments et les introduire dans le pénétromètre.

Pour tous les matériaux fragiles présentant du retrait non négligeable pouvant générer de la fissuration lors du séchage, il est recommandé d'employer des méthodes de séchage spécifique comme la lyophilisation (Figure 90), car les mécanismes de retrait sont essentiellement liés aux effets capillaires. On s'en affranchit en partie en gelant l'eau avant de l'extraire par sublimation.



*Figure 90. Lyophilisateur du laboratoire LOMC*

L'échantillon est préalablement séché et placé dans le pénétromètre. Un vide poussé est ensuite établi. C'est la raison pour laquelle l'échantillon doit être sec, car la pression lors de la mise sous vide est en principe inférieure à la pression de vapeur saturante de l'eau [115]. Le mercure est ensuite introduit dans le pénétromètre à basse pression, puis la pression est augmentée progressivement pas à pas. À chaque pas de pression, le volume qui pénètre dans les pores est mesuré après stabilisation.

En effet, la pénétration n'est pas instantanée, et les porosimètres sont équipés d'un dispositif de régulation de la pression jusqu'à stabilisation à la valeur de consigne. Le volume de mercure pénétré est mesuré au moyen de la position du ménisque dans la tige capillaire du pénétromètre. Il est poussé par de l'air pour les pressions comprises entre la pression de remplissage et la pression atmosphérique ambiante (basse pression), puis par de l'huile (haute pression).

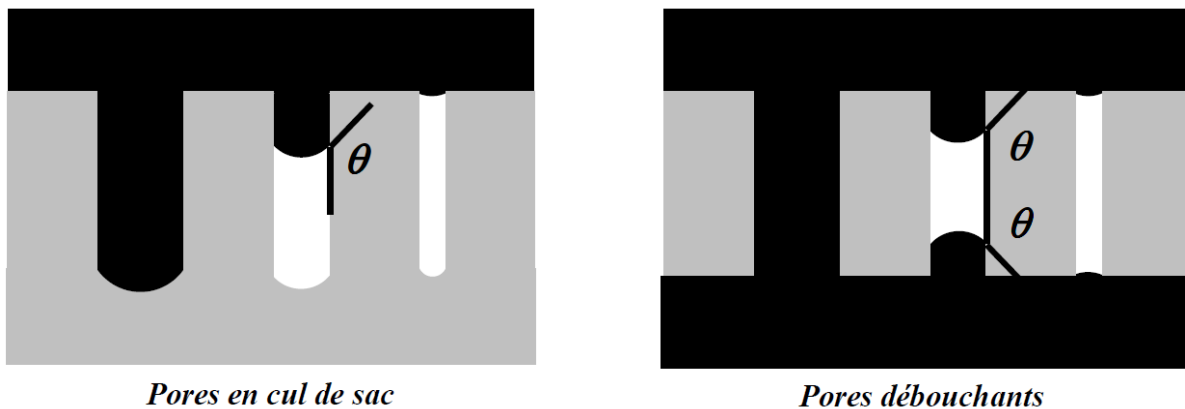
Le résultat brut d'un essai de porosimétrie au mercure est ainsi la caractéristique d'injection, qui donne le volume pénétré dans l'échantillon en fonction de la pression du mercure. Les logiciels associés aux porosimètres à mercure donnent généralement le volume de mercure par unité de masse du matériau (mL/g) et calculent par ailleurs la porosité « n », rapport du volume total des pores explorés au volume extérieur de l'échantillon. La caractéristique d'injection peut dès lors être convertie en mL/mL par règle de trois.



La relation entre la pression d'injection et la taille des pores pénétrés par le mercure permet d'obtenir une information sur les tailles de pores et les proportions volumiques dans lesquelles elles sont présentes dans le matériau. Mais cette relation ne peut être établie sans adopter une hypothèse concernant la forme des pores. Dans la plupart des modèles de structure poreuse, les pores sont considérés comme des troncs de cylindres de section circulaire de diamètre  $D$ . Durant l'injection, le ménisque de mercure prendra une forme sphérique convexe dont la courbure, donnée par la loi de Laplace, est proportionnelle à la pression  $P$ . Par ailleurs, le ménisque se raccorde aux parois des pores suivant un angle de mouillage déterminé  $\theta$ , qui est obtus dans le cas des fluides non mouillants. Il en résulte que le ménisque sera en équilibre dans les pores dont le diamètre  $D$  permet de satisfaire ces deux conditions, c'est à dire :

$$D = - \frac{4\gamma \cos \theta}{P} \quad (25)$$

$\gamma$  est la tension superficielle du mercure dans le vide (0.485 N/m),  $\theta$  est généralement pris égal à  $130^\circ$ . A la pression  $P$ , les pores de diamètre supérieur à  $D$  seront totalement remplis de mercure, les pores de diamètre inférieur resteront vides (Figure 91). Le porosimètre utilisé dans notre cas est le modèle Micromeritics AutoPore IV (Figure 92) de capacité maximale d'injection égale à 413.69 MPa.



*Figure 91. Pénétration du mercure à pression donnée dans les pores de différentes tailles [115].*



*Figure 92. Porosimètre au mercure du laboratoire LOMC*

### **B-II-2.5. Essai de flexion quatre points ISO 14125**

Le test de flexion en quatre points est effectué pour déterminer la résistance à la traction par flexion du béton de terre (Figure 93).

L'avantage de ce test de flexion est qu'une plus grande partie de la poutre est soumise à la valeur maximale du moment. La force de cisaillement est alors nulle dans cette partie médiane qui est soumise uniquement à un moment constant (Figure 94). Les essais ont été réalisés en utilisant une presse hydraulique à une vitesse constante de 0.02 mm/min.

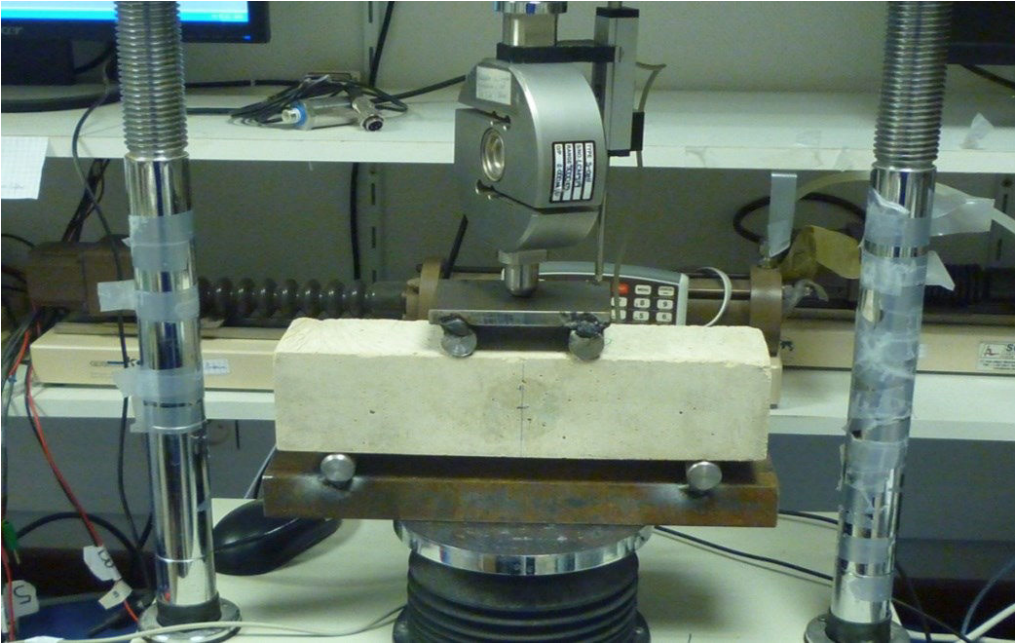


Figure 93. Essai flexion en quatre points.

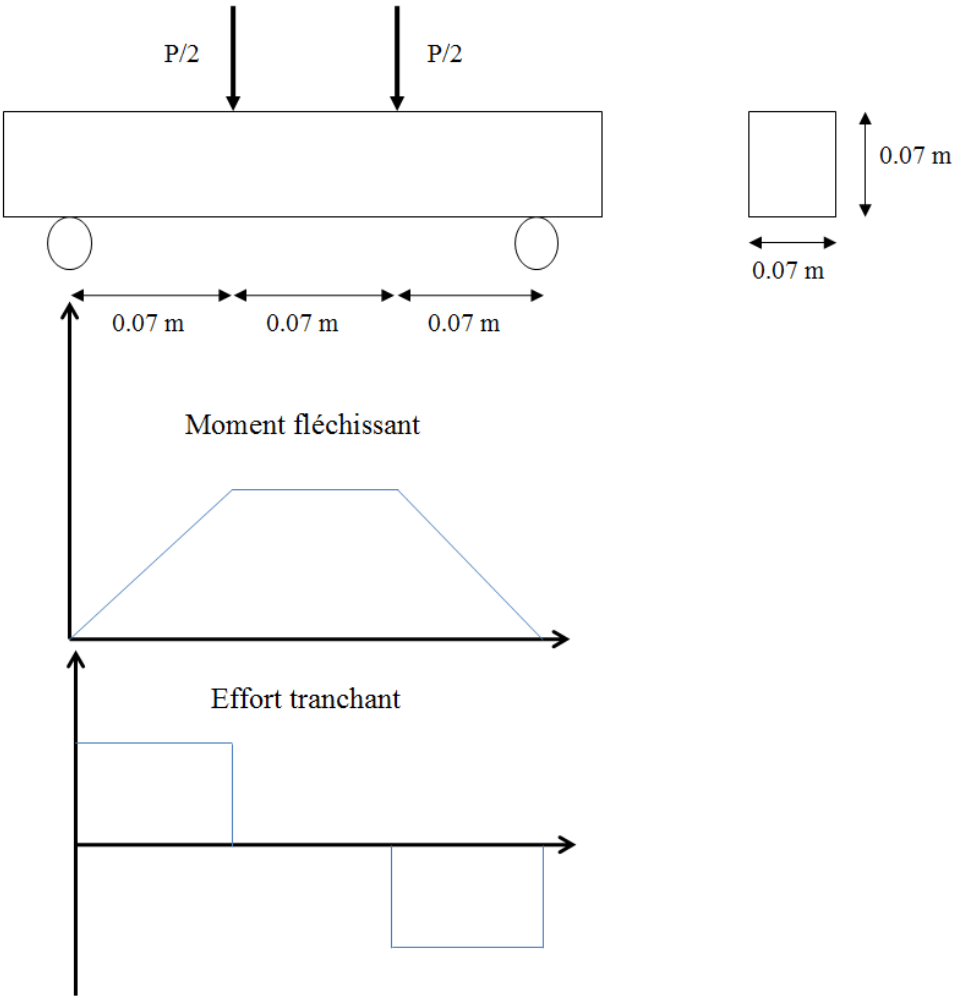


Figure 94. Principe de l'essai de flexion en quatre points.

### B-II-2.6. Essais de compression simple NF EN 12390-3

Les essais de compression sont effectués sur des échantillons cylindriques 16\*32 cm en utilisant une presse hydraulique avec une vitesse normalisée de 0.6 MPa/min selon la norme NF EN 12390-3. Les échantillons cylindriques de béton de terre sont coulés 4 jours avant l'essai. Les essais de compression sont effectués à différentes échéances correspondant à différents temps de cure, 7, 28 et 90 jours. A chaque échéance, trois échantillons pour chaque formulation sont écrasés.

### B-II-2.7. Mesure du module d'Young par propagation des ondes ultrasonores

La mesure du module d'élasticité, module d'Young,  $E$  est effectuée à l'aide d'une méthode non destructive sous zéro contrainte mécanique. Nous utilisons l'appareil PUNDIT (Portable Ultrasonic Non-destructive Digital Indicating Tester) qui permet la propagation d'ondes entre deux transducteurs et la mesure du temps que met l'onde à traverser l'échantillon (Figure 95).

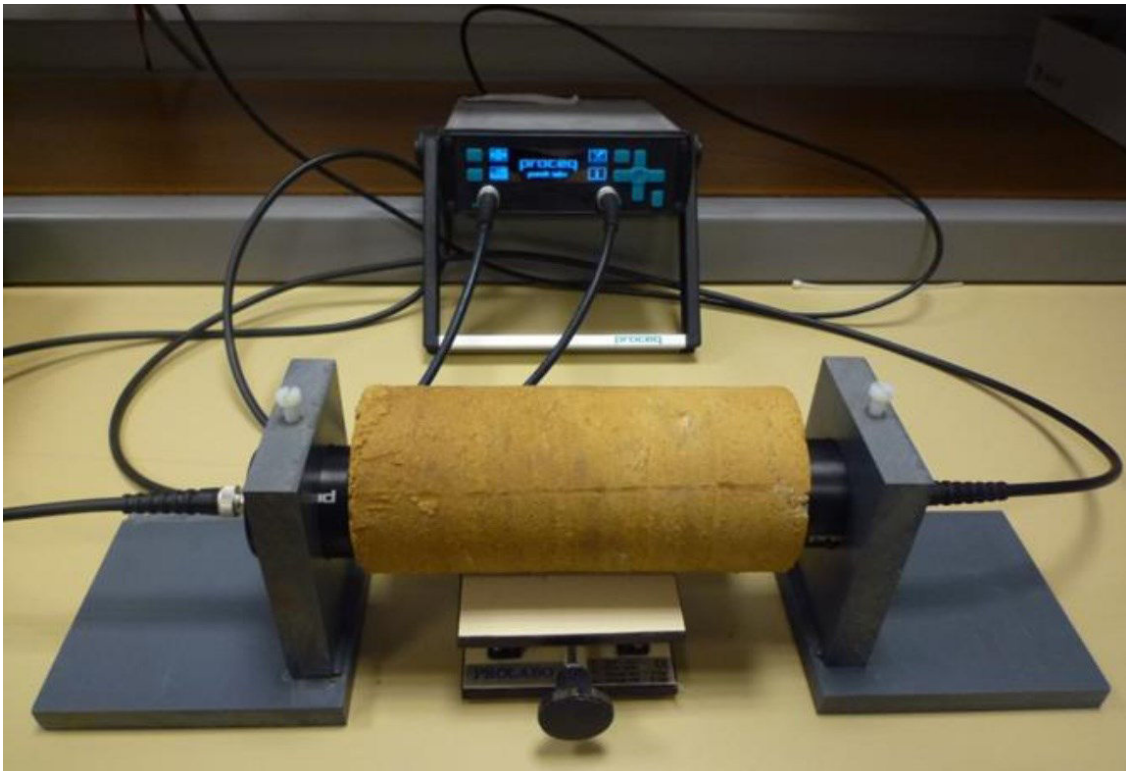


Figure 95. Mesure non destructive du module d'élasticité.

À partir du temps de propagation, nous pouvons calculer la vitesse longitudinale de l'onde  $V_L$  et nous pouvons déduire les caractéristiques d'un matériau élastique isotrope. Le module d'Young  $E$  est donné par :

$$E = V_L^2 \rho \frac{(1-2\nu)(1+\nu)}{(1-\nu)} \quad (26)$$

$\rho$  est la masse volumique du matériau et  $\nu$  est le coefficient de Poisson.

### B-II-3. Protocole expérimental

L'objectif de ce protocole est d'identifier les mécanismes conduisant à l'apparition de la fissuration par dessiccation, de les quantifier et enfin de proposer des solutions pour réduire cette fissuration.

En premier lieu, nous avons étudié la dessiccation des matériaux naturels sans renforts. Ensuite nous avons abordé l'étude de l'effet des renforts, des liants et des granulats de béton recyclé, et enfin des adjuvants sur la minimisation du retrait et de la densité de fissuration. Enfin, nous avons procédé à la localisation prédéfinie de la fissuration par introduction d'un défaut qui l'oriente.

#### B-II-3.1. Dispositif expérimental

L'échantillon préparé initialement sous forme de pâte ( $W=1.5 W_L$ ) est versé dans un moule carré de dimensions 20\*20 cm et de hauteur variant de 16 mm à 25 mm. Ce moule est composé d'une plateforme et d'un cadre amovible revêtus d'un film en téflon pour minimiser le frottement sol-support (Figure 99). L'ensemble est placé sur une balance de précision 0.01 g permettant des acquisitions de la masse en continue et éclairé à l'aide d'une lumière froide pour permettre des acquisitions d'images synchronisées avec les acquisitions de masse. Le dispositif expérimental élaboré est présenté dans la Figure 96.

L'épaisseur de l'échantillon varie selon l'expérience visée (essais avec renfort, granulats, localisation). Le cadre amovible du moule est ensuite retiré pour permettre une déformation latérale libre de l'échantillon.

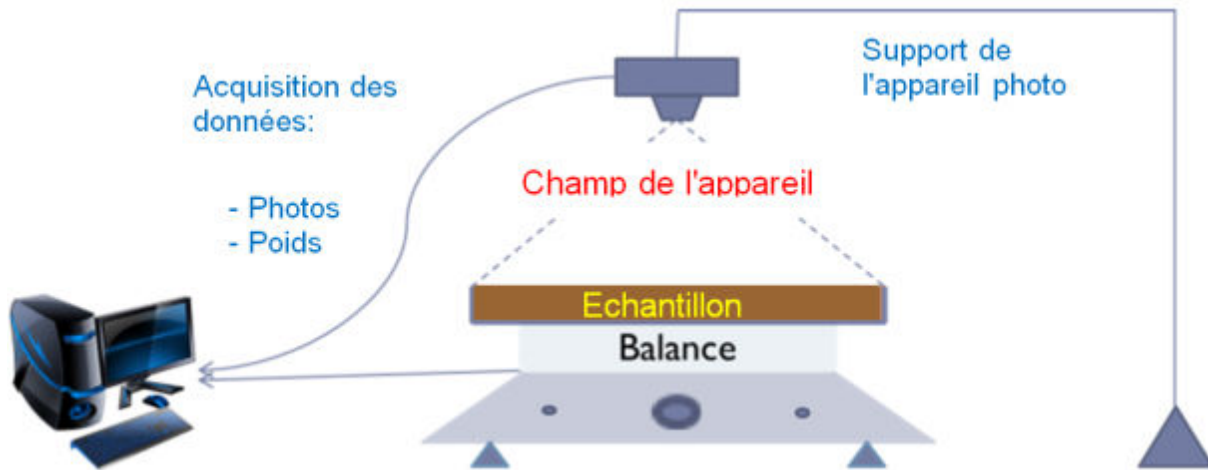


Figure 96. Schéma de principe du dispositif expérimental



Figure 97. Dispositif expérimental



*Figure 98. Duplication du dispositif*

L'ensemble du dispositif expérimental est contrôlé en température ( $T = 20^{\circ}\text{C}$ ) et en humidité relative ( $HR \approx 25\%$ ). Des rideaux occultants enveloppent le banc d'essai pour maintenir une diffusion de lumière homogène (Figure 97). Vu la durée de séchage conséquente (une dizaine de jours), nous avons dupliqué le dispositif. (Figure 98)

### **B-II-3.2. Ajout des renforts**

Afin d'étudier l'effet de l'orientation des renforts, cinq configurations d'un mélange de limon-renforts ont été préparées. Le Tableau 10 résume ces différentes configurations.

Dans le cas des fibres orientées, croisées et dans le cas de la maille synthétique, les fibres sont placées au milieu de l'épaisseur de l'échantillon à une hauteur de 8 mm, comme c'est présenté dans la Figure 99 . Dans le cas des fibres mélangées aléatoirement, le malaxage entre les fibres et le limon se fait au préalable à sec avant humidification.

Il est important de veiller à ce que l'enrobage des fibres par le sol soit assuré. Une fois que le mélange est bien étalé dans le moule, on procède à la mise en place à sa surface du mouchetis composé des particules de pvc décrites ci-dessus.

Tableau 10. Composition des échantillons limon-renfort

Nom	Ref.	Fibres végétales	Fibre synthétique	Limon
<b>Limon Naturel</b>	NS	--	--	X
<b>Fibres Orientées</b>	OF	X (parallèle)	--	X
<b>Fibres Croisées</b>	CF	X (perpendiculaire)	--	X
<b>Fibres mélangées</b>	MF	X (orientation aléatoire)	--	X
<b>Maille Synthétique</b>	SM	--	X	X



Figure 99. Préparation des essais pour la minimisation des fissurations avec des renforts.

### B-II-3.3. Ajout des granulats de béton recyclé et de l'adjuvant

Les granulats de béton recyclé ont été ajoutés à la formulation du béton de terre pour augmenter sa résistance d'une part, et pour réduire le retrait et la fissuration d'autre part.



Cinq formulations ont été testées en variant le pourcentage volumique des granulats ajoutées [116]. Les formulations ont été élaborées selon la méthode française de "Dreux-Gorisse" [117]. Le rapport volumique granulat/mélange variait de 20% à 57%; les différentes formulations ont été identifiées par un G, suivi par le pourcentage en volume de granulats dans le mélange. La même quantité de ciment, environ 137 kg/m<sup>3</sup>, a été ajoutée. La quantité d'eau dans chaque formulation est calculée afin d'assurer une bonne maniabilité du mélange pour le coulage. Le Tableau 11 présente les composants des cinq formulations.

*Tableau 11. Les composants des formulations avec les granulats.*

Composants	Sol (Kg/m <sup>3</sup> )	Granulats (Kg/m <sup>3</sup> )	Ciment (Kg/m <sup>3</sup> )	Eau (Kg/m <sup>3</sup> )	Adjuvant (Kg/m <sup>3</sup> )	Densité (Kg/m <sup>3</sup> )	Slump (mm)
<b>G20</b>	1181	313	138	400	1.65	2033	100
<b>G30</b>	1037	475	138	386	1.65	2038	145
<b>G40</b>	918	645	136	376	1.65	2077	172
<b>G50</b>	779	818	136	365	1.65	2100	150
<b>G57</b>	675	946	137	359	1.65	2118	147

Le limon naturellement humide est mélangé avec de la chaux. Le pourcentage ajouté est d'environ 3% du poids sec du sol. On obtient alors un limon chaulé.

Les granulats ainsi que le limon chaulé sont ensuite séchés avant d'être mélangés avec le ciment. Le malaxage des matériaux secs s'effectue ensuite pendant trois minutes pour obtenir un mélange homogène. L'eau est ajoutée en deux étapes : 90% de sa masse est ajoutée et mélangée avec les matériaux secs, puis les 10% restants contenant l'adjuvant sont ajoutés et bien mélangés avec les matériaux secs.

Le mélange est ensuite coulé dans trois moules différents :

- Moules en carton cylindrique Ø16\*32 cm pour les essais de compression.
- Moules métalliques parallélépipédique 7\*7\*28 cm pour les essais de retrait linéaire normalisé.
- Moule carré 20\*20 cm et d'épaisseur 25 mm pour les essais de dessiccation et d'analyse d'image.

Dans le cas du moule carré, l'épaisseur de l'échantillon étant assez élevée, le cadre n'a pas été retiré pour éviter son affaissement. L'aspect mouchetis est obtenu à l'aide des particules pvc décrites ci-dessus.

### B-II-3.4. Localisation des fissures

Dans le but de localiser la fissuration du matériau et de l'orienter, nous avons mis au point un joint de forme triangulaire de 1 cm de hauteur et de 20 cm de longueur. Le joint a été couvert de téflon comme le reste de la surface du plateau (Figure 100).

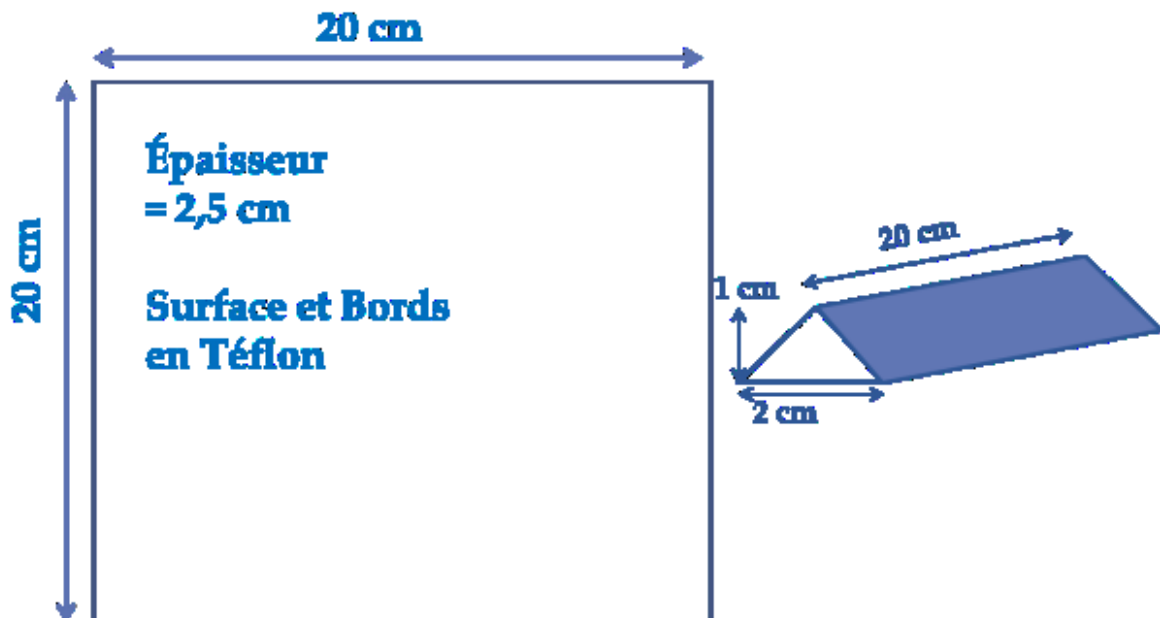


Figure 100. Schéma de principe pour l'étude de la localisation des fissures.

La hauteur du moule a été portée à 25 mm, afin d'enrober le joint d'une épaisseur minimale de matériau de 15 mm. De même on a gardé le cadre du moule durant le séchage pour éviter l'affaissement de l'échantillon.

Le joint a été placé en deux positions différentes :

- Centré parallèlement aux côtés du moule.

Centré le long de la diagonale du moule.



## Chapitre -III- RETRAIT ET FISSURATION DES SOLS

### FINS

#### B-III-1. Chemins de drainage-humidification

La Figure 101 présente les courbes de dessiccation-imbibition du matériau préparé initialement sous forme de pâte. Les chemins d'humidification ont été réalisés sur la pâte préparée initialement à  $W = 1.5 W_L$  puis séchée à l'étuve à  $105^\circ\text{C}$  pendant 24h. Les chemins de drainage ont été réalisés sur la pâte préparée à  $W = 1.5 W_L$ .

Ces résultats sont représentés dans cinq plans : indice des vides en fonction de la teneur en eau et la succion, degré de saturation en fonction de la teneur en eau et la succion, et la teneur en eau en fonction de la succion.

Selon l'état initial du matériau, il suit un chemin différent. Si la succion diminue, le matériau suit un chemin d'humidification et, si la succion augmente, un chemin de séchage. Si le matériau est initialement une boue saturée, la succion est d'environ 0 kPa, et quand il est séché, étape par étape, la succion augmente jusqu'à environ 1000 MPa correspondant à un passage dans une étuve à  $110^\circ\text{C}$  pendant 24h ( $PF = 7$  correspondant à une succion  $s = 10^{PF}$  mbars).

On remarque que l'indice des vides du limon ne change quasiment pas lors du séchage et augmente légèrement lors de l'humidification. Sa porosité moyenne est de l'ordre de 40%. Ce comportement est typique d'un matériau granulaire sableux.

Dans le plan succion-teneur en eau  $[s ; w]$ , le chemin parcouru lors du séchage se situe au-dessus du chemin d'humidification, ce qui met en évidence un phénomène d'hystérésis. Il n'existe pas de relation biunivoque entre la succion et la teneur en eau. La valeur de teneur en eau à une succion donnée dépend du chemin hydrique parcouru pour parvenir à ce point. Cette hystérésis est typique des milieux poreux constitués de pores de taille variable interconnectés. A partir de l'indice des vides, on peut calculer la porosité (équation (47)).

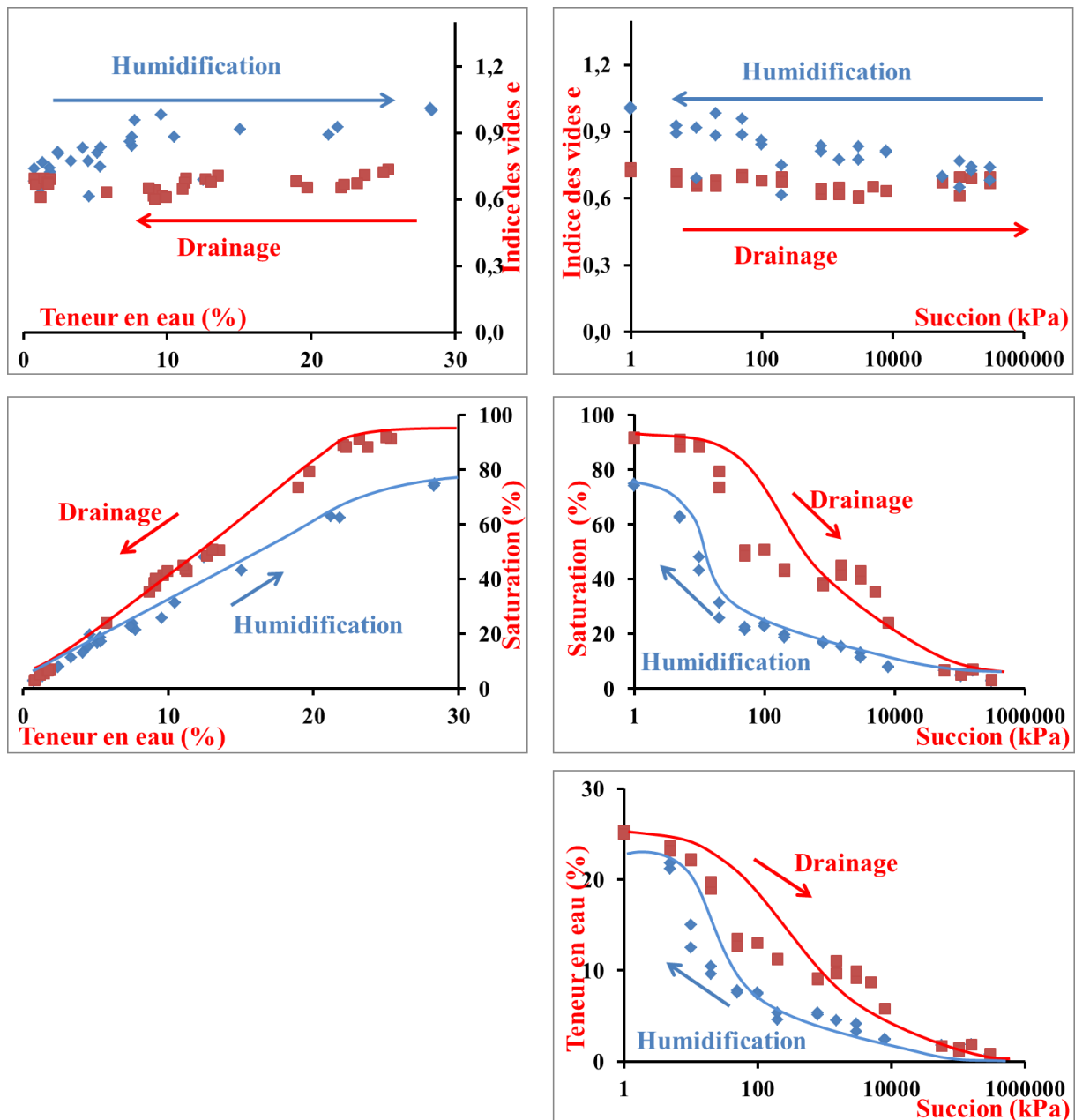


Figure 101. Chemins de drainage-humidification du limon naturel

La Figure 102 représente la variation de la porosité du limon. Elle est comparée à la variation de la porosité du béton de terre « Cematerre » (limon + 3% chaux + 8% ciment) réalisé avec ce même limon [18]. On remarque que la porosité est constante en fonction de la succion, et donc en fonction du séchage, elle est aux alentours de 40% pour le limon de base et de 45% pour le béton de terre. La porosité moyenne d'un béton classique est aux alentours de 13%.

La porosité et la compacité du béton influencent sa durabilité et sa résistance. La porosité dépend de sa composition et surtout de la quantité d'eau de gâchage ajoutée au

malaxage. Elle est la conséquence naturelle de la quantité d'eau mise en plus de celle nécessaire à l'hydratation des liants et des vides éventuels présents dans les granulats.

Le limon contient des particules fines qui absorbent davantage de l'eau. Ceci explique la forte porosité du limon de base et du béton de terre en comparant par rapport au béton classique. Cependant, sa très faible variation est rassurante vis-à-vis du tassement par dessiccation des constructions faites avec ce matériau. On prévoit alors un faible retrait dû au séchage de l'eau excédentaire présente dans les pores.

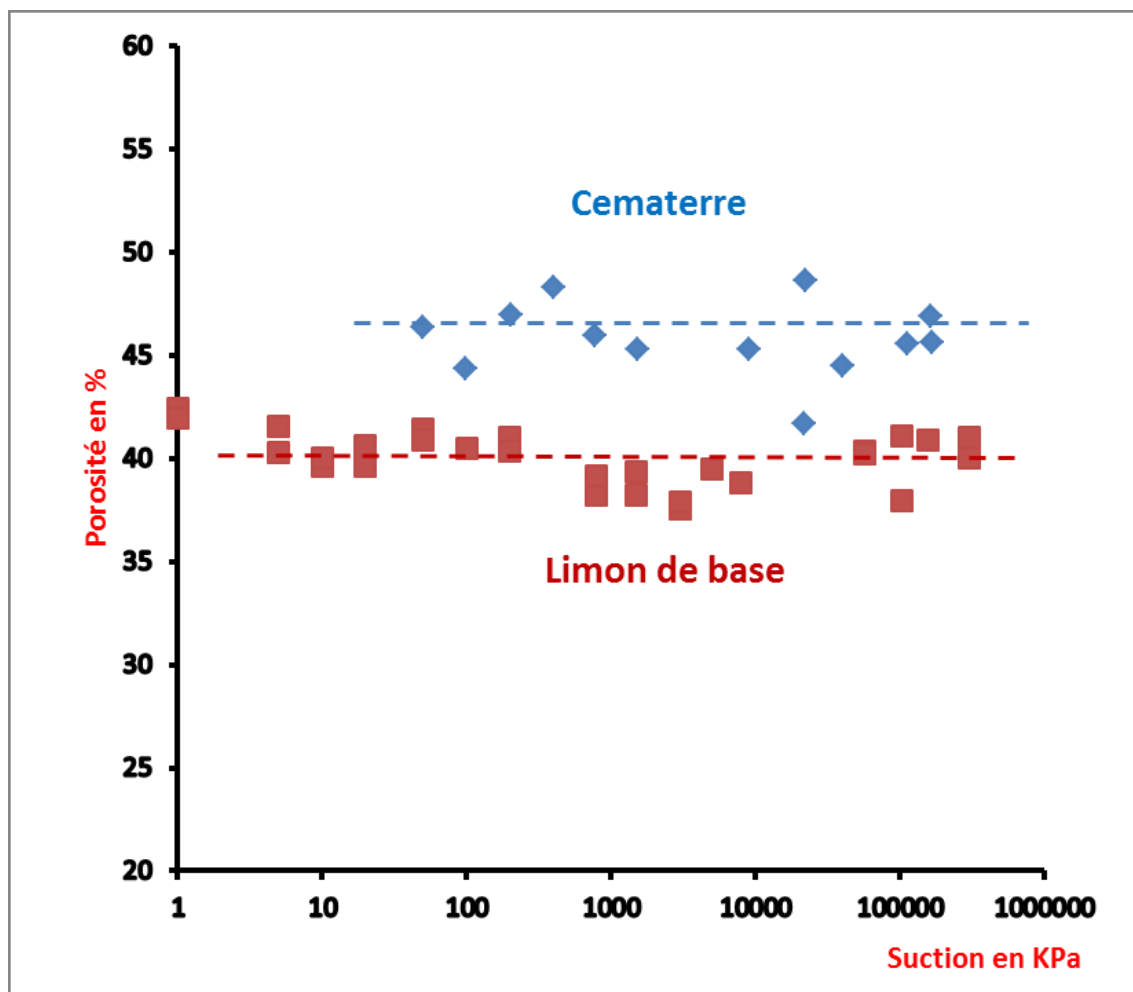


Figure 102. Porosité Cematerre et Limon de base

### B-III-2. Champs de déformation

La déformation est suivie en utilisant la technique de corrélation d'image jusqu'à l'apparition de la fissuration. À titre d'exemple, la Figure 103 présente le champ de la

déformation principale majeure  $\varepsilon_1$  d'un échantillon de limon naturel à une teneur en eau égale à 21.75%.

Dans ce qui suit, on va étudier en premier la déformation globale de l'échantillon. Ensuite on analysera la déformation locale, dans une zone définie, qui constitue la cause principale de l'amorce de la fissuration.

Les valeurs de  $\varepsilon_1$  varient entre -1.16% (bleu violet au coin de l'échantillon) et 0.4% (rouge au centre de l'échantillon). Les valeurs négatives / positives signifient que l'échantillon est en compression / extension (traction), respectivement, dans la zone considérée. Le champ montre que l'échantillon est en compression aux frontières et en traction au milieu.

Cela indique que les fissures doivent apparaître dans le milieu de l'échantillon lorsque le matériau atteint ses contraintes de traction ultimes.

Les flèches noires visibles sur la Figure 103 représentent les déplacements de l'échantillon au cours du séchage. Le déplacement au bord est plus grand que celui au centre de l'échantillon, de même il est orienté vers le centre. Cette situation vérifie la théorie : quand aucun autre mécanisme n'est impliqué pendant le séchage que le séchage homogène, le retrait volumique globale de l'échantillon devrait se traduire par un déplacement centripète [55]. Cette tendance de déformation a également été observée pour les argiles à différentes échelles par Wei [55] et Wei et al. [118]. On parle alors d'une déformation globale homogène.

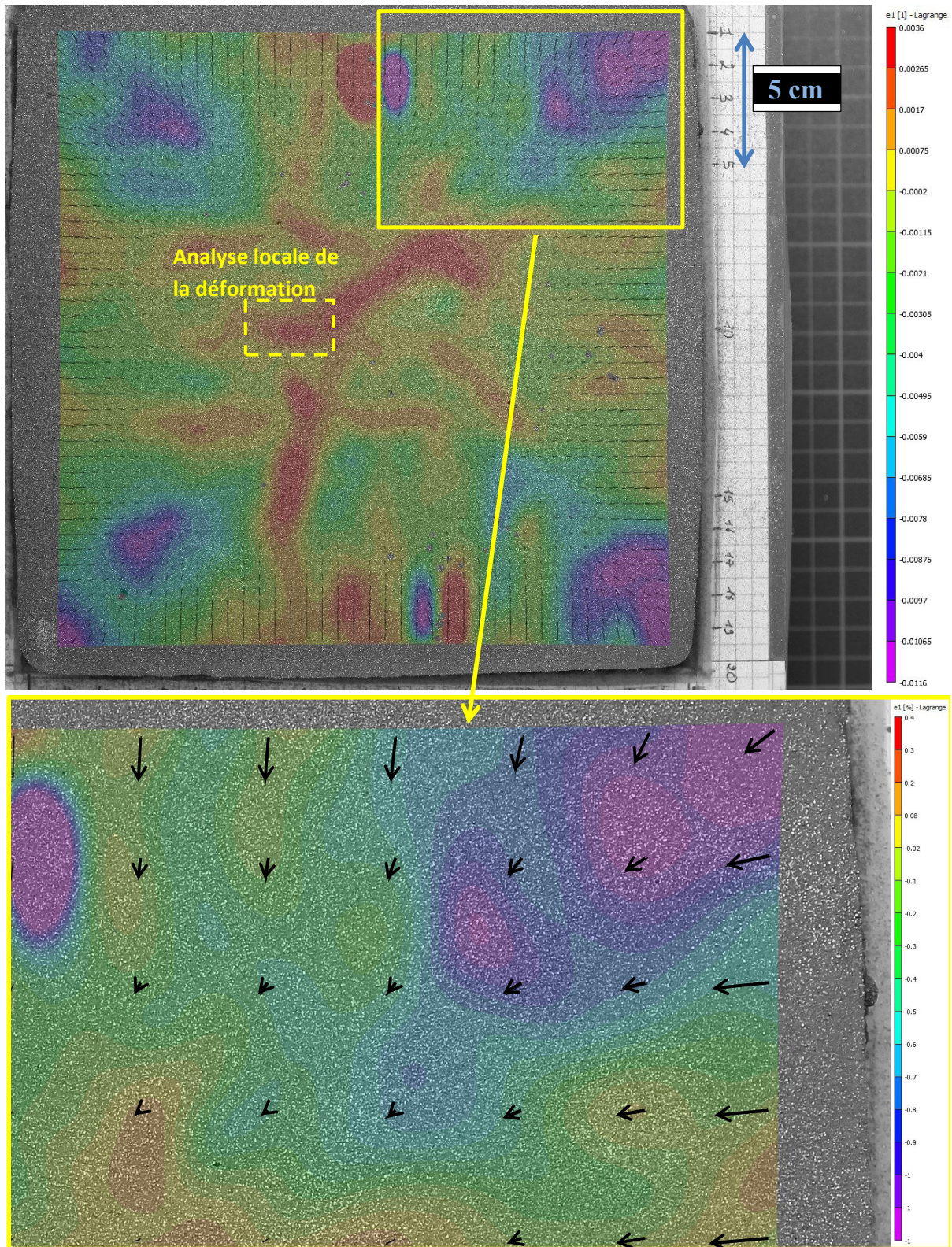
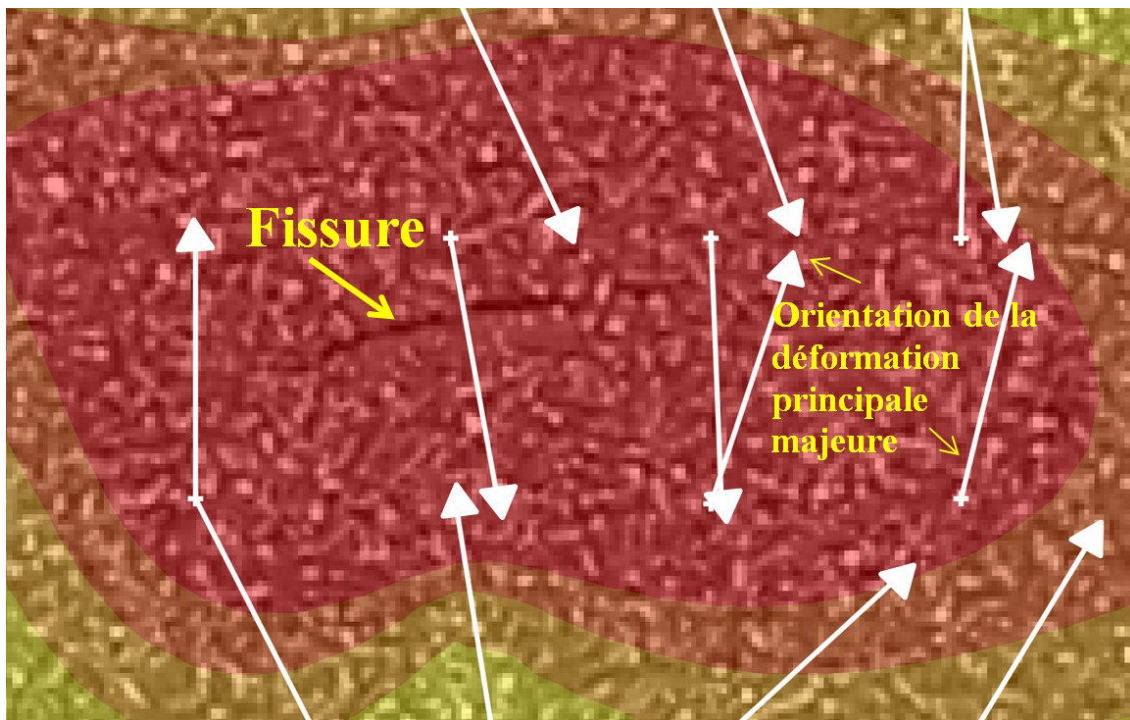


Figure 103. Déformation globale échantillon limon naturel. Échelle des vecteurs déplacements 500%.



D'autre part, localement, la déformation n'est pas homogène mais localisée. La Figure 104 présente un zoom sur la déformation locale de la zone encadrée sur la Figure 103. En analysant les directions des déformations principales majeures, on peut déduire trois points :

- Localement (dans la zone rouge), des déformations de traction ont lieu (valeurs positives).
- La direction des déformations majeures principales est perpendiculaire à la direction des fissures visibles.
- L'orientation des déformations principales sont de part et d'autre de la fissure.



**Figure 104. Déformation locale. Direction des déformations principales majeures**

Ces observations renforcent l'idée d'une déformation locale hétérogène qui entraîne la génération de contraintes de traction locales responsables de la fissuration, tout en ayant un retrait global centripète et homogène.

La variation des déformations de part et d'autre de la direction d'une fissure est aussi analysée (Figure 105).

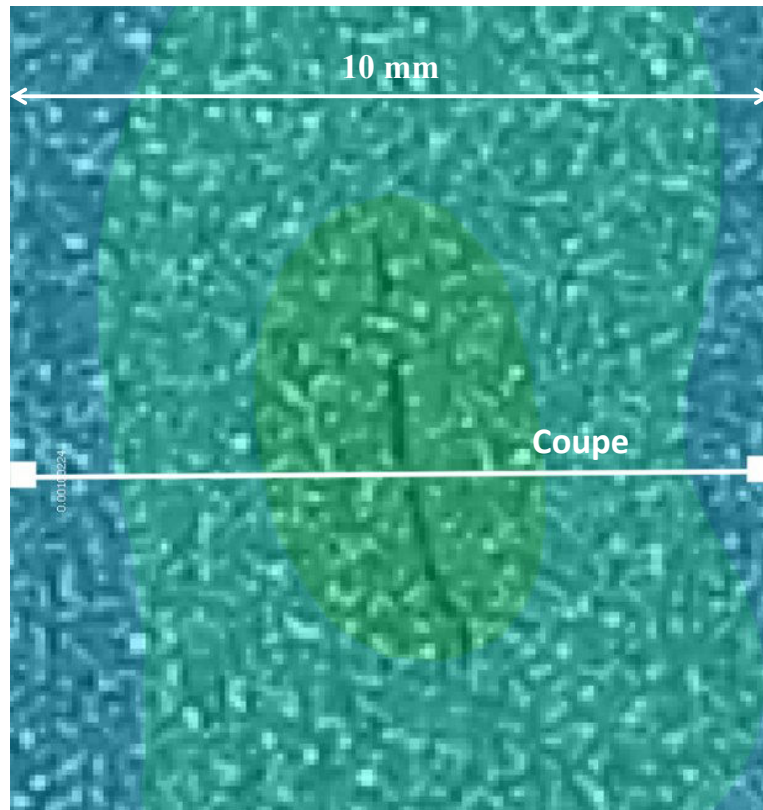


Figure 105. Déformation locale. Analyse de la déformation sur une coupe perpendiculaire à la fissure.

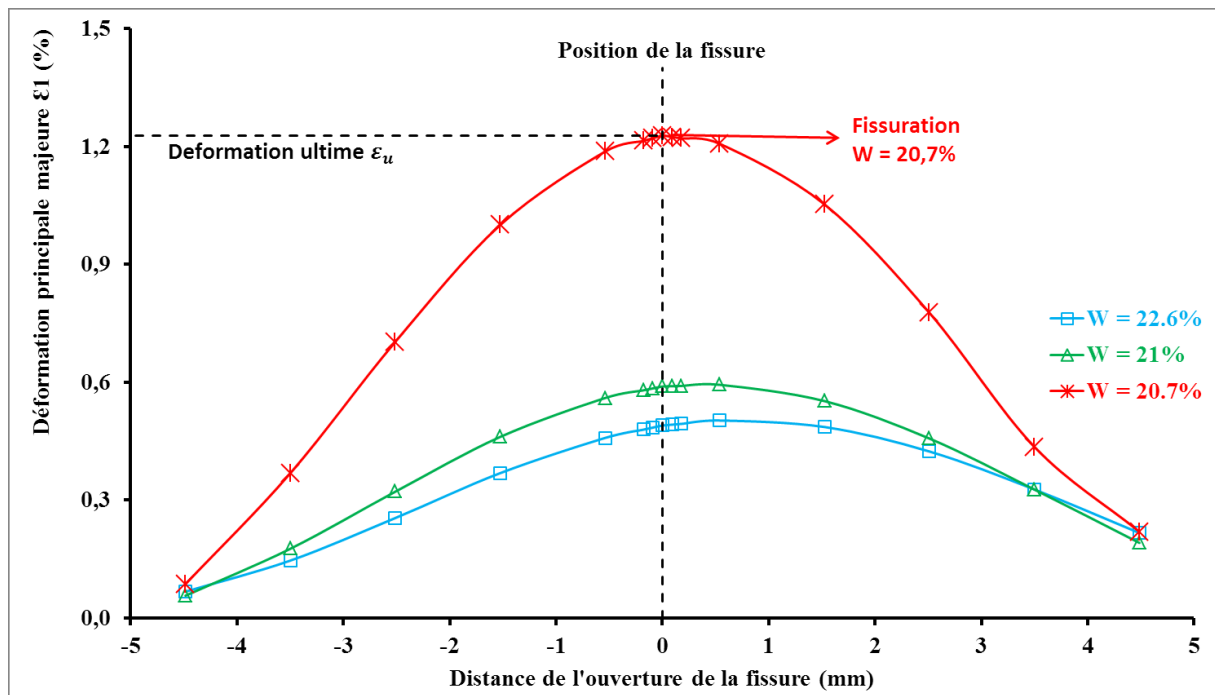


Figure 106. Évolution de la déformation locale pendant le séchage.

La Figure 106 présente la variation de la déformation principale  $\varepsilon_1$  à trois différents stades de séchage ( $w = 22.6\%$ ,  $w = 21\%$  et  $w = 20.7\%$ ). La valeur positive de la déformation signifie une traction. La déformation maximale se trouve proche de la position de la fissure tout au long du séchage. Elle augmente lentement au début du séchage puis rapidement quand la fissuration apparaît. Ceci est dû à l'ouverture de la discontinuité.

Dans ce qui suit, on va s'intéresser aux facteurs pouvant minimiser les déformations par dessiccation et ainsi la fissuration. Pour cela, nous analyserons d'abord le comportement du limon naturel qui nous servira de référence et ensuite nous analyserons les effets de l'ajout des renforts, l'ajout des liants, l'ajout des granulats et de l'adjuvant. Par ailleurs nous tenterons de localiser l'apparition de la fissuration et sa propagation par l'insertion d'un joint de rupture au sein du matériau.

### B-III-3. Étude de la fissuration du limon naturel

#### B-III-3.1. Évolution du réseau de fissures et de la teneur en eau

Plusieurs expériences ont été effectuées pour suivre la dessiccation du limon par séchage à l'air libre. La Figure 107 représente les différentes étapes de dessiccation du limon naturel sans aucun ajout. La photo (a) représente son état initial avec une teneur en eau de 28%. La photo (b) est prise après 13h de séchage avec une teneur en eau de 22.7%. La photo (c) représente son état final avec une teneur en eau résiduelle de 1.2%.

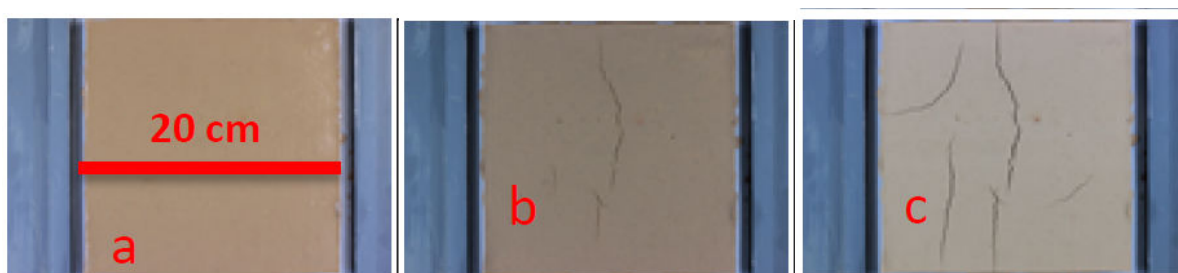


Figure 107. Dessiccation du limon naturel

On remarque que les fissures commencent à apparaître au milieu de l'échantillon à partir d'un défaut local dans la matrice de l'échantillon. Ceci est en accord avec le champ de déformation observé dans le paragraphe précédent (Figure 103). Ensuite les fissures se propagent jusqu'à atteindre le bord de l'échantillon.

Considérant un autre essai, la Figure 108 représente la variation de sa teneur en eau en fonction du temps de séchage. Pendant les premières 43 heures, l'évaporation de l'eau est constante (0.06 g/min) et la teneur en eau diminue jusqu'à 8.6%. On nommera cette valeur de teneur en eau, teneur en eau critique. À partir de cette teneur en eau, la vitesse de séchage commence à diminuer et tend vers une teneur en eau résiduelle proche de zéro. Après 100 h l'évaporation s'arrête et la teneur en eau résiduelle est égale à 2%.

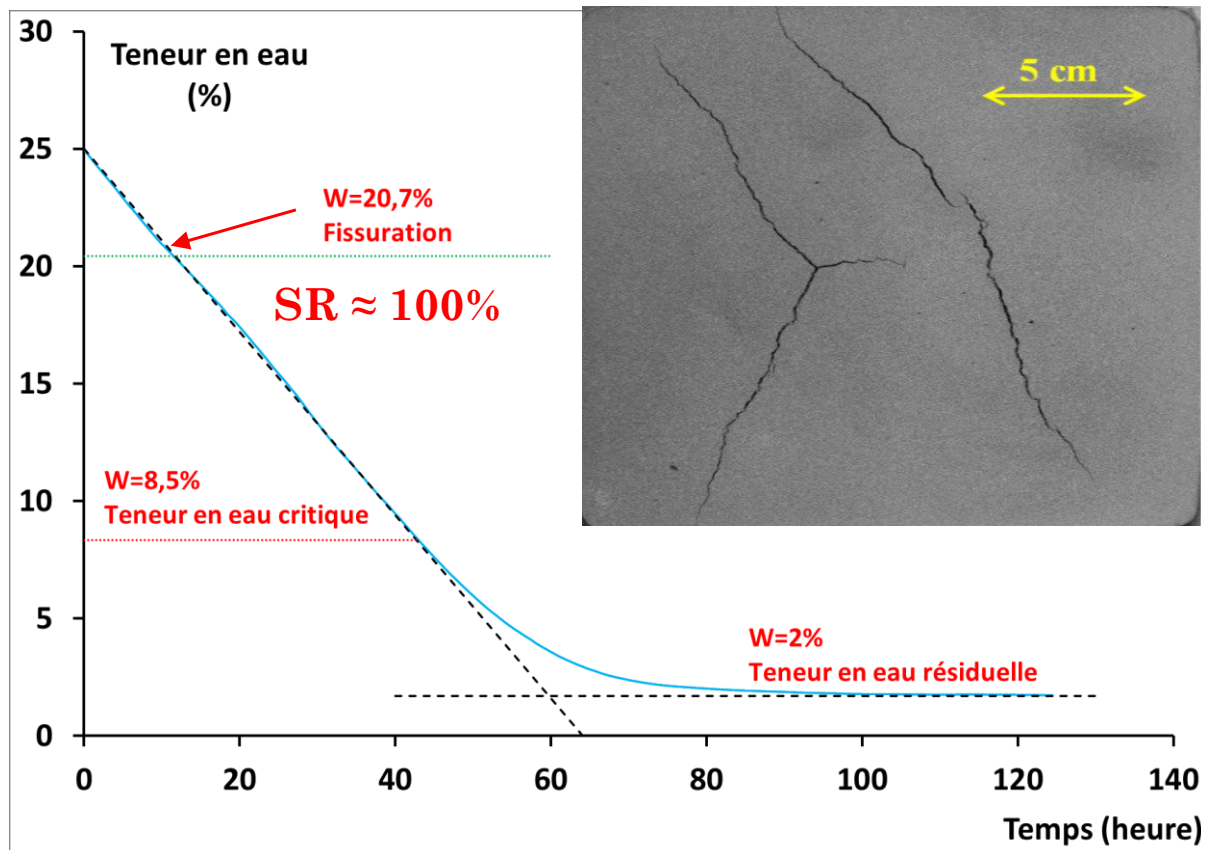


Figure 108. Variation de la teneur en eau pendant le séchage. Limon Naturel

### B-III-3.2. Évolution des déformations principales et du retrait global

D'après la Figure 108 de l'essai précédent, la première fissure apparaît après 11h 30min à une teneur en eau moyenne égale à 20.7%. La Figure 109 présente la variation des déformations majeures et mineures lors de la dessiccation du limon naturel au point d'apparition de la première fissure.

La déformation principale  $\varepsilon_1$  augmente lentement au cours des premières heures de séchage. Elle augmente rapidement d'environ 0.6% à 1.2% avec l'apparition de la première

fissure. La photo (a) montre l'état initial de l'échantillon, et la photo (b) un état intermédiaire avant fissuration. La première fissure apparaît au centre de l'échantillon (photo (c) et (d)) et les autres fissures apparaissent rapidement pendant les trois heures suivantes.

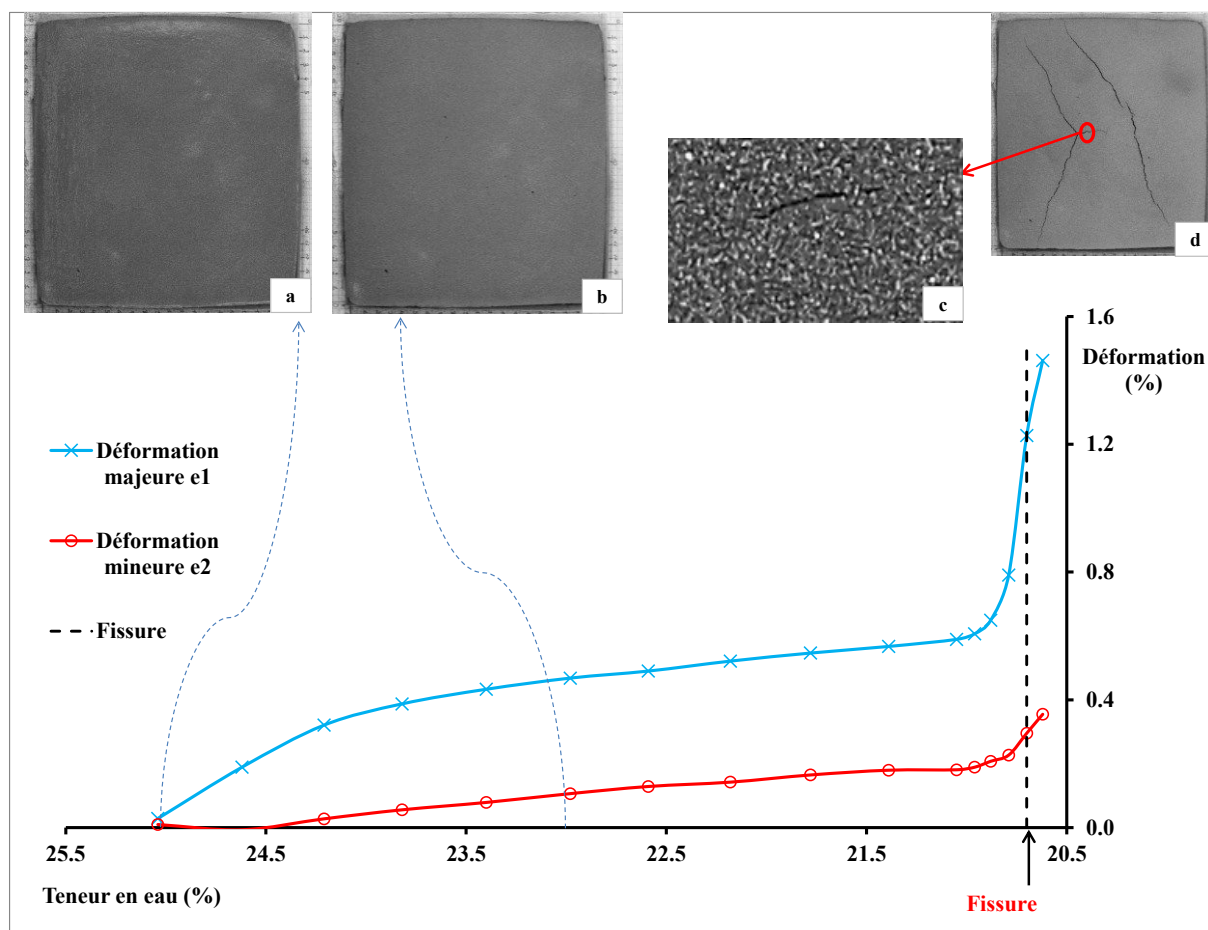


Figure 109. Variation de la déformation en fonction de la teneur en eau. Cas du limon naturel.

Le retrait global (Global Shrinkage) se définit comme étant le retrait total de l'échantillon dans une seule direction (transversal, longitudinal ou vertical). En utilisant l'analyse d'image, le retrait global est égal au rapport entre le rétrécissement  $\Delta L$  et la longueur initiale  $L_0$ .

La Figure 110 montre la variation du retrait global de l'échantillon du limon naturel durant le séchage. Le retrait transversal varie de la même façon que le retrait longitudinal. Le retrait moyen, dans une direction de l'échantillon, augmente jusqu'à 1.6% avant l'apparition de la première fissure. Il reste constant, aux alentours de 2% une fois que les fissures se sont stabilisées.

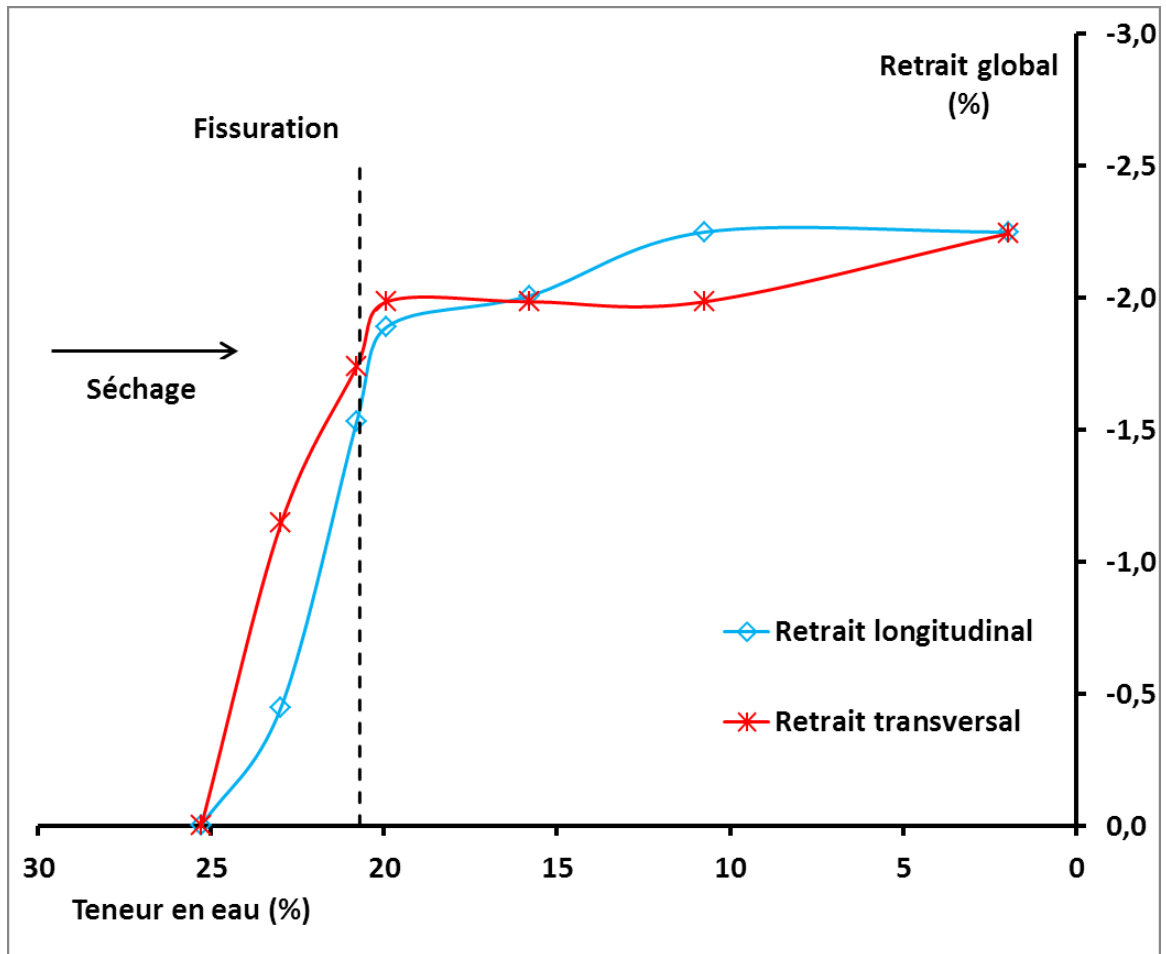


Figure 110. Variation du retrait global en fonction de la teneur en eau.

A partir des valeurs du retrait global de l'échantillon, on peut calculer l'indice des vides comme suit :

$$e = e_0 - \Delta e \quad (27)$$

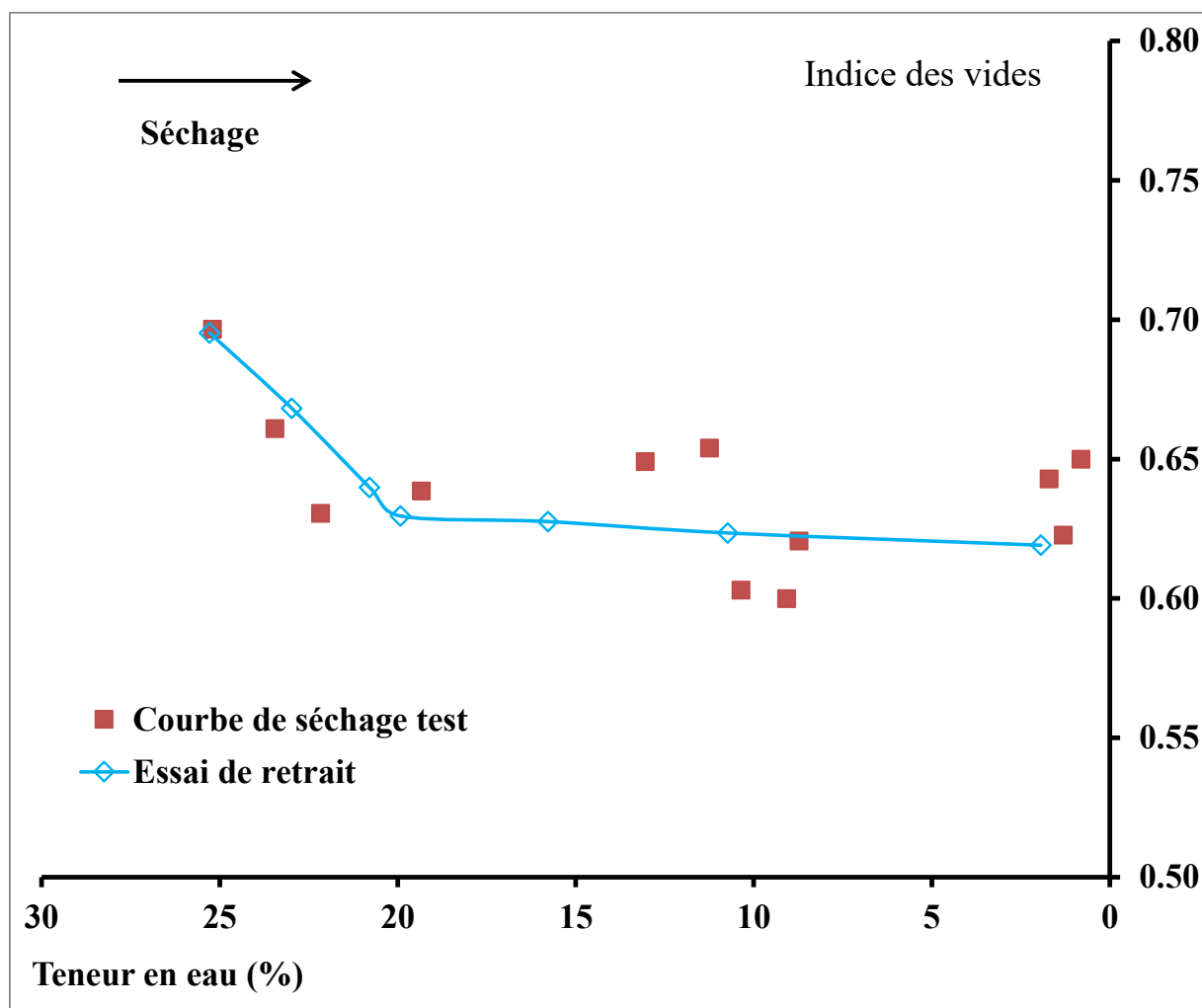
$$e_0 = w_0 * \frac{\gamma_s}{\gamma_w * S_r} \quad (28)$$

$$\Delta e = (1 + e_0) * \varepsilon_v \quad (29)$$

- $e$  est l'indice des vides de l'échantillon à l'instant  $t$ , et  $e_0$  est l'indice des vides initial déduit de la teneur en eau initiale en considérant que l'échantillon présente une saturation de 100%.
- $\gamma_s$  est la densité des grains solides et  $\gamma_w$  est la densité de l'eau.

- $\varepsilon_v$  est le retrait volumique global de l'échantillon, il est égal à la somme du retrait de chaque direction (transversale, longitudinale et verticale).

Dans notre cas, l'épaisseur de l'échantillon étant faible par rapport aux deux autres dimensions, et n'ayant pas pu mesurer la déformation verticale précisément, nous avons supposé que celle-ci était négligeable.



*Figure 111. Variation de l'indice de vide du limon naturel en fonction de la teneur en eau. Comparaison entre mesure du retrait et chemins de drainage-humidification.*

L'indice des vides final est égal à 0.64. La Figure 111 présente la variation de l'indice des vides en fonction de la teneur en eau. Sur ce même graphique, nous avons superposé le chemin de drainage déduit de la Figure 101 dans le plan  $[e,w]$  avec les valeurs déduites de la mesure du retrait volumique de la Figure 110. On remarque un bon accord entre les deux chemins notamment le coude de limite de retrait correspondant à une teneur en eau

de l'ordre de 20% et un indice des vides de 0.65 qui correspondent à l'apparition de la première fissure.

Les échantillons utilisés pour établir les courbes de dessiccation-imbibition présentées au paragraphe B-III-1 n'ont pas montré de fissuration sur le chemin de dessiccation alors que les essais de dessiccation sur le modèle 2D de 20 cm de côté ont montré une fissuration conséquente. Cette contradiction peut être expliquée par l'effet d'échelle des échantillons testés. En effet dans le cas des courbes de dessiccation-imbibition, les dimensions des échantillons sont de l'ordre du  $\text{cm}^3$ , soit cinq cent fois plus faibles que le modèle du 2D, ce qui rend les forces de traction internes concentrées sur un très petit volume « homogène » et ne générant pas de fissuration. Alors que dans le cas du modèle 2D, la taille de l'échantillon conséquente induit des hétérogénéités locales donc des retraits localisés non homogènes provoquant l'apparition de discontinuités locales (fissuration).

### **B-III-3.3. Analyse des réseaux de fissures**

Lorsque le réseau de fissures se stabilise et que la teneur en eau atteint sa valeur résiduelle, nous nous intéressons à l'analyse de la morphologie des réseaux de fissures. La Figure 112 montre le réseau de fissures final d'un échantillon de limon naturel.

La majorité des fissures présente une orientation inclinée d'un angle compris entre  $50^\circ$  et  $70^\circ$  avec l'axe horizontal. La longueur moyenne des fissures est de l'ordre de 10 cm. L'ouverture finale des fissures est inférieure à 1 mm. Le Tableau 12 résume les différents paramètres morphologiques mesurés pour les différentes fissures apparues pendant le séchage.



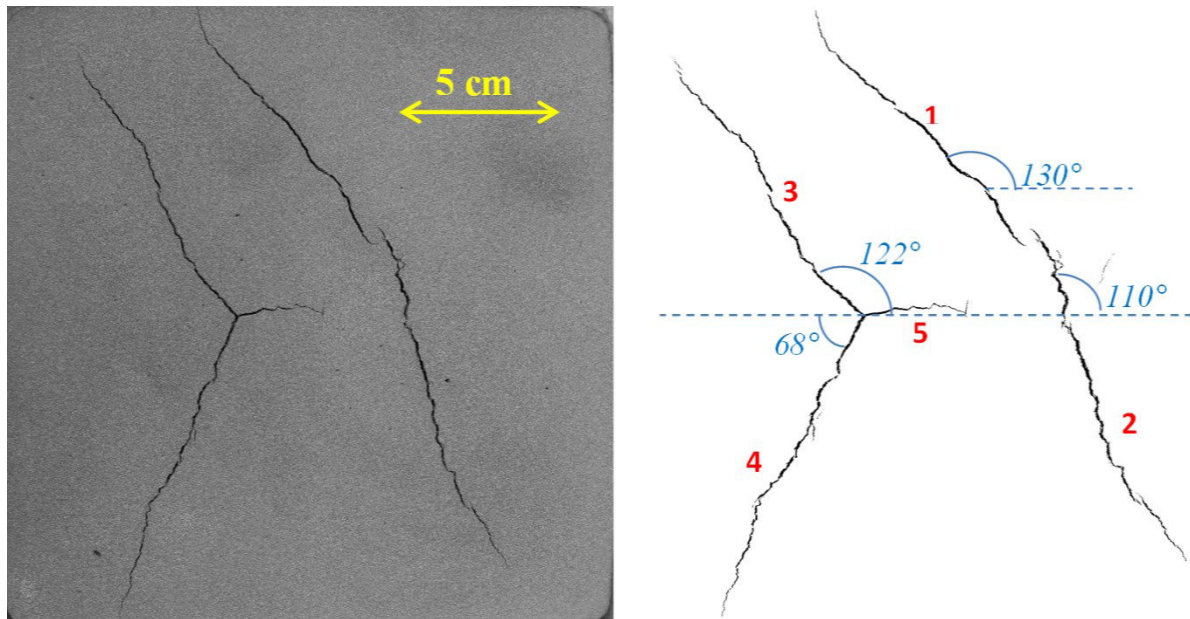


Figure 112. Analyse du réseau de fissures à la fin du séchage. Cas du limon naturel.

L'intersection des fissures 3, 4 et 5 présente un cas parfait dans lequel l'angle d'intersection est de  $120^\circ$ . Ce cas est expliqué dans les travaux de Corte et Higashi [76] comme étant le résultat d'une optimisation de l'énergie de l'échantillon. Pour une certaine teneur en eau, la contrainte de traction atteint son maximum en un point de l'échantillon. A partir de ce point l'échantillon peut fissurer dans diverses directions. Parmi les possibilités, il fissure dans trois directions faisant un angle de  $120^\circ$  entre elles. En effet, cette répartition des fissures induit une surface de fissuration minimale et un volume de solide maximal. L'énergie consommée dans ce cas de fissuration correspond à une surface de fissure minimale par volume d'échantillon fissuré. Ceci reflète la tendance de tout processus physique à être optimisé [72].

Tableau 12. Analyse du réseau de fissures de l'échantillon de limon naturel.

Numéro de la fissure	Limon naturel				
	1	2	3	4	5
Longueur (cm)	9.8	11.9	10.2	10.9	2.8
Orientation (degré)	130	110	122	68	0
Ouverture moyenne (mm)	0.9	1.04	0.76	0.74	0.4

#### B-III-4. Minimisation de la fissuration par ajout de renforts

Deux types de renforcement sont testés, des fibres de lin et une maille de fibre synthétique. Les fibres de lin sont testées dans trois orientations différentes : (i) une

orientation (horizontale) appelée fibres orientées (OF), (ii) deux orientations perpendiculaires appelée fibres croisées (CF), (iii) orientation aléatoire, limon mélangé avec les fibres de lin appelée fibres mélangées (MF). Le renforcement à la fibre synthétique est appelé maille synthétique (SM).

#### **B-III-4.1. Évolution du réseau de fissures et de la densité de fissuration « Crack Ratio »**

La Figure 113 présente l'état initial (photo (a)) et l'état final du réseau de fissures pour les différents cas de renforts. Les cinq essais présentés dans la Figure 113 ont été effectués dans la même période avec les mêmes conditions de préparation et de séchage. Ces essais étaient destinés à l'évaluation de la densité de fissuration ou « Crack Ratio » et du réseau de fissures final. Ces mesures ont été effectuées avec le programme local et aussi avec ImageJ.

Les différentes photos présentées dans la Figure 113 montrent l'état final de :

- photo (b): Limon sans renfort fissuré après dessiccation.
- photo (c): Limon renforcé avec une maille synthétique.
- photo (d): Limon renforcé avec des fibres de lin orientées dans 1 direction.
- photo (e): Limon renforcé avec des fibres de lin croisées orientées dans 2 directions perpendiculaires.
- photo (f): Limon renforcé avec des fibres de lin malaxées avec le limon à l'état sec, orientation aléatoire.

Dans le cas du limon renforcé, les fissures sont de petites ouvertures. Dans le cas des fibres orientées, les fissures sont parallèles à la direction des fibres. Ceci est dû à l'absence des fibres reprenant l'effort de traction dans le sens perpendiculaire.

L'apparition de fissures n'affecte pas la cinétique de séchage des échantillons comme présenté dans la Figure 114. Bien que la formation de fissures augmente la surface en contact avec l'air, elle ne modifie pas de manière significative la cinétique de séchage. En

effet, la zone de fissuration n'est pas si importante par rapport à la surface horizontale de l'échantillon, ce qui n'a aucune incidence sur la cinétique de séchage.

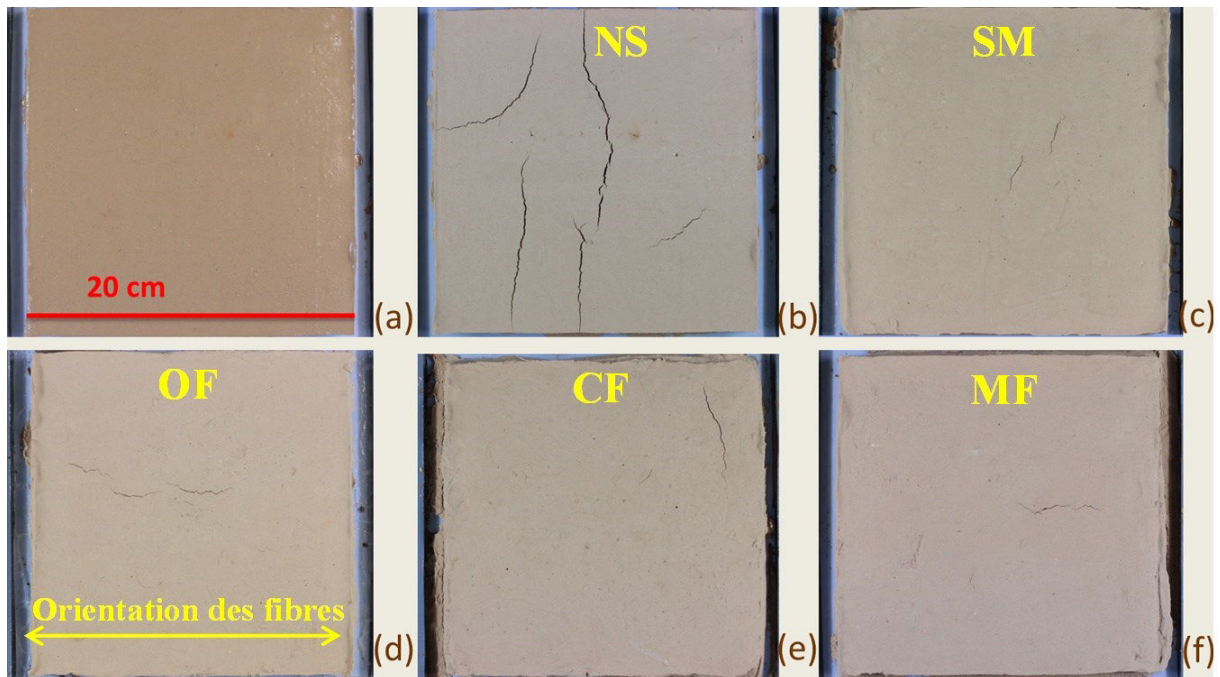


Figure 113. Etat final du réseau de fissures pour les différents cas de renforts.

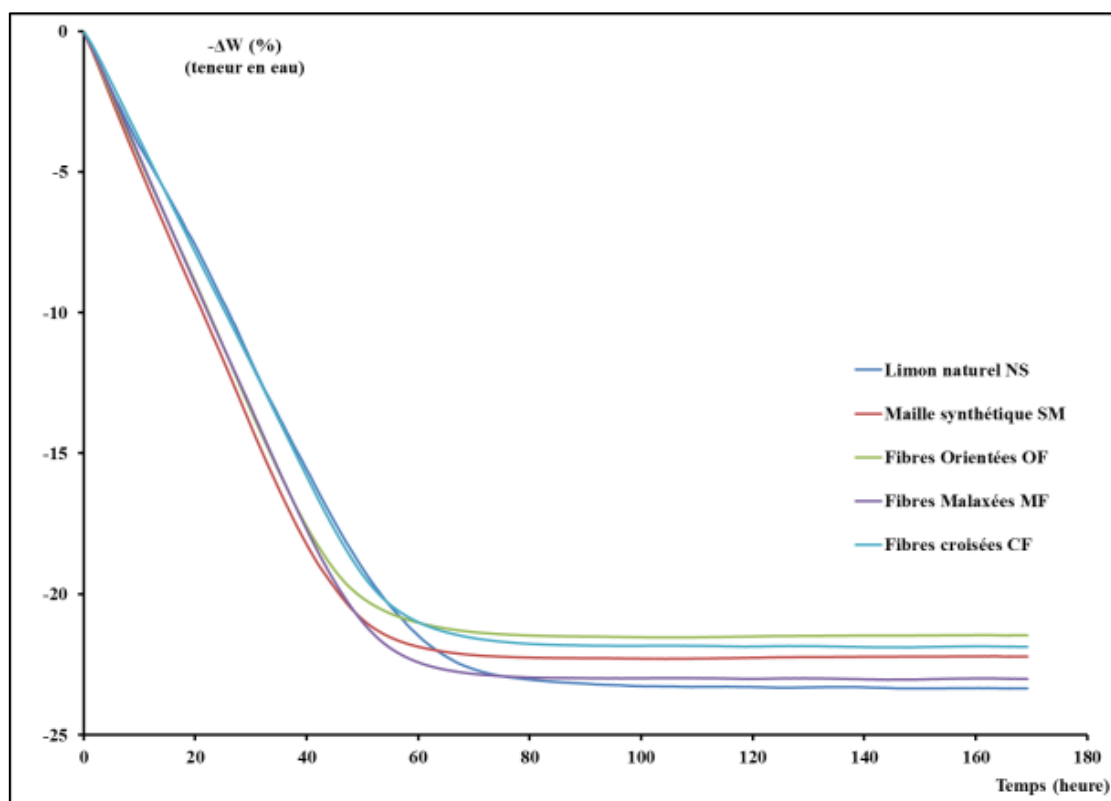


Figure 114. Variation de la teneur en eau. Limon naturel et renforcement

A fur et à mesure du séchage, l'apparition des fissures évolue et par conséquent la densité de fissuration nommée « Crack Ratio » et noté CR (équation (17)). La Figure 115 présente la variation de la densité de fissuration CR en fonction de la teneur en eau pour le limon naturel et pour les différents renforts utilisés. Le limon naturel présente environ 0.9% de surface de fissures par rapport à sa surface totale. La densité de fissuration dans le cas du limon renforcé est de l'ordre de 0.1%. L'ajout des renforts réduit le pourcentage de fissuration d'un facteur d'environ 10 par rapport au cas de limon naturel.

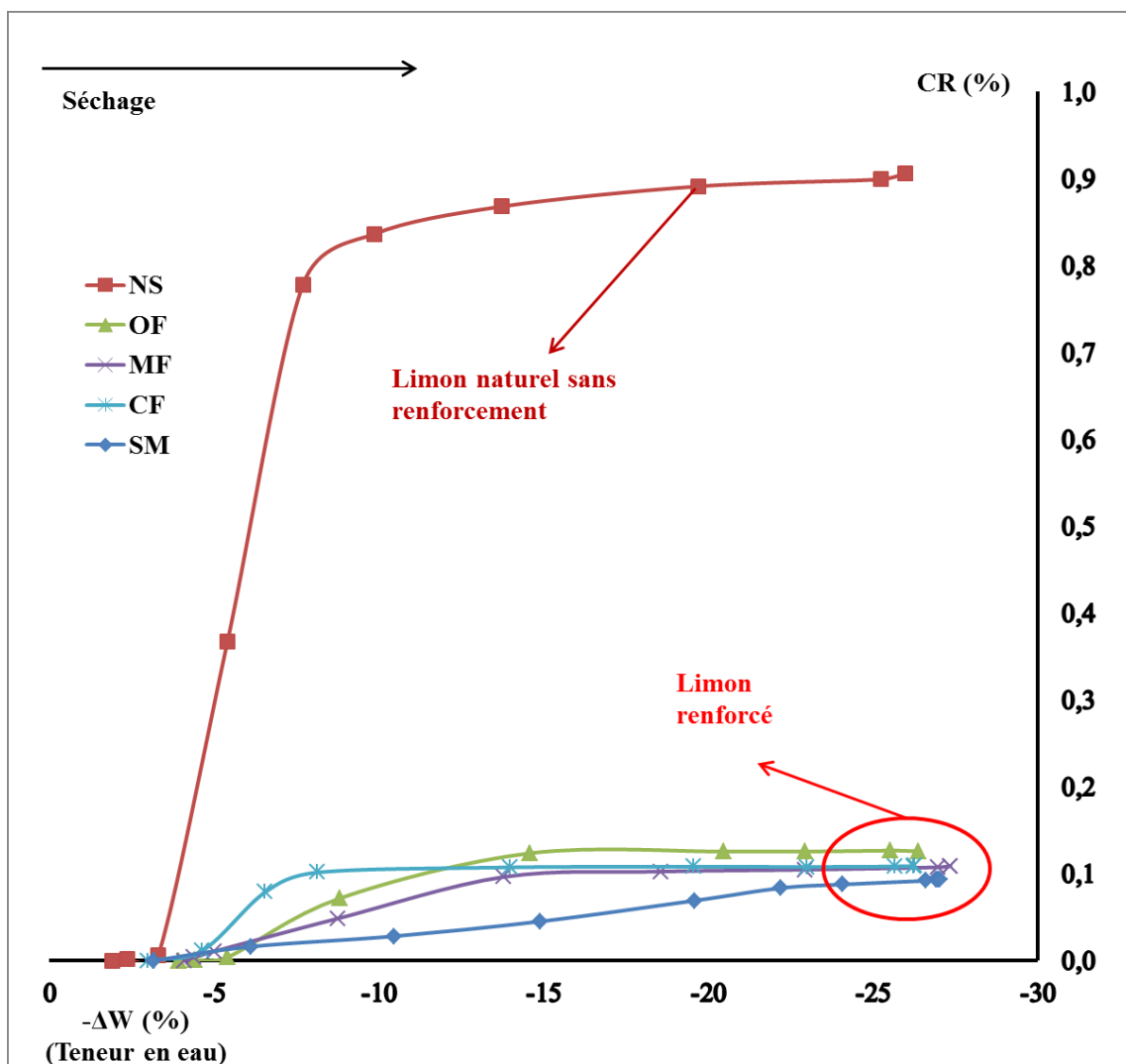


Figure 115. Variation du pourcentage de fissuration en fonction de la teneur en eau.

Dans le cas du renforcement avec la maille synthétique, la vitesse de formation de fissures est plus faible que dans le cas du renforcement avec des fibres de lin (Figure 116). Les fibres synthétiques ont une déformation ultime égale à 541%, plus grande que celle des fibres de lin qui est de l'ordre de 3.3% (Tableau 8 et Tableau 9). L'élongation

importante de la maille synthétique, ajoutée à la continuité des mailles sur toute la longueur de l'échantillon, contribue à une meilleure distribution des efforts de traction provoqués par la dessiccation, et donc, moins de localisation de la rupture, autrement dit, de la fissuration. Ceci n'est pas le cas des fibres de lin qui sont prédécoupées à 7 cm de longueur et donc ne présentent pas une continuité sur toute la longueur du modèle.

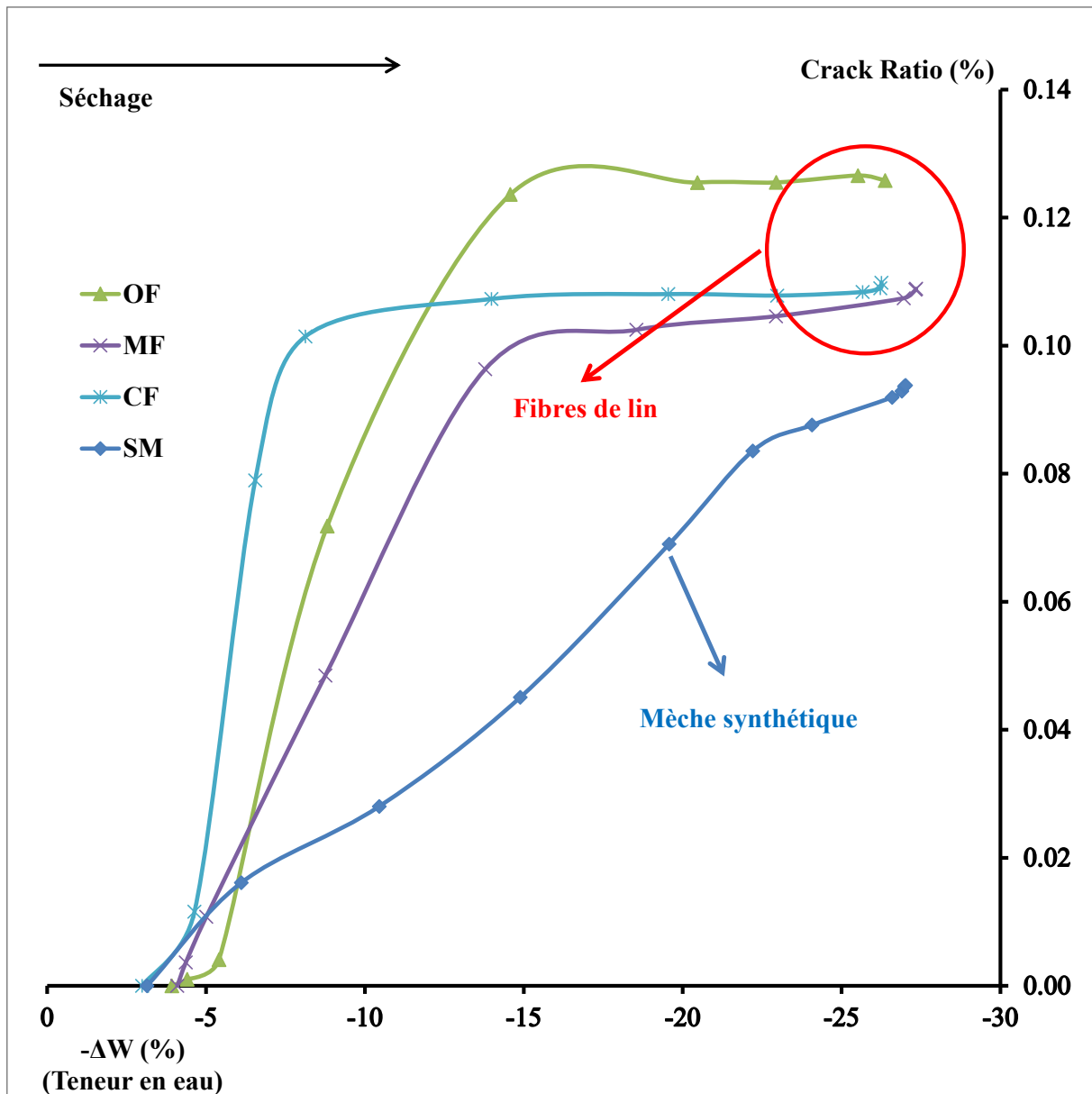


Figure 116. Variation du pourcentage de fissuration pour les échantillons avec renfort.

### B-III-4.2. Déformations principales et relation déformation succion

Avant fissuration, le champ de déformation est déterminé pour chaque type de renforts. La Figure 117 montre la variation de la déformation principale majeure  $\varepsilon_1$  en fonction de la teneur en eau pour les différents échantillons, sauf celui avec l'orientation aléatoire des fibres et ceci à cause d'une mauvaise corrélation d'images lors de l'acquisition. Cette variation est suivie en un point particulier correspondant à l'endroit de l'apparition de la première fissure.

Comme dans le cas du limon naturel (B-III-3.2), la déformation augmente légèrement jusqu'à l'apparition de la première fissure et puis augmente rapidement une fois la fissure ouverte.

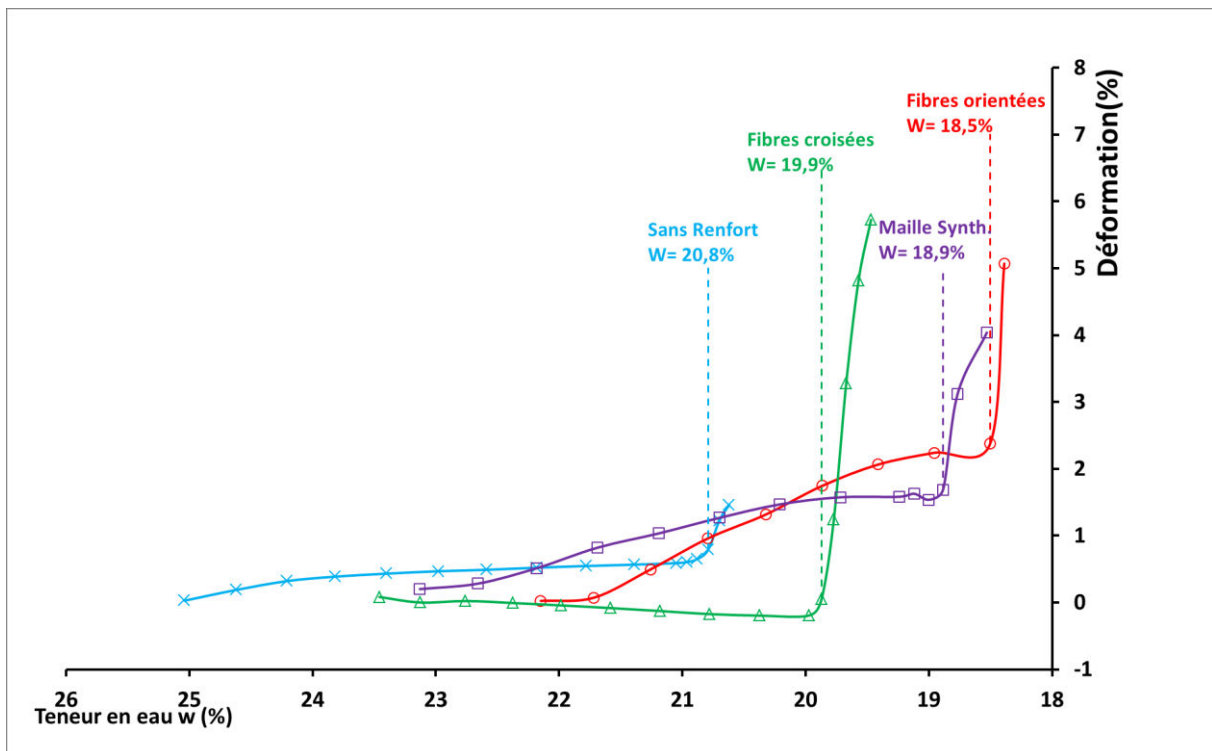


Figure 117. Évolution de la déformation principale majeure durant le séchage

Dans le cas des échantillons avec renforcement, la première fissure apparaît à une teneur en eau plus faible que dans le cas du limon naturel. La première fissure apparaît dans le cas des fibres orientées (OF), fibres croisées (CF) et maille synthétique (SM) à une teneur en eau moyenne égale à 18,5%, 19,7% et 18,8% respectivement. Alors que dans le cas du limon naturel, la fissure apparaît à une teneur en eau plus élevée égale à 20,7%.

En se basant sur les courbes de drainage du limon présentées dans la Figure 101, on peut déduire la succion correspondante aux valeurs de teneur en eau d'apparition de la première fissure pour les différents renforts.

La Figure 118 présente la variation de la succion avec la teneur en eau. Nous avons positionné sur cette courbe les valeurs de teneur en eau d'apparition de la première fissure pour chacun des renforts, et nous avons déduit les valeurs de la succion correspondante. Dans le cas des échantillons renforcés, la succion varie de 30 kPa (cas de limon naturel) à environ 70 kPa (cas des fibres orientées et de la maille synthétique). Puisque l'apparition d'une fissure correspond à une rupture localisée par traction, ces valeurs de succion, interprétées en termes de contraintes capillaires, devraient correspondre aux valeurs de résistance maximale à la traction du matériau.

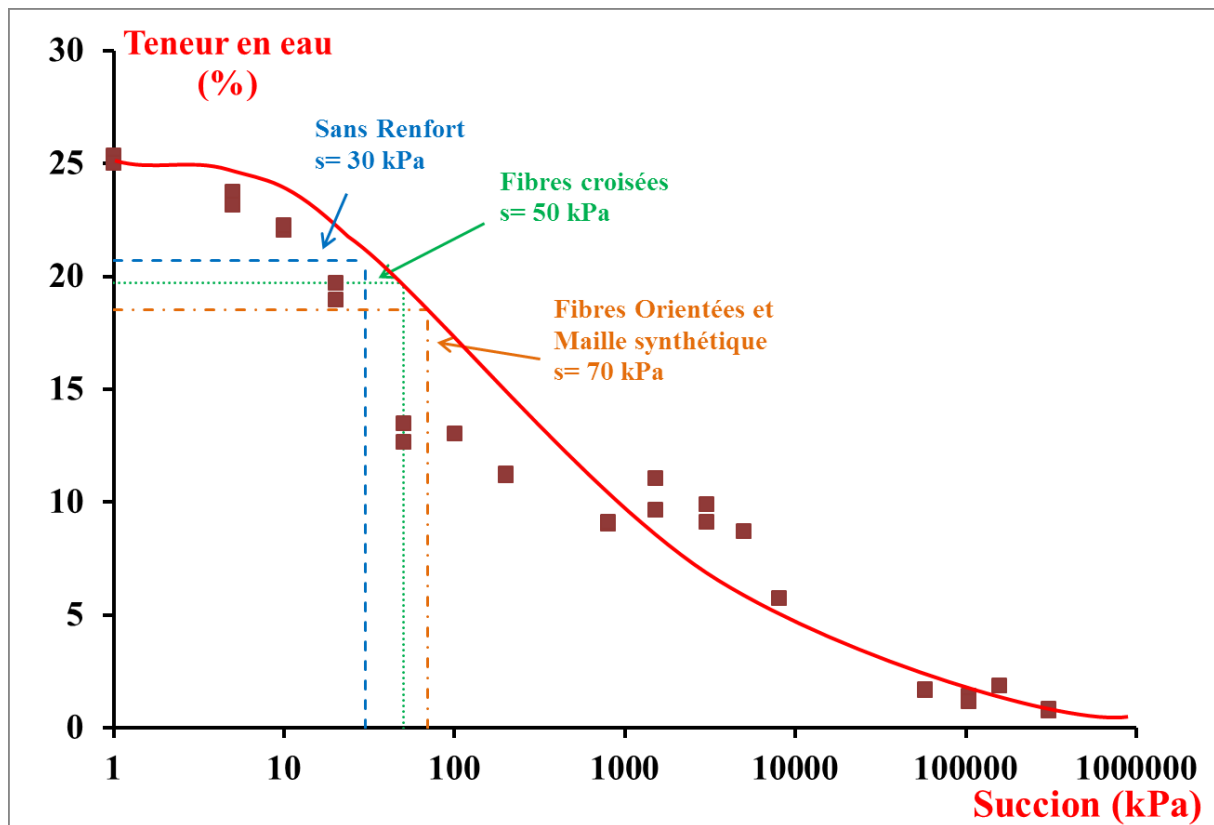


Figure 118. Succion déduite des chemins de drainage

Le retrait volumique global (volumetric shrinkage) est la somme des retraits dans les trois directions : transversale, longitudinale et verticale (négligeable devant les deux autres). La Figure 119 présente la variation du retrait volumique global des différents échantillons, en fonction de la teneur en eau. La variation est assez similaire pour tous les

échantillons. Au début, une augmentation rapide du retrait jusqu'à l'apparition de la fissure, puis une tendance à la stabilisation.

Le retrait volumique final pour les échantillons avec renfort (environ -4%) est plus faible que pour l'échantillon de limon naturel (environ -4.5%). Ceci met en évidence le rôle des renforts dans la réduction du retrait.

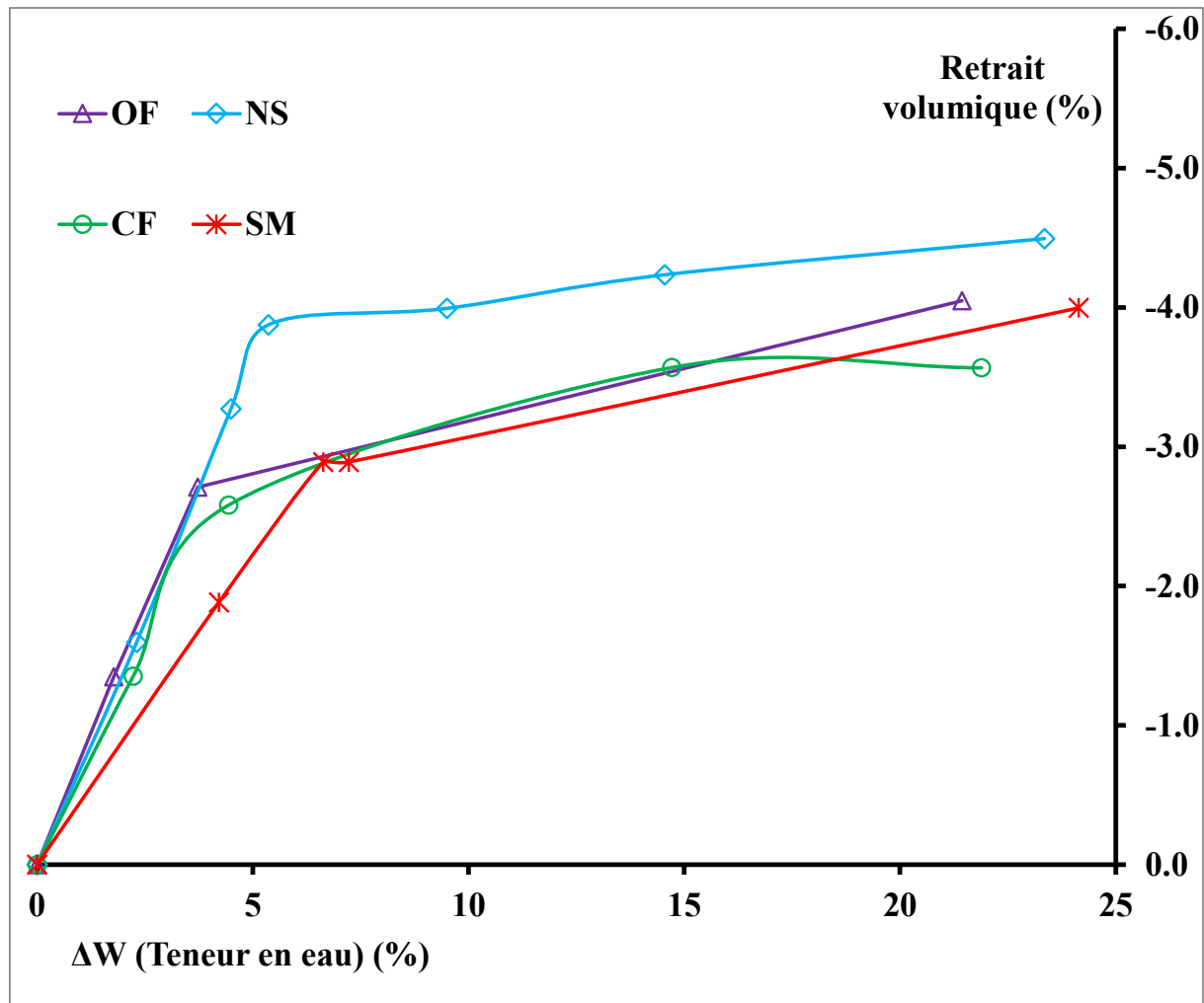


Figure 119. Variation du retrait volumique des différents échantillons (limon naturel et renforcé).

### B-III-4.3. Synthèse et conclusion

On constate que l'ajout des renforts dans les matériaux argileux a deux effets :

- D'une part, il réduit légèrement le retrait volumique, mais d'une manière pas très significative.



- D'autre part, il minimise d'une manière significative la densité de fissuration pouvant atteindre un facteur d'environ 10 par rapport au limon naturel non renforcé.

Par conséquent, le rôle des renforts n'est pas de réduire la déformation homogène mais de rendre le matériau plus ductile en répartissant les contraintes internes de façon plus homogène et donc de réduire les localisations de discontinuité locale autrement dit, la fissuration.

À la suite de la formation de la première fissure, les autres fissures apparaissent rapidement. Le renfort synthétique minimise le pourcentage de fissuration du même ordre que le renfort avec les fibres de lin (0.1%). Il est à noter que la cinétique de propagation des fissures diminue dans le cas du renfort synthétique, elle est plus progressive et plus lente que dans le cas du renfort avec les fibres de lin. On notera aussi que, dans le cas des fibres de lin, l'agencement des fibres (aléatoire ou orienté) n'a pas une influence importante sur le pourcentage de fissuration CR observé.

La succion induit des contraintes internes dans le matériau. Interprétée en termes de contraintes capillaires, ces dernières sont responsables de la formation de la première fissure lorsque le sol atteint sa résistance à la traction.

La résistance du matériau à la traction augmente avec la présence des renforts. Une partie de la contrainte générée par la dessiccation est transmise aux renforts.

### **B-III-5. Effet de l'ajout des liants sur la fissuration du limon naturel**

Afin d'étudier l'effet des liants sur la fissuration, trois formulations à base de limon traité aux liants ont été analysées. L'interprétation des résultats est basée uniquement sur l'analyse des réseaux de fissures et de la densité de fissuration.

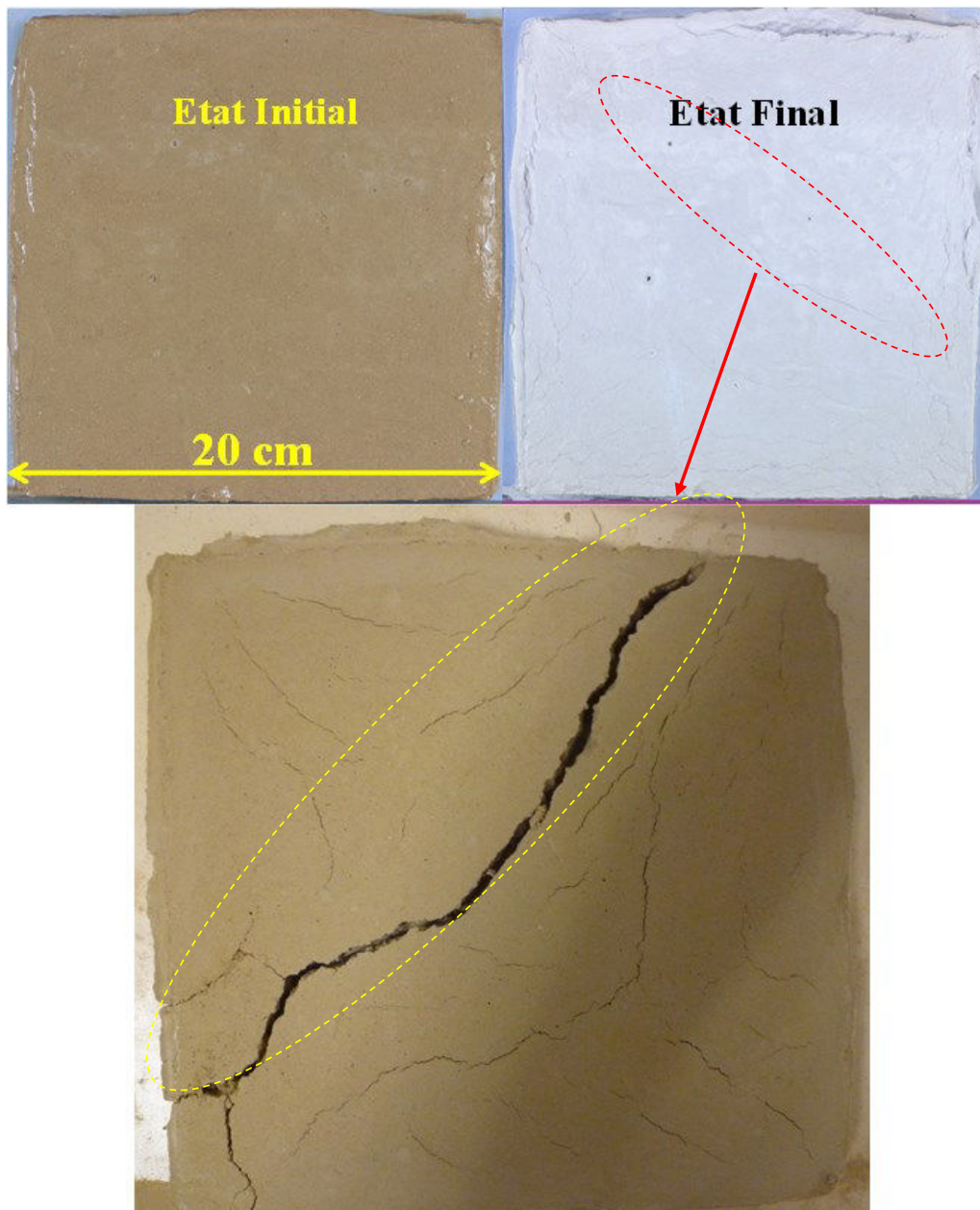
Les trois formulations sont les suivantes :

1. Limon traité avec 3% de chaux.
2. Limon traité avec 8% de ciment.
3. Limon traité avec 3% de chaux et 8% de ciment.

Le limon naturel est humide avec une teneur en eau naturelle de l'ordre de 14%. On lui ajoute la chaux 48h à l'avance comme c'est fait sur chantier. On obtient alors le limon chaulé.

Après 48h on a ajouté la quantité d'eau nécessaire pour avoir une teneur en eau totale de 25%. La chaux a immédiatement absorbé l'eau. Le mélange est devenu difficile à étaler dans le moule, on a alors rajouté une quantité d'eau supplémentaire au mélange. La teneur en eau finale obtenue est égale à 33%.

La Figure 120 présente l'état initial et l'état final de l'essai limon avec chaux ainsi que le réseau de fissures final obtenu à la fin de l'expérience.



*Figure 120. Dessiccation du limon traité avec 3% de chaux. Etat initial, final et réseau de fissures.*

Quelques heures après le début du séchage, une couche blanche s'est formée à la surface de l'échantillon. L'hydratation de la chaux étant terminée, la chaux excédentaire est remontée à la surface avec l'excès d'eau de gâchage. Un affaissement a eu lieu aussi sur les bords de l'échantillon. On remarque sur la surface de l'échantillon un réseau de fissures très fin bifurquant dans différentes directions sans identifier une vraie discontinuité localisée dans l'échantillon.

A la fin de l'expérience, on a retourné l'échantillon afin d'observer si le réseau de fissures était traversant (Figure 120). Cette opération a provoqué une cassure longeant la fissure principale diagonale. Quant aux fines fissures, elles semblent être traversantes le long de l'épaisseur. La teneur en eau résiduelle à la fin de l'expérience est égale à 1.3%.

Les fissures ont commencé à apparaître après une perte de 3% de teneur en eau. La densité de fissuration « CR » augmentait avec la diminution de la teneur en eau jusqu'à atteindre un palier d'environ 0.35% pour une teneur en eau aux alentours de 15% (Figure 124).

### B-III-5.1. Limon traité avec 8% de ciment

Pour le limon traité avec 8% de ciment, le ciment est ajouté directement au limon avec l'eau de gâchage. La teneur en eau initiale est égale à 24.5%. Cette valeur de teneur en eau est celle qui permet une bonne mise en œuvre du matériau et est déterminée préalablement à l'aide des essais d'affaissement au cône d'Abrams.

L'hydratation du ciment en contact avec l'eau s'effectue en général en quatre étapes successives [119] présentées dans la Figure 121, selon le type de ciment:

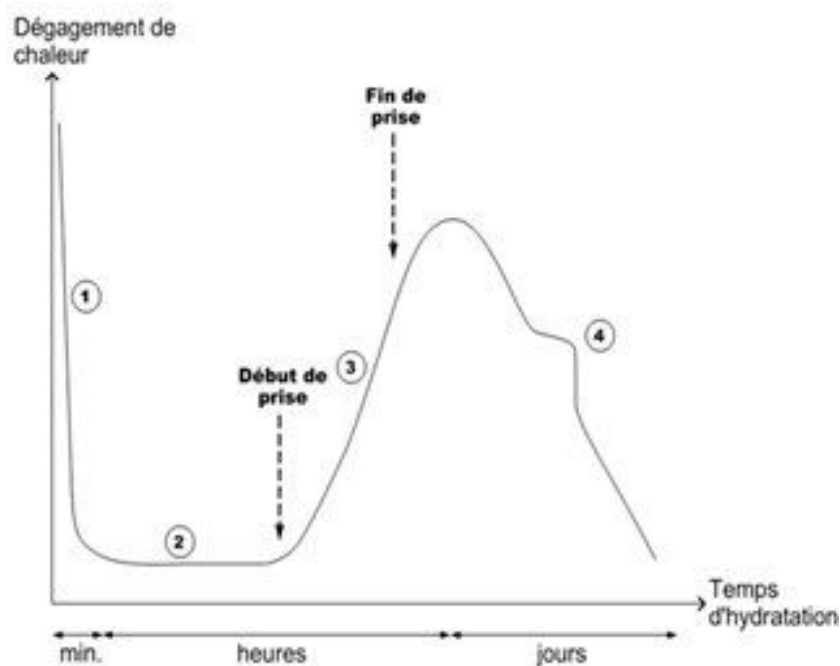
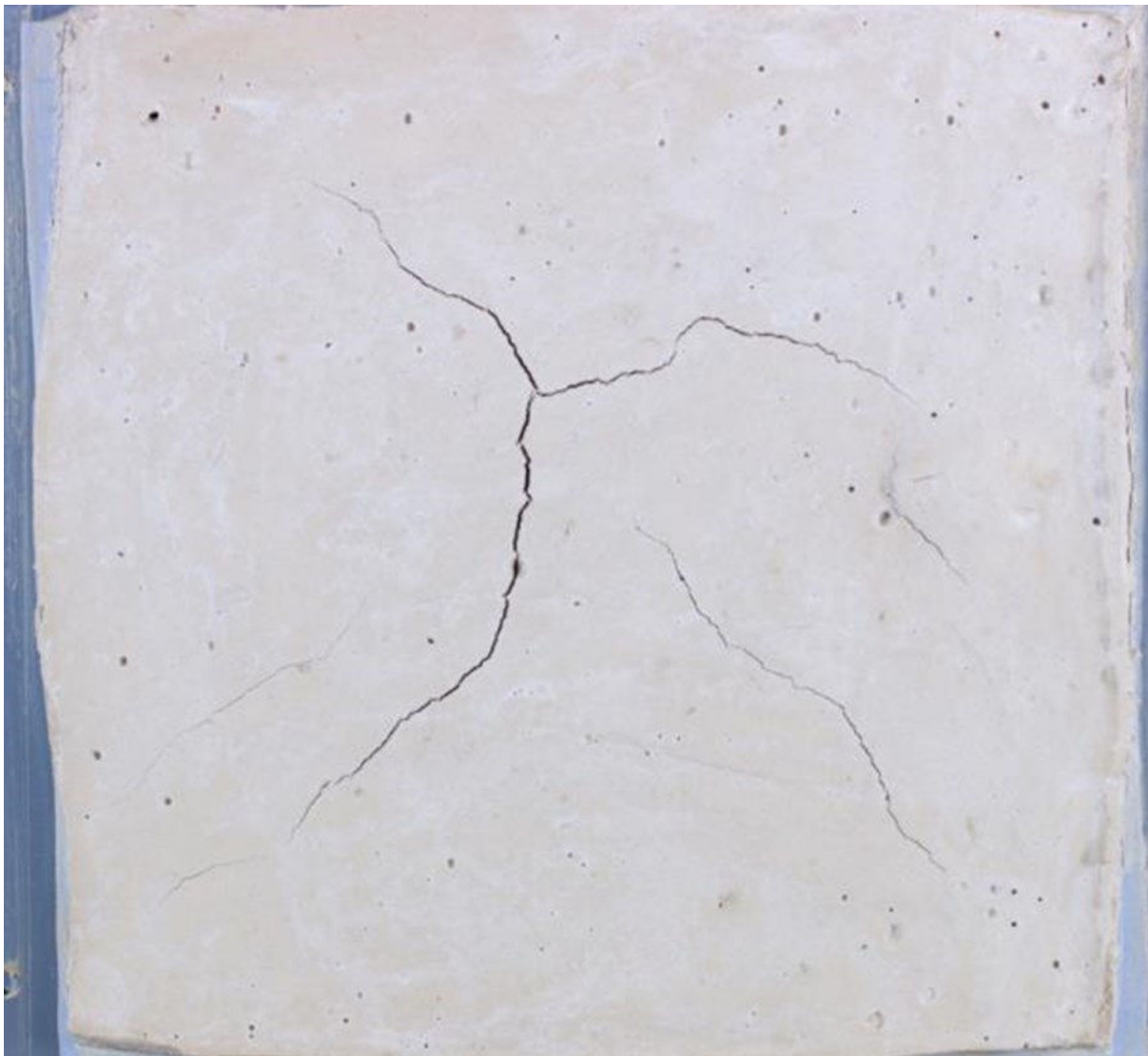


Figure 121. La courbe caractéristique de calorimétrie isotherme d'un ciment [119]

- Etape 1- Réactions initiales : dans cette étape les grains de ciment sont hydratés et dégagent beaucoup de chaleur. Cette étape est rapide et dure quelques minutes.
- Etape 2- Période dormante : durant cette phase, les ions passent en solutions pour se préparer à la prise. Il y a très peu de dégagement de chaleur.
- Etape 3- Période d'accélération : la concentration des ions en solution est suffisamment élevée. La prise du béton débute. Cette étape nécessite un fort dégagement de chaleur. Elle débute environ 4h après l'hydratation et se termine environ 4h après.
- Etape 4- Période de ralentissement : les réactions sont presque terminées et la matrice solide du béton est formée. La chaleur alors diminue.



*Figure 122. Dessiccation du limon traité avec 8% de ciment. Etat final*

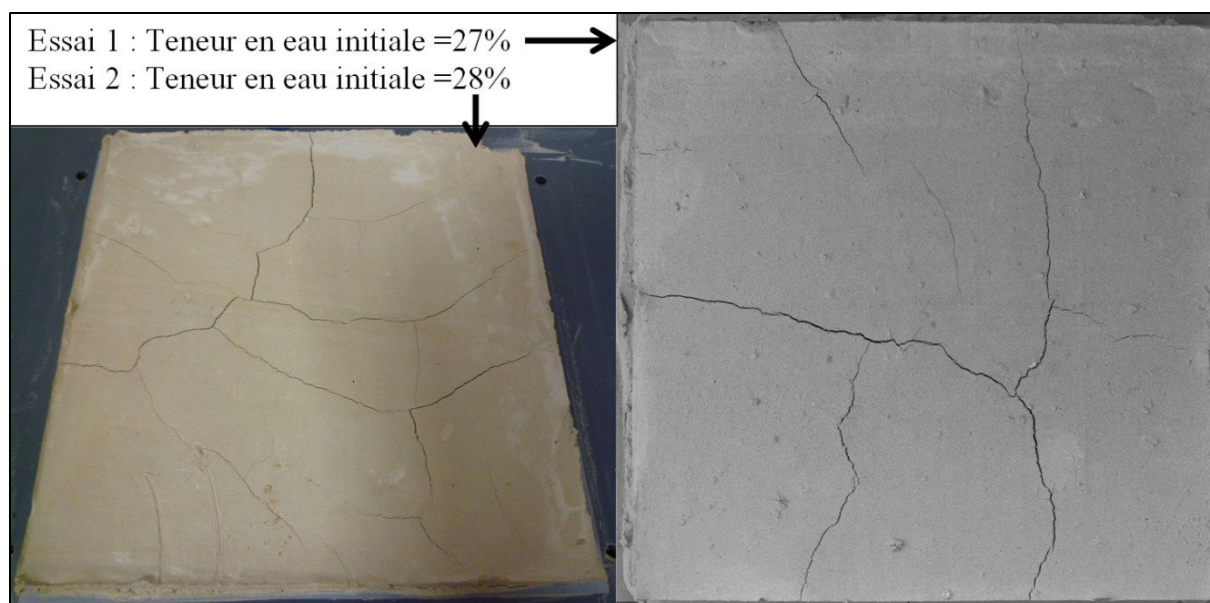
La Figure 122 montre le réseau de fissures à la fin du séchage du limon traité avec 8% de ciment. Les premières fissures sont apparues après 3h de séchage à une teneur en eau aux alentours de 23%. Si on se base sur la cinétique de la Figure 121, ces premières ouvertures de fissures correspondent au début de la période d'accélération, autrement dit, au début de la prise du béton. Les fissures apparaissent rapidement et se stabilisent 1h plus tard correspondant à une teneur en eau de 22%.

La densité de fissuration finale est égale à 0.6% (Figure 124). Cette valeur est supérieure à celle obtenue pour le limon traité avec 3% de chaux car les fissures présentent une ouverture plus large dans le cas du ciment. Le réseau de fissures obtenu à la fin ressemble à celui obtenu dans le cas du limon naturel (Figure 112). Les fissures partent du centre de l'échantillon et font un angle de 120° environ entre elles.

#### **B-III-5.2. Limon traité avec 3% de Chaux et 8% de Ciment**

Pour le limon traité avec 3% de chaux et 8% de ciment, le limon a été chaulé avec 3% de chaux et laissé reposer pendant 48h. Le ciment est ajouté simultanément avec l'eau de gâchage. On a effectué deux essais pour ce traitement pour vérifier la reproductibilité de la fissuration. La Figure 123 présente le réseau de fissures final pour ces deux essais.

On remarque que la densité de fissuration dans les deux essais est très proche. Les fissures sont plus fines et étroites que dans le cas du limon traité avec le ciment seul, et plus large que dans le cas du limon traité avec la chaux seule. Par contre la densité de fissuration CR finale est plus élevée et dépasse légèrement celle du limon naturel sans ajout de liants. Elle est aux alentours de 1.3%.



*Figure 123. Dessiccation du limon traité avec 3% de chaux et 8% de ciment.*

### **B-III-5.3. Synthèse et interprétation**

La Figure 124 présente la variation de la densité de fissuration en fonction de la teneur en eau d'un échantillon de limon naturel renforcé avec des fibres végétales ou synthétiques, et traité avec des liants. Les huit expériences présentées dans la Figure 124 ci-dessous ont été effectuées dans les mêmes conditions de coulage et de séchage. Elles ont été coulées dans un moule carré de dimensions 20\*20 cm et d'épaisseur 16 mm. Le cadre a été retiré à la fin du coulage pour avoir un séchage libre à la surface comme sur les bords des échantillons. Les échantillons reposent sur une base recouverte de téflon afin de minimiser le frottement et permettre une déformation libre.

On remarque que l'ajout des liants au limon naturel n'améliore pas significativement sa densité de fissuration. En général, les liants ajoutés améliorent la résistance à la compression du béton de terre [18]. La résistance à la traction du béton de terre est de l'ordre du dixième de sa résistance à la compression [18]. Cette résistance à la traction reste néanmoins faible. Or la dessiccation d'un sol induit des succions fortes au sein du matériau. Ces succions se traduisent localement par des contraintes de traction suffisamment fortes par rapport à la résistance à la traction du matériau, d'où la fissuration importante observée.

L'ajout de la chaux seule induit des fissures fines et réparties sur la totalité de la surface de l'échantillon, alors que l'ajout du ciment seul induit un réseau de fissures plus

petit et connecté avec des largeurs de fissures plus importantes. La densité de fissuration est alors plus élevée dans le cas du traitement au ciment que celui du traitement à la chaux.

L'ajout simultané des deux liants provoque l'apparition d'un réseau de fissures plus dense, d'où l'augmentation de la densité de fissuration par rapport au limon naturel non traité.

Comme expliqué au paragraphe « B-III-4 », l'ajout des renforts est une méthode plus efficace pour la minimisation de la densité de fissuration des sols argileux lors de leur dessiccation.

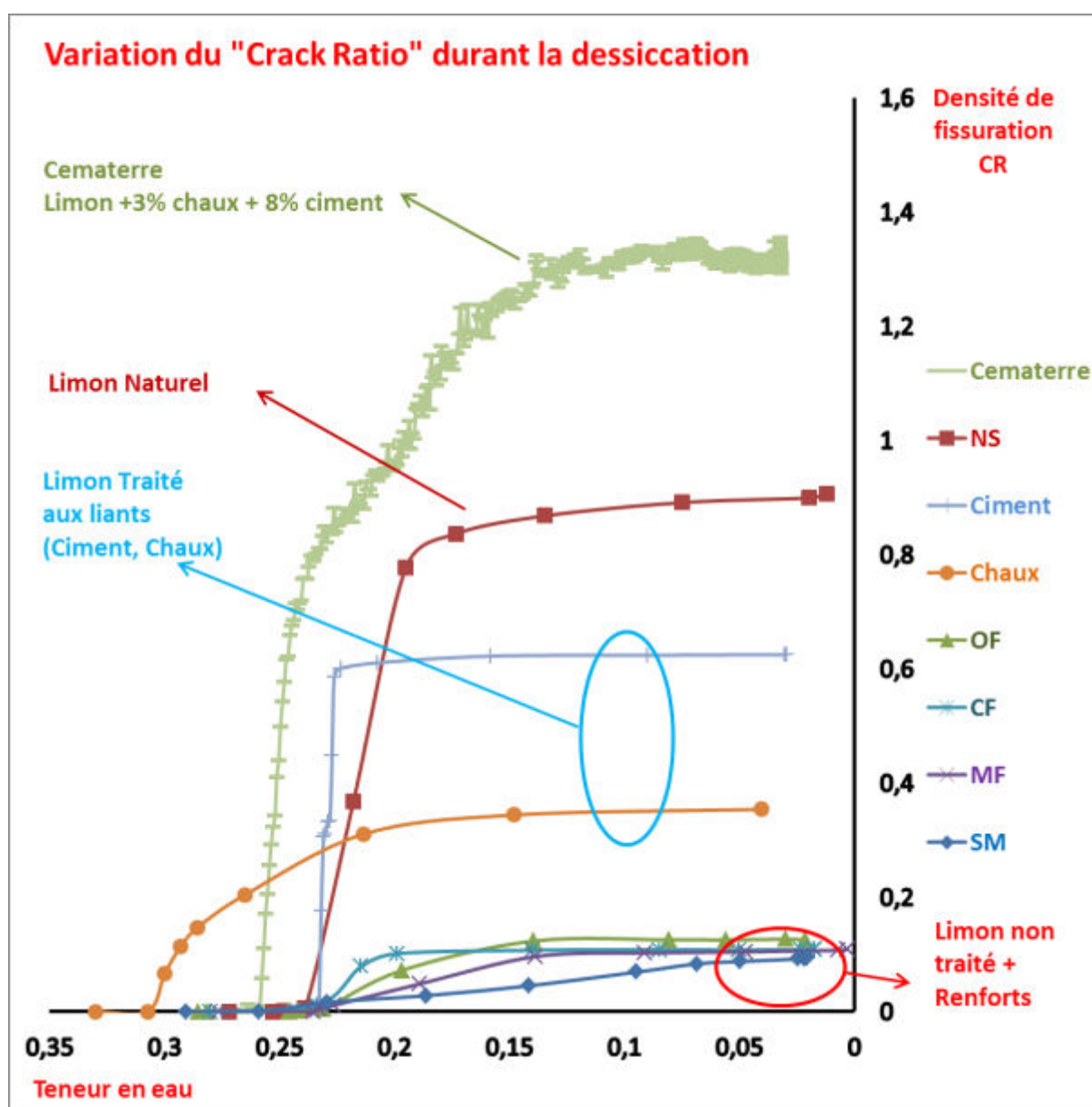


Figure 124. Synthèse sur la variation de la densité de fissuration. Comparaison liants et renforts.



### B-III-6. Localisation des fissures par l'ajout d'un joint

Nous avons montré dans les paragraphes précédents qu'on ne peut pas empêcher totalement l'apparition de la fissuration, mais qu'on peut la minimiser. Dans cette étude, nous tentons de la canaliser et de la localiser dans des endroits bien précis.

Le principe consiste à insérer une inclusion de section triangulaire et de hauteur 1 cm (Figure 100). Deux expériences ont été réalisées :

- L'inclusion est placée au milieu du moule parallèlement aux côtés du carré.
- L'inclusion est placée dans la diagonale du moule.

Les teneurs en eau initiales des essais sont égales à 25% pour le cas du joint placé en diagonale, et 24% pour le cas du joint placé horizontalement.

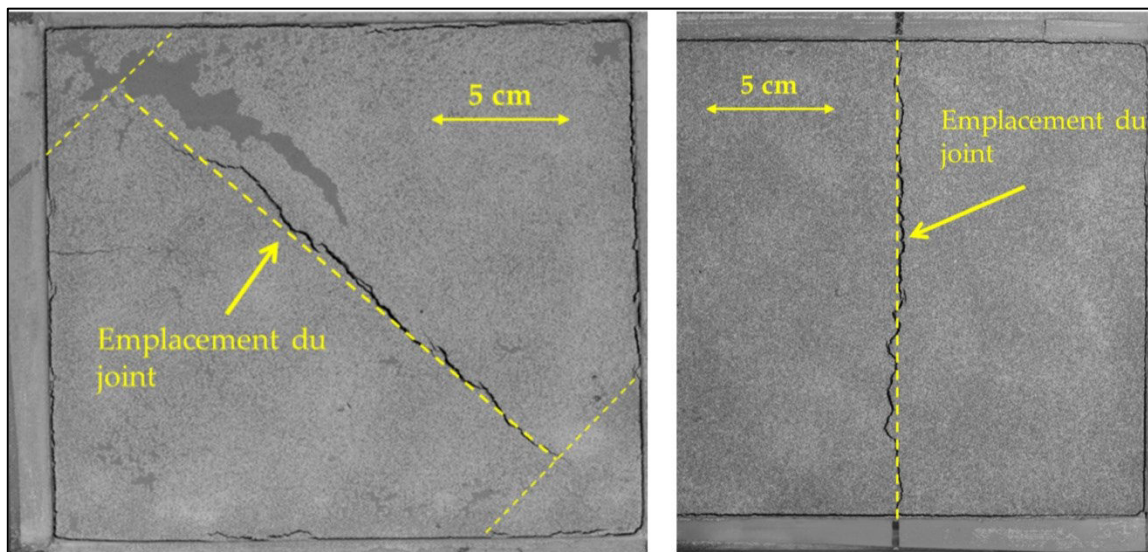
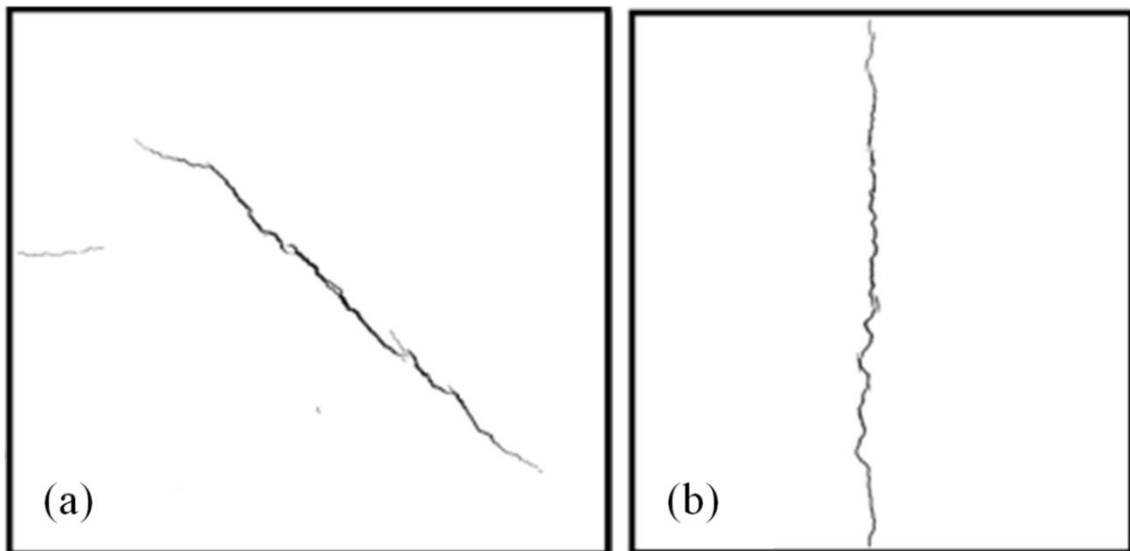


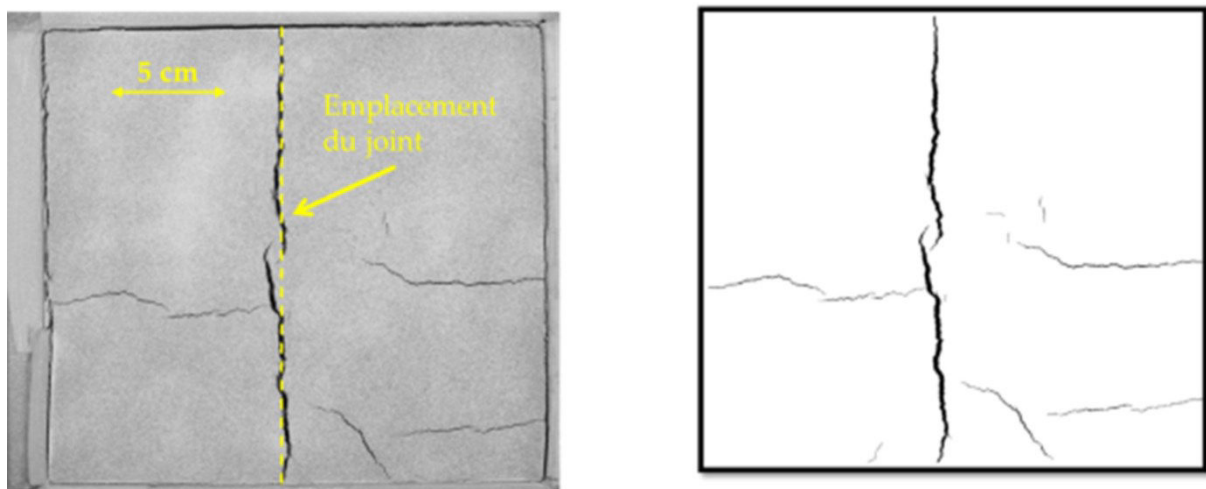
Figure 125. Localisation de la fissure à l'aide d'un joint.



**Figure 126. Réseau de fissures pour les expériences de localisation de la fissuration. Figure(a): joint placé tout au long de la diagonale. Figure (b): joint placé horizontalement.**

La Figure 125 et la Figure 126 montrent le réseau de fissures à la fin de la dessiccation des deux expériences. Nous remarquons que la fissure apparaît exactement à l'endroit où est placée l'inclusion, que ça soit horizontalement ou tout au long de la diagonale. La densité de fissuration est égale à 0.54% et 0.57% respectivement.

Nous avons répété l'essai une deuxième fois avec une teneur en eau initiale supérieure à celle du premier essai, et égale à 32%. L'inclusion est placée horizontalement dans ce cas. La Figure 127 montre le réseau de fissures final à la fin du séchage.



**Figure 127. Localisation de la fissure pour une teneur en eau plus élevée.**

Une fissure principale apparaît à l'emplacement du joint. Elle est plus large que dans le cas du premier essai. Puis des fissures secondaires démarrant des bords de l'échantillon se propagent et rejoignent la fissure principale. La densité de fissuration finale est égale à 1.4%.

Ces résultats montrent que l'ampleur du retrait et donc de la fissuration dépendant de la teneur en eau initiale, le nombre de joint à envisager dans ce cas dépend aussi de la teneur en eau initiale.

## **Chapitre -IV- IMPACT DE L'AJOUT DES GRANULATS SUR LE COMPORTEMENT DES BÉTONS DE TERRE CRUE.**

Nous avons montré précédemment que les matériaux de construction à base de terre crue restent très sensibles à la dessiccation, qui peut avoir pour conséquence l'apparition d'une fissuration conséquente. L'une des idées pour pallier cela tout en restant dans la confection d'un matériau écologique et économique, est l'ajout de granulats de béton recyclés que nous appelons RCA pour « Recycled Concrete Aggregates », dont l'objectif est double :

- Minimiser le retrait.
- Améliorer la résistance mécanique.

Cette démarche a été adoptée dans la nouvelle formulation du béton de terre « Cematerre ».

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats de l'effet de l'ajout des RCA sur le retrait par dessiccation et sur le comportement mécanique. Dans le cas du retrait par dessiccation, deux études parallèles ont été menées : une approche en 2D selon le protocole présenté au paragraphe B-II-3.1, et une approche 1D basée sur la norme NF P18-427 (paragraphe B-II-2.3) appliquée habituellement à l'analyse du retrait du béton de ciment.

### **B-IV-1. Étude 2D de la dessiccation.**

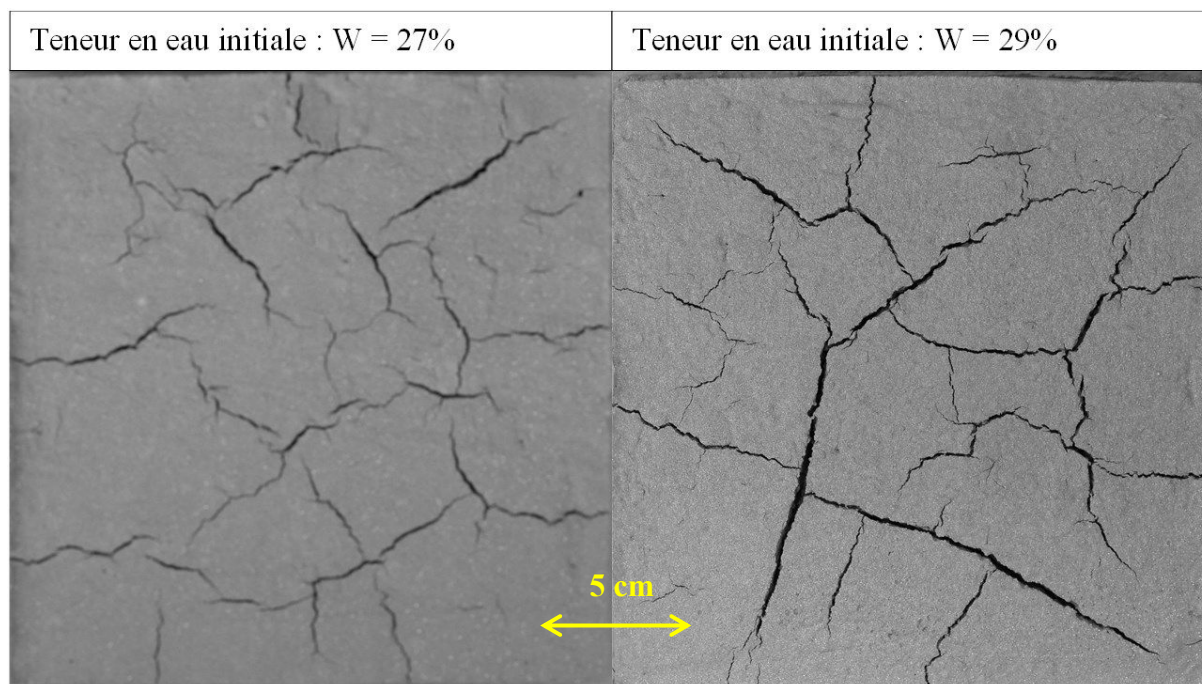
#### **B-IV-1.1. Effet de l'ajout des granulats sur le limon naturel**

Nous avons étudié l'effet de l'ajout de 30% de granulats de béton recyclé RCA sur la densité de fissuration pour deux formulations :

- Formulation à base de limon naturel non traité.

- Formulation à base de limon traité à la chaux et au ciment.

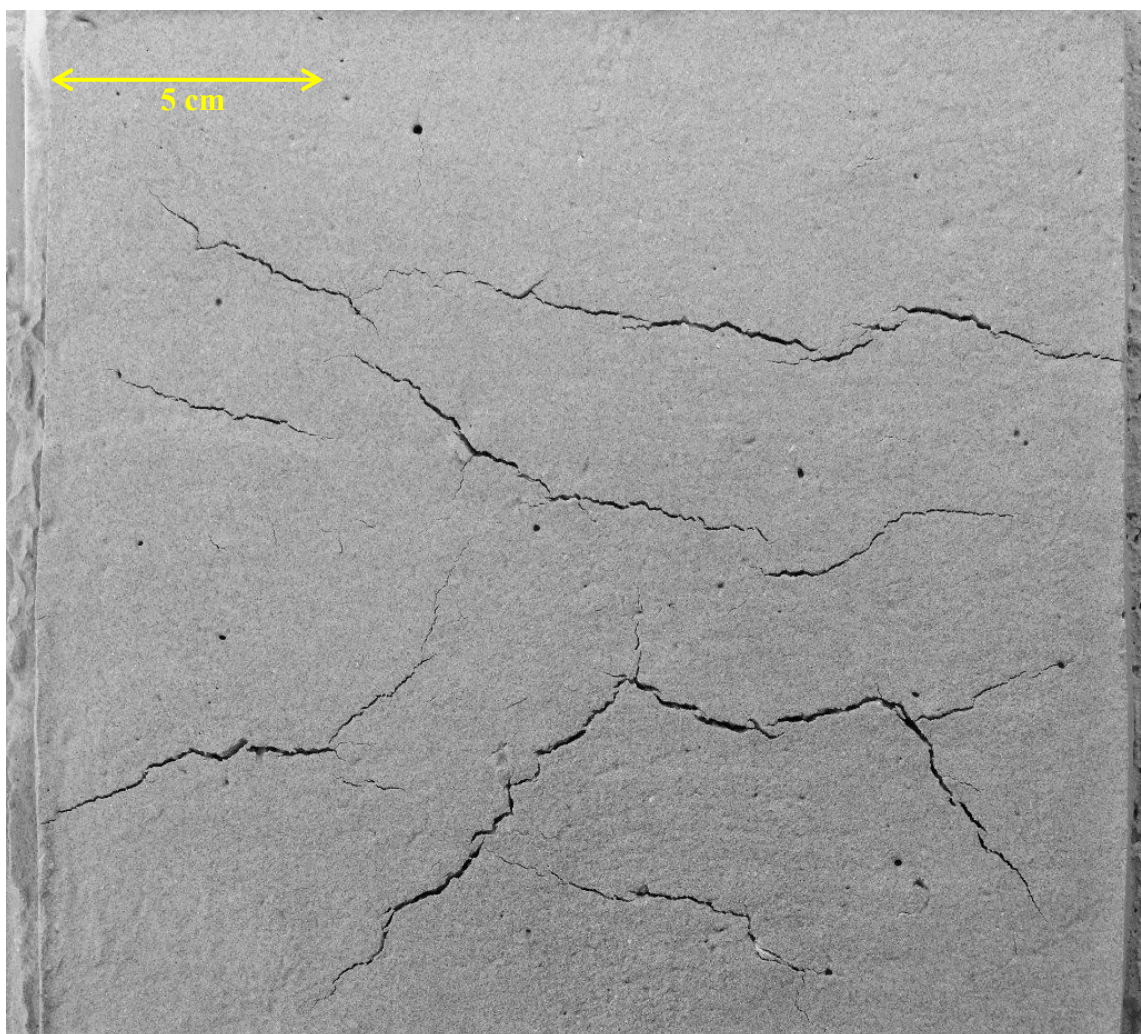
Les granulats ont été tamisés à 8 mm. Les essais ont été effectués avec le même moule de 20\*20 cm et d'épaisseur 16 mm (Figure 97 et Figure 99). Le cadre est retiré au début de chaque expérience.



**Figure 128.** Réseau de fissures d'un mélange de limon naturel avec l'ajout de 30% de RCA.

La Figure 128 présente le réseau de fissures final de deux expériences du mélange limon naturel amendé avec 30% de granulats. Elles ont été préparées avec une teneur en eau initiale de 27% et 29% respectivement. On remarque que l'ajout des granulats au limon naturel augmente la densité de fissuration de l'échantillon. En effet, les granulats de béton recyclé forment une inclusion au sein du matériau. Ils présentent alors un défaut favorisant une déformation locale hétérogène, et par la suite l'apparition des fissures.

La densité de fissuration finale est de l'ordre de 3.5%, soit 3 fois plus grande que dans le cas du limon naturel.



*Figure 129. Réseau de fissures d'un mélange limon traité avec ajout de 30% de RCA.*

La Figure 129 présente le réseau de fissures pour le mélange béton de terre avec l'ajout de 30% de granulats. Nous constatons que les fissures sont plus fines, moins ouvertes et paraissent orientées. La densité de fissuration est de l'ordre de 1.3%.

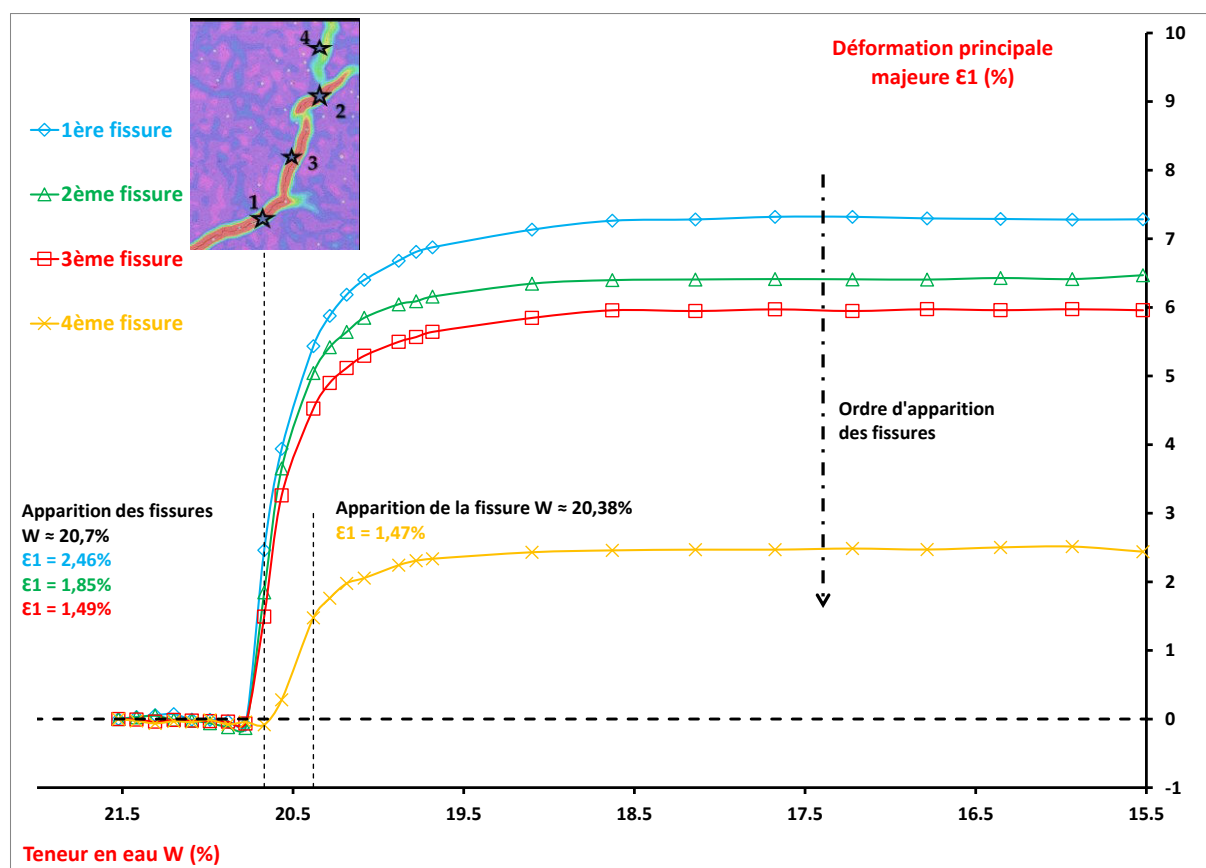


Figure 130. Variation de la déformation principale majeure pendant le séchage pour différentes fissures [116].

Si on s'intéresse à présent au champ de déformation au voisinage des fissures, nous avons représenté sur la Figure 130 la variation de la déformation principale majeure  $\epsilon_1$  durant le processus de dessiccation en un point donné d'une fissure, et ce pour quatre fissures indépendantes et successives.

La déformation est en compression pendant les premières heures de séchage (valeurs négatives ou proches de zéro). Elle augmente soudainement et devient en traction. La fissure apparaît alors et la déformation continue à augmenter jusqu'à atteindre un palier. Les trois premières fissures apparaissent rapidement pour une teneur en eau proche de 20,7%. Les déformations associées à l'apparition de ces fissures sont respectivement 2,46%, 1,85% et 1,49%. La dernière fissure apparaît à une teneur en eau égale à 20,4% avec une déformation égale à 1,47%.

La valeur de la déformation associée à l'apparition de la fissure diminue avec l'ordre d'apparition des fissures. Ceci peut être expliqué par une relaxation des contraintes au sein du matériau due à l'apparition de la première fissure.

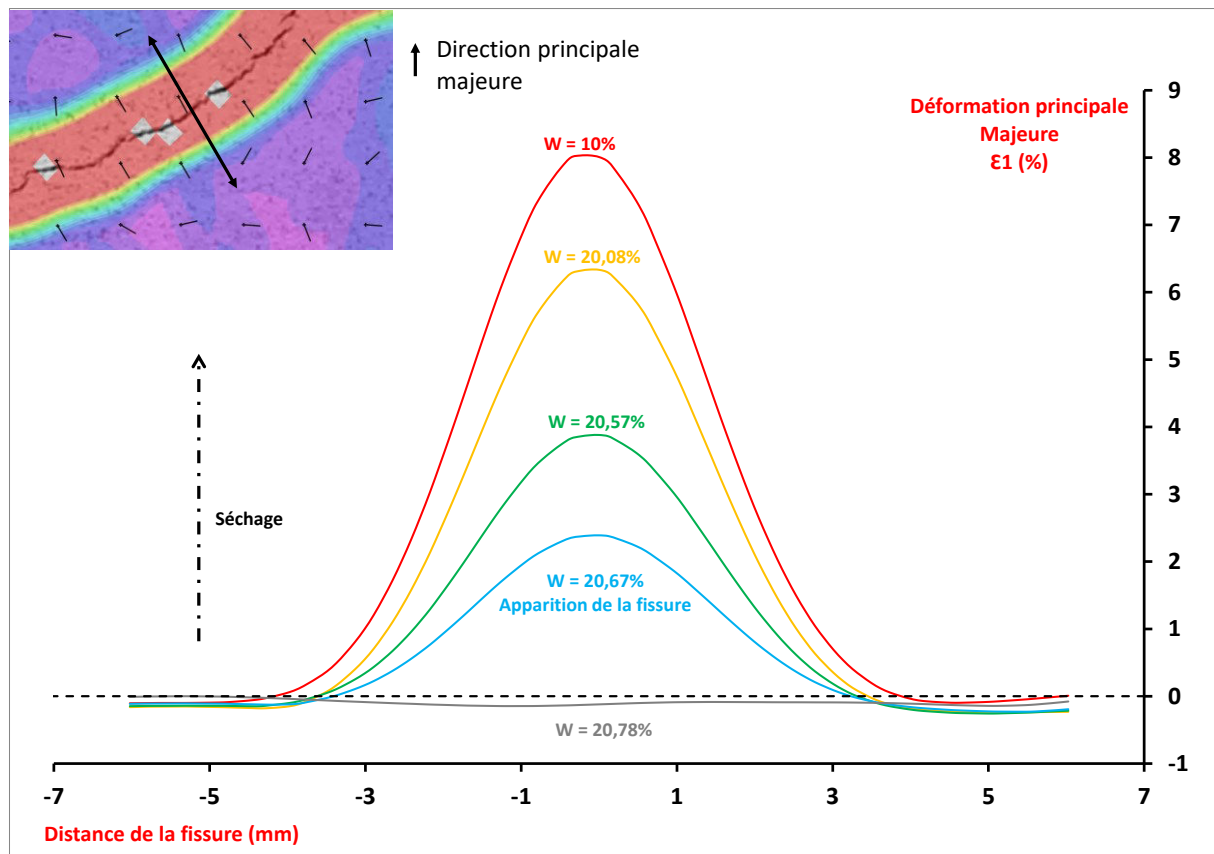


Figure 131. Distribution de la déformation principale majeure autour d'une fissure durant le séchage [116].

La Figure 131 présente la variation de la déformation perpendiculairement à une fissure, comme présenté sur la photo dans le coin gauche de la figure. Les vecteurs figurant sur la photo présente la direction de la déformation principale majeure  $\epsilon_1$ . Aux alentours de la fissure, la direction de  $\epsilon_1$  est perpendiculaire à la direction de la fissure. Ceci représente la direction des contraintes de traction responsables de la rupture et donc de l'apparition des fissures.

La distribution de la déformation autour de la fissure est parfaitement symétrique tout au long du processus de séchage. L'énergie de rupture de la fissure est répartie d'une manière homogène dans le voisinage de la fissure jusqu'à une distance de 4 mm de part et d'autre de la fissure. Le matériau est parfaitement homogène et isotrope.

#### B-IV-1.2. Effet de l'adjuvant

L'effet de l'adjuvant a été étudié dans une formulation nommée G40 et composée en volume de 60% de limon chaulé et 40% de granulats de béton recyclé (Tableau 11).



### B-IV-1.2.1. Densité de fissuration et analyse du retrait global et de la porosité

Les expériences ont été répétées 4 fois afin de vérifier la reproductibilité des résultats. Le Tableau 13 résume les différentes expériences effectuées. Les mesures présentées sont : la densité de fissuration (Crack Ratio), le retrait global, la porosité moyenne et la teneur en eau résiduelle.

**Tableau 13. Résultats des 4 expériences (avec et sans adjuvant)**

		Densité de fissuration CR (‰)	Retrait global (‰)		Porosité finale n (%)	Teneur en eau résiduelle w (%)
			Long.	Trans.		
<b>Avec adjuvant</b>	<i>A1</i>	0	-	-	39.1	3.1
	<i>A2</i>	0.3	3.8	3.4	40.0	3.8
	<i>A3</i>	1.0	3.9	3	40.1	2.8
	<i>A4</i>	0.5	3.0	2.6	-	2.7
<b>Sans adjuvant</b>	<i>W1</i>	2.0	-	-	39.2	3.5
	<i>W2</i>	2.7	3.0	3.2	-	-
	<i>W3</i>	2.5	2.0	2.9	40.1	2.6
	<i>W4</i>	1.7	2.6	2.7	-	2.6

Les expériences effectuées avec l'ajout d'adjuvant sont A1, A2, A3 et A4. Les expériences effectuées sans ajout d'adjuvant sont W1, W2, W3 et W4.

La densité de fissuration pour les échantillons sans adjuvant varie entre 1.7‰ et 2.7‰. La densité de fissuration pour les formulations avec ajout d'adjuvant varie entre 0.3‰ et 1‰. Elle est deux fois plus faible que la densité des échantillons sans adjuvant.

Le retrait global est calculé en soustrayant la largeur finale de l'échantillon à la fin du séchage de sa largeur initiale (20 cm) :

$$\text{retrait} = \frac{(L_0 - L_f)}{L_0} \quad (30)$$

On remarque que les échantillons avec adjuvant présentent un retrait global légèrement supérieur à ceux sans ajout d'adjuvant. Ce résultat est consistant avec les travaux de Jasiczak et al. [120] qui explique que l'adjuvant a un léger effet sur le retrait final des bétons. En effet, l'apparition des fissures durant le séchage freine le retrait global

de l'échantillon, ce qui explique cette différence dans les valeurs du retrait global entre les deux formulations.

D'autre part, la porosité finale moyenne est presque la même pour les 8 échantillons et est égale à une valeur moyenne d'environ 40%. De même la teneur en eau résiduelle est constante autour de  $3.1\% \pm 0.5$ . Elle est légèrement supérieure dans le cas des échantillons avec ajout d'adjuvant.

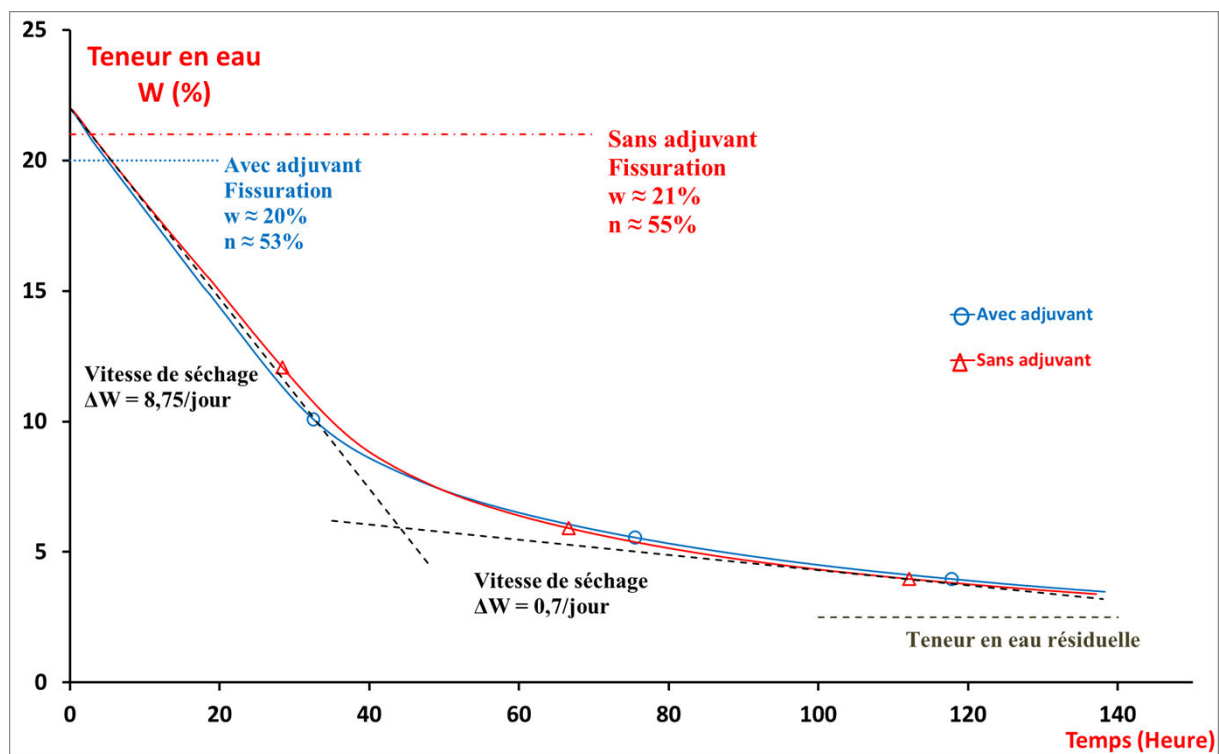


Figure 132. Variation de la teneur en eau. Cas de l'étude de l'effet de l'ajout des adjuvants.

La Figure 132 présente la variation de la teneur en eau de la 4ème série d'expérience (A4 et W4). L'ajout d'adjuvant n'affecte pas significativement le processus de séchage de l'échantillon. La vitesse de séchage des deux échantillons est similaire. Au début du séchage, les échantillons sèchent rapidement, ils perdent linéairement 8.75% de leur teneur en eau par jour. Pendant cette première phase de la dessiccation, toutes les déformations, le retrait et l'apparition des fissures ont lieu et sont stabilisés. Les échantillons continuent ensuite leur séchage sans se déformer jusqu'à atteindre leur teneur en eau résiduelle.

La première fissure apparaît à une teneur en eau moyenne égale à 21% dans l'échantillon sans ajout d'adjuvant (W4), et à 20% dans celui avec ajout d'adjuvant (A4), quelques heures après le début du processus de dessiccation. Tang et al. [77] et Péron et

al. [72] ont expliqué que la première fissure apparaît à un degré de saturation proche de 1. En considérant la saturation égale à 1, on peut calculer la porosité comme suit, avec  $\gamma_s = 2.65 \text{ KN/m}^3$  :

$$n = \frac{W}{S_r} * \frac{\gamma_s}{\gamma_w} \quad (31)$$

La porosité initiale est alors égale à 58%, et la porosité au moment de fissuration est égale à 55% et 53% respectivement pour le test W4 et A4.

#### **B-IV-1.2.2. Analyse du champ de déformation correspondant**

La Figure 133 présente le réseau de fissures final des tests W4 et A4 ainsi que le champ de déformation déterminé par la corrélation d'image avec le logiciel VIC-2D. Les corrélations présentent la déformation principale majeure. Les photos (a) et (c) montrent la déformation du test A4, avec ajout d'adjuvant, et les photos (b) et (d) montrent la déformation du test W4, sans ajout d'adjuvant. Dans le cas de l'échantillon avec ajout d'adjuvant (photo (a)), la fissure est presque invisible. Sa détection était plus facile avec la corrélation d'image.

Le champ de déformation présenté dans les photos (c) et (d) montre la déformation majeure principale  $\epsilon_1$ . Les valeurs varient de -0,5% (couleur mauve) à plus que 6% (couleur rouge). Les valeurs quasi nulles prennent la couleur du bleu foncé. L'échantillon est en compression/traction quand la déformation prend des valeurs négatives/positives respectivement.

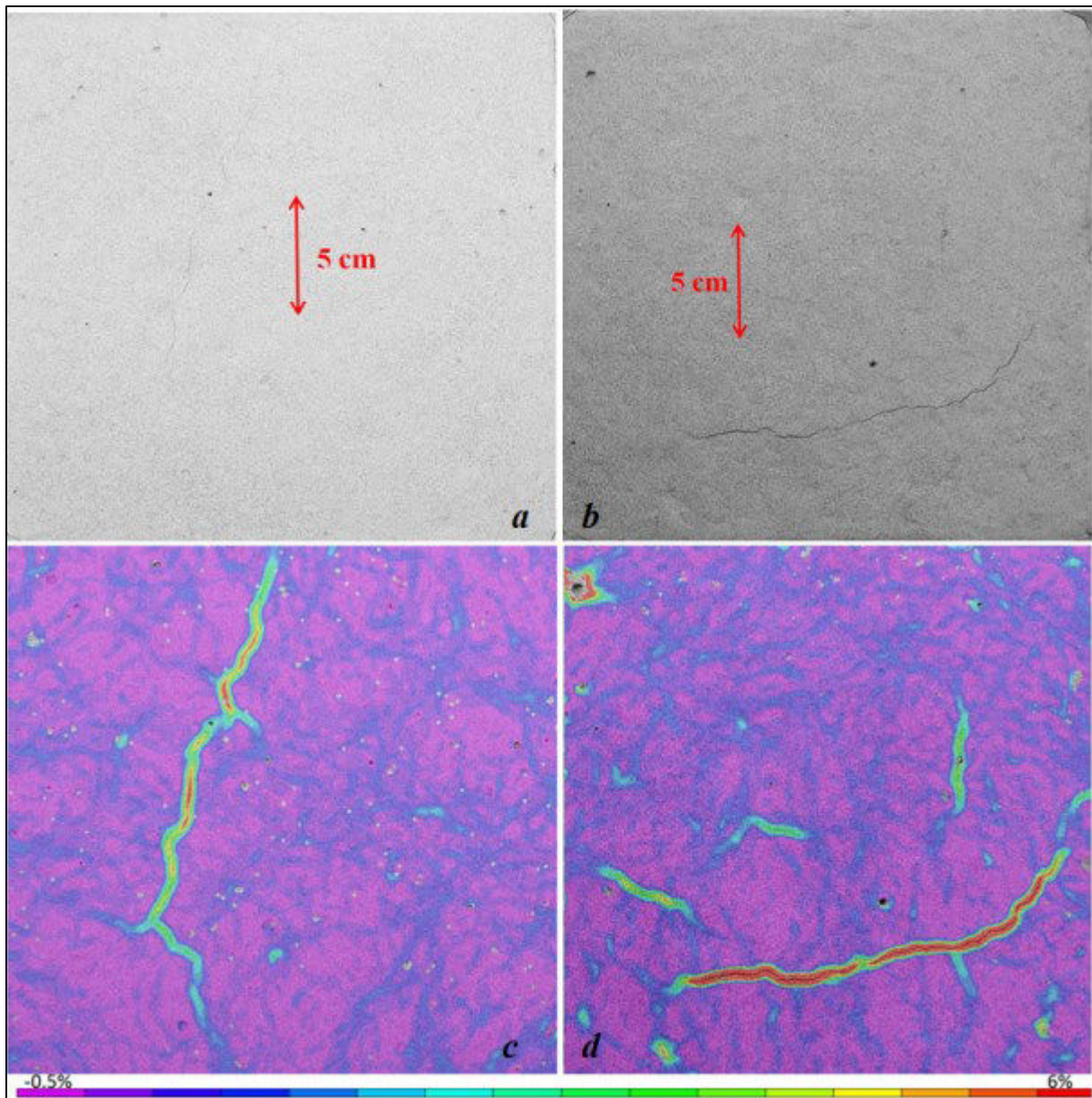


Figure 133. Champs de déformation principale majeure  $\epsilon_1$  pour les expériences A4 et W4 [116].

L'échantillon avec ajout d'adjuvant présente une déformation locale plus faible que celui sans ajout d'adjuvant. La déformation de traction moyenne est environ 3% pour A4 et 6% pour W4. Ceci est en accord avec la différence obtenue dans les valeurs du retrait global. On peut conclure que l'ajout d'adjuvant réduit l'apparition de fissures en augmentant le retrait global de l'échantillon et en réduisant la déformation locale au sein de l'échantillon.

## **B-IV-2. Étude 1D de la dessiccation**

Après avoir analysé l'effet de la dessiccation sur le retrait et la fissuration dans un modèle 2D, nous nous intéressons à présent à l'analyse de l'effet de cette dessiccation sur un modèle 1D basé sur la norme NF P18-427. Deux lots d'échantillons ont été préparés :

- Le premier lot a été préparé en laboratoire, le malaxage des matériaux est effectué manuellement et les moules ont été vibrés par des petits chocs sur la paillasse.
- Le deuxième lot a été préparé sur le chantier, le malaxage des matériaux est effectué avec un malaxeur à rotation planétaire de 150 litres et vibré avec une aiguille vibrante.

### **B-IV-2.1. Variation du retrait linéaire et de la teneur en eau en fonction du temps de séchage**

Pour chaque technique de préparation (au laboratoire et sur chantier), nous avons mesuré le retrait linéaire des cinq formulations présentées dans le Tableau 11. La Figure 134 et la Figure 135 présentent la variation du retrait linéaire en fonction du temps de cure, respectivement pour les échantillons préparés au laboratoire et sur le chantier.

Nous remarquons, que dans les deux techniques, le retrait augmente rapidement au début du séchage jusqu'à 10 jours environ, puis tend vers un palier. Ce palier est presque égal pour les formulations G20 à G50 et légèrement plus faible pour la formulation G57.

Dans le cas des échantillons préparés au laboratoire, le retrait final est environ 1300  $\mu\text{m}/\text{m}$ , et pour ceux préparés sur chantier, il est environ 2500  $\mu\text{m}/\text{m}$ . Les échantillons préparés sur chantier présentent un retrait plus important que ceux préparés au laboratoire, indépendamment du pourcentage de granulats ajoutés.

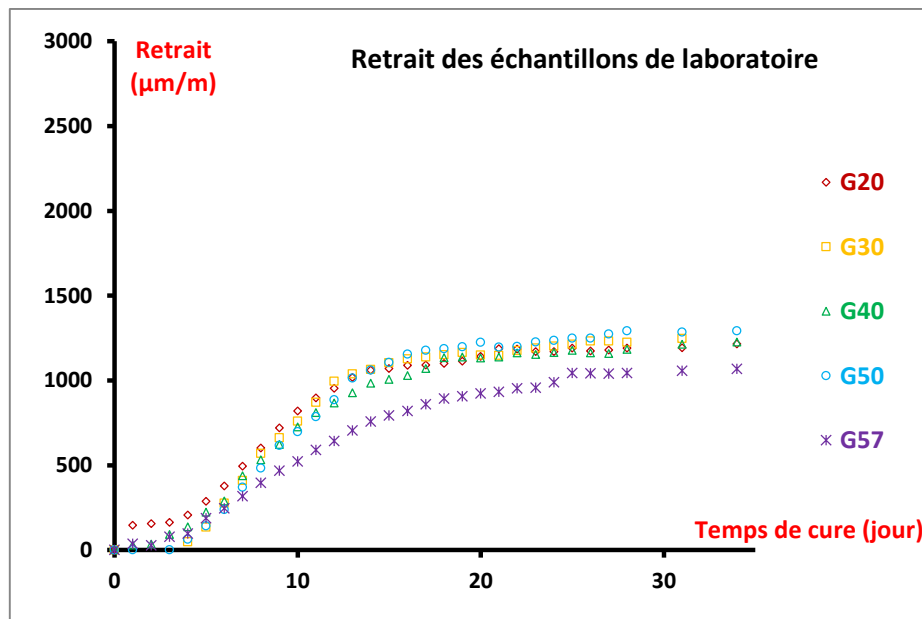


Figure 134. Variation du retrait linéaire normalisé des échantillons préparés au laboratoire.

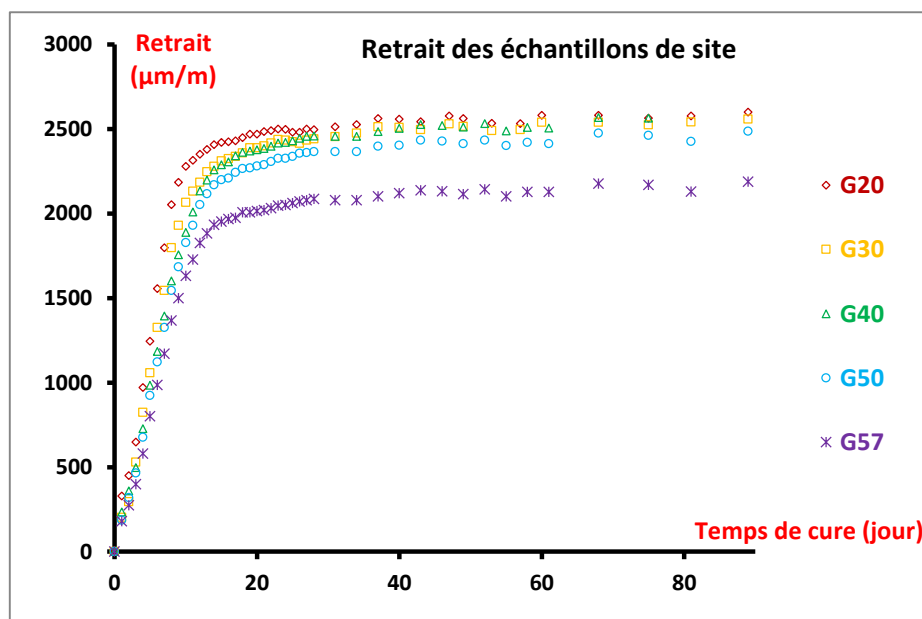


Figure 135. Variation du retrait linéaire normalisé des échantillons préparés sur le chantier.

En superposant sur un même graphique la variation du retrait linéaire de deux formulations extrêmes G20 et G57 (Figure 136), nous pouvons identifier 2 phases :

- 1<sup>ème</sup> phase, le retrait augmente rapidement et atteint 80% à 90% du retrait final.
- 2<sup>ème</sup> phase, le retrait continue légèrement à augmenter jusqu'à atteindre le palier du retrait final.

Nous définissons la cinétique du retrait (shrinkage kinetic) comme étant la pente de la 1<sup>ère</sup> phase, la limite de retrait (shrinkage limit) comme étant l'ordonnée de l'intersection des pentes de la 2<sup>ème</sup> et 1<sup>ère</sup> phase, et le temps d'atteinte de la limite de retrait l'abscisse de cette intersection.

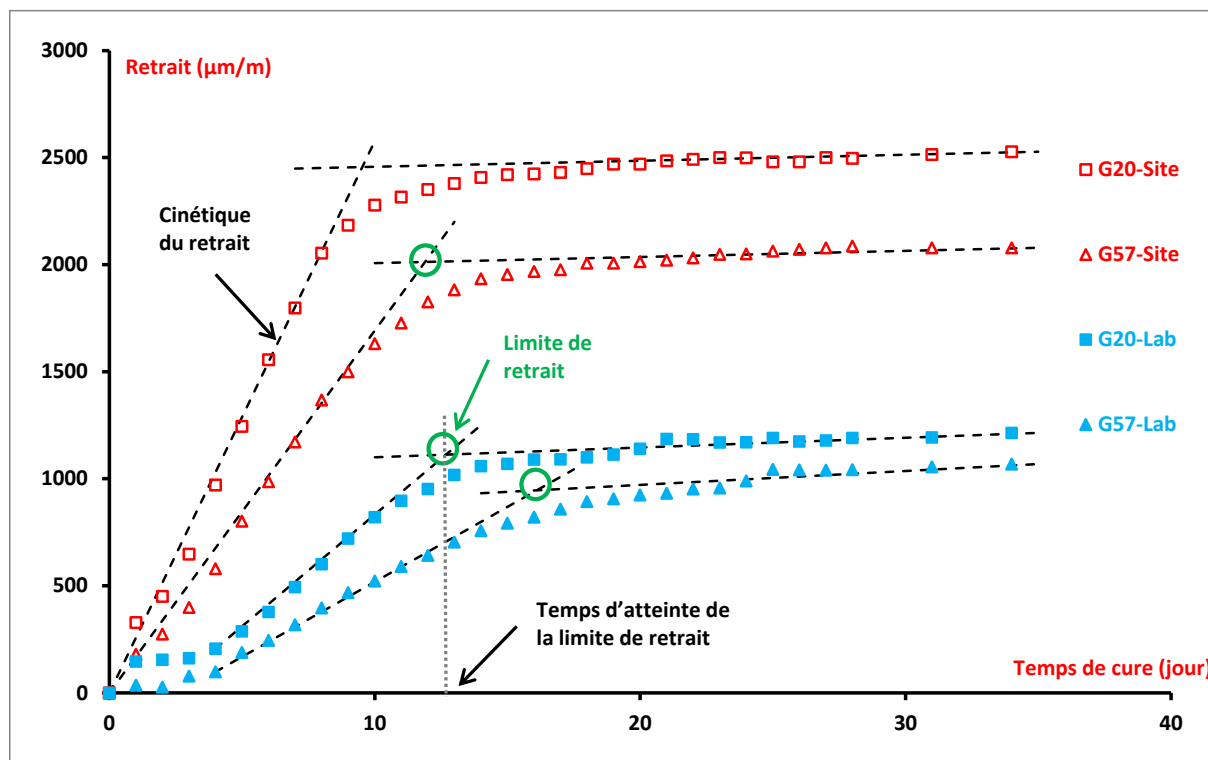


Figure 136. Différentes phases de la variation du retrait linéaire.

La limite de retrait dépend du pourcentage de granulats ajoutés. Elle est atteinte plus tardivement avec l'ajout des RCA. À partir de cette valeur, la variation du volume est très minime.

Pour les échantillons préparés sur chantier, la vibration à l'aide de l'aiguille joue un rôle important sur le retrait linéaire final. Pour une même formulation, le retrait est presque le double par rapport aux échantillons préparés au laboratoire. Pour les formulations G57 et G20, le retrait final est de l'ordre de 1068  $\mu\text{m}/\text{m}$  pour les échantillons préparés au laboratoire, tandis qu'il est de l'ordre de 2079  $\mu\text{m}/\text{m}$  pour ceux préparés sur chantier. De même, la vibration à l'aide de l'aiguille influe sur la limite de retrait ; celle-ci est atteinte plus tardivement dans le cas des échantillons préparés au laboratoire que dans le cas des échantillons préparés sur chantier.

La variation de la cinétique du retrait en fonction du pourcentage de RCA ajouté est présentée dans la Figure 137. Elle diminue avec le pourcentage de RCA ajouté et dépend du mode de préparation des échantillons. Elle est plus élevée dans le cas des échantillons préparés sur chantier que dans le cas de ceux préparés au laboratoire.

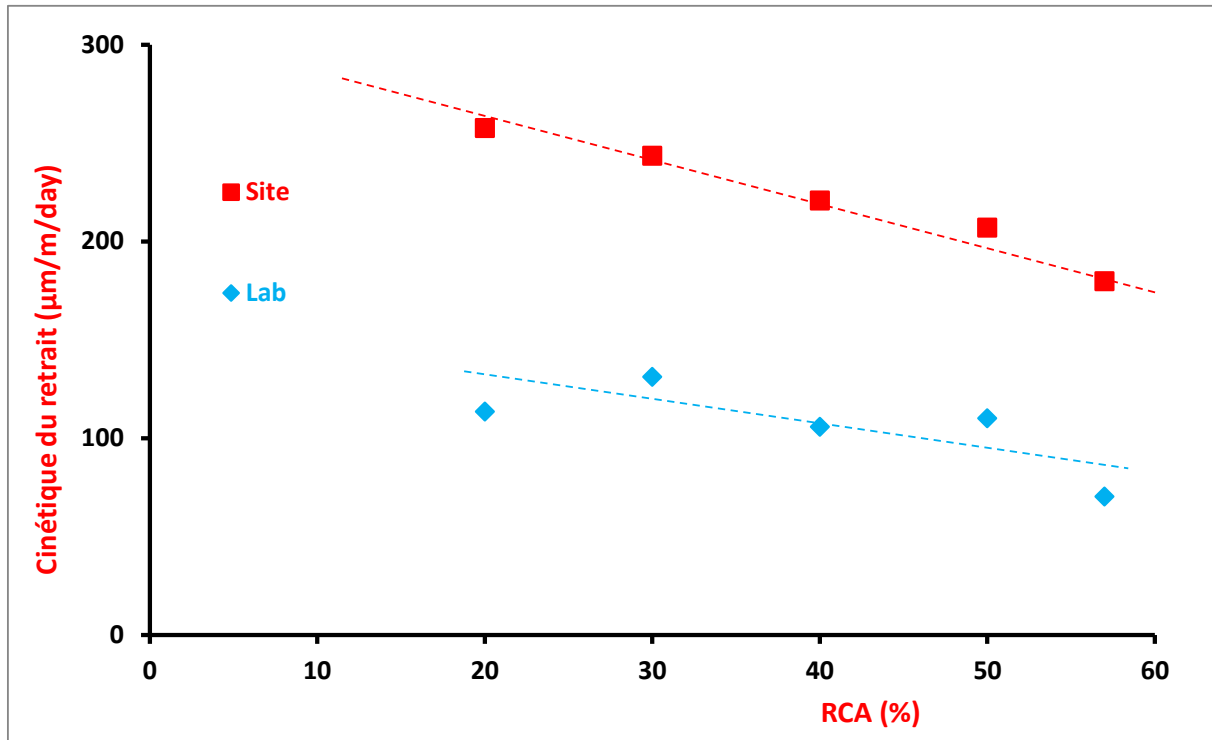


Figure 137. Variation de la cinétique du retrait en fonction du pourcentage de RCA ajouté.

La variation du temps d'atteinte de la limite de retrait en fonction du pourcentage de RCA ajouté est présentée dans la Figure 138. Plus le pourcentage de RCA ajouté est élevé, plus le temps nécessaire pour atteindre la limite du retrait est important. Nous remarquons aussi, que les échantillons préparés sur chantier, atteignent la limite du retrait avant les échantillons préparés au laboratoire. Ce résultat est en accord avec l'hypothèse que le retrait dépend de deux facteurs : le pourcentage de RCA et la technique de préparation des échantillons. Cette dernière joue un rôle dans la répartition des pores au sein du matériau.



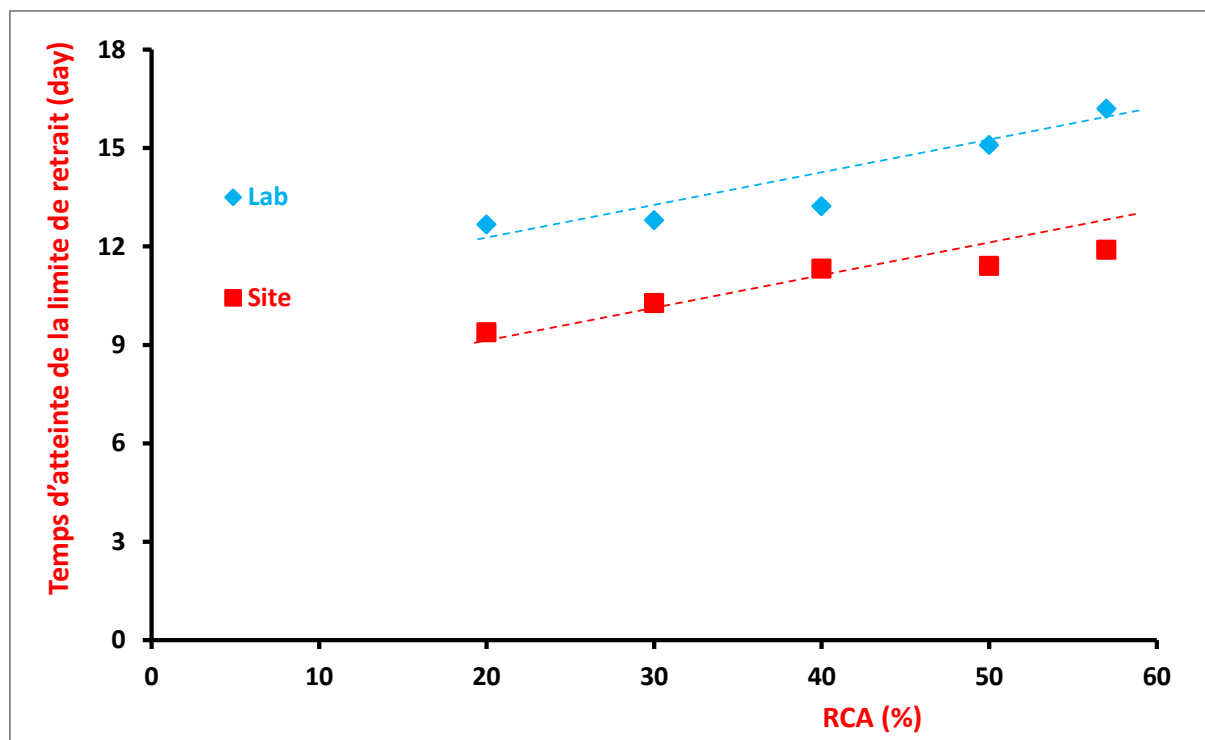


Figure 138. Variation de temps d'atteinte de la limite de retrait en fonction du pourcentage de RCA ajouté.

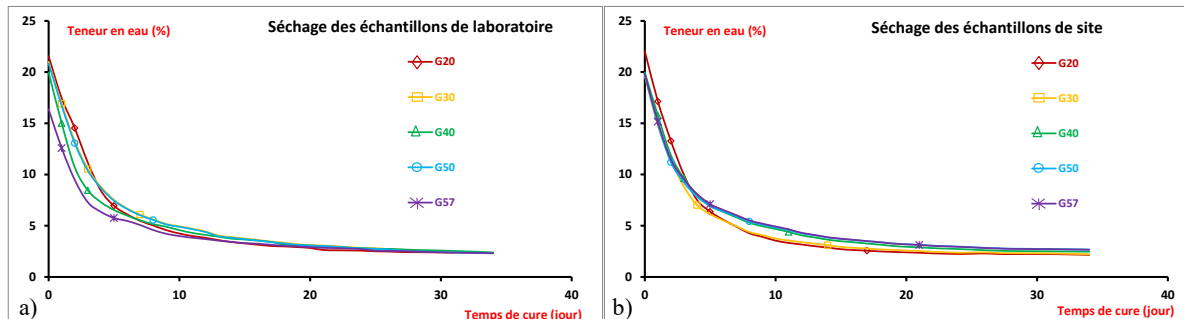


Figure 139. Variation de la teneur en eau pour les cinq formulations. Photo (a) : échantillons préparés au laboratoire, et photo (b) : échantillons préparés sur chantier.

Avant chaque mesure de retrait linéaire, les échantillons sont pesés afin d'obtenir la perte d'eau. À la fin du suivi du retrait linéaire, 35 jours environ, la teneur en eau résiduelle des échantillons est mesurée, et la variation de la teneur en eau en fonction du temps de cure est calculée à partir des pesées de perte de masse (Figure 139).

Nous remarquons deux phases de séchage : pendant les 7 premiers jours, la teneur en eau diminue rapidement et puis tend vers une teneur en eau résiduelle. Ce résultat est similaire à celui des échantillons de limon naturel (Figure 108). La teneur en eau varie

d'une façon similaire pour les échantillons préparés sur chantier et au laboratoire (Figure 140). Ce résultat montre que les échantillons contiennent approximativement la même quantité d'eau et que la variation du retrait linéaire dépend uniquement du pourcentage de RCA ajoutés.

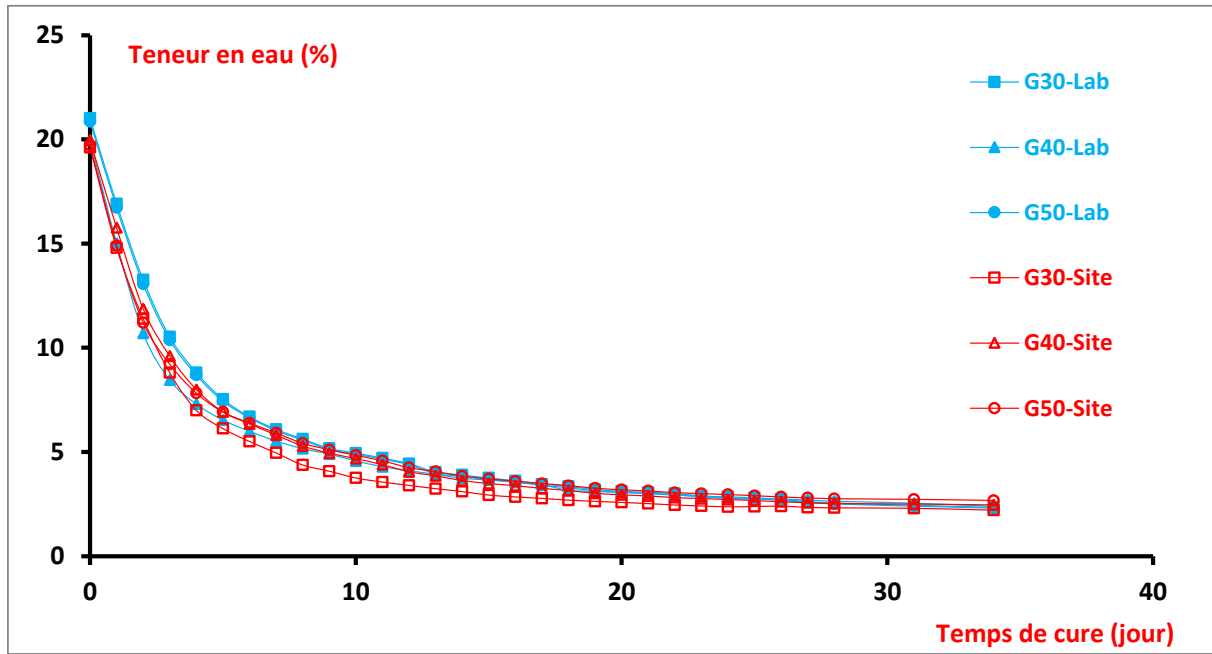


Figure 140. Variation de la teneur en eau pour les échantillons préparés sur chantier et au laboratoire.

Différentes études ont montré que le retrait des bétons dépend de la cinétique de séchage [121] [122] [123] [124] [125] [126] [127]. La variation de la teneur en eau et celle du retrait linéaire en fonction du temps de séchage sont présentées sur la Figure 141. Nous constatons une variation symétrique, ceci est en accord avec l'idée que le retrait dépend initialement de la variation de la teneur en eau, et donc de la cinétique de séchage. Hwang et Young [128] ont présenté des résultats similaires sur une pâte de ciment.

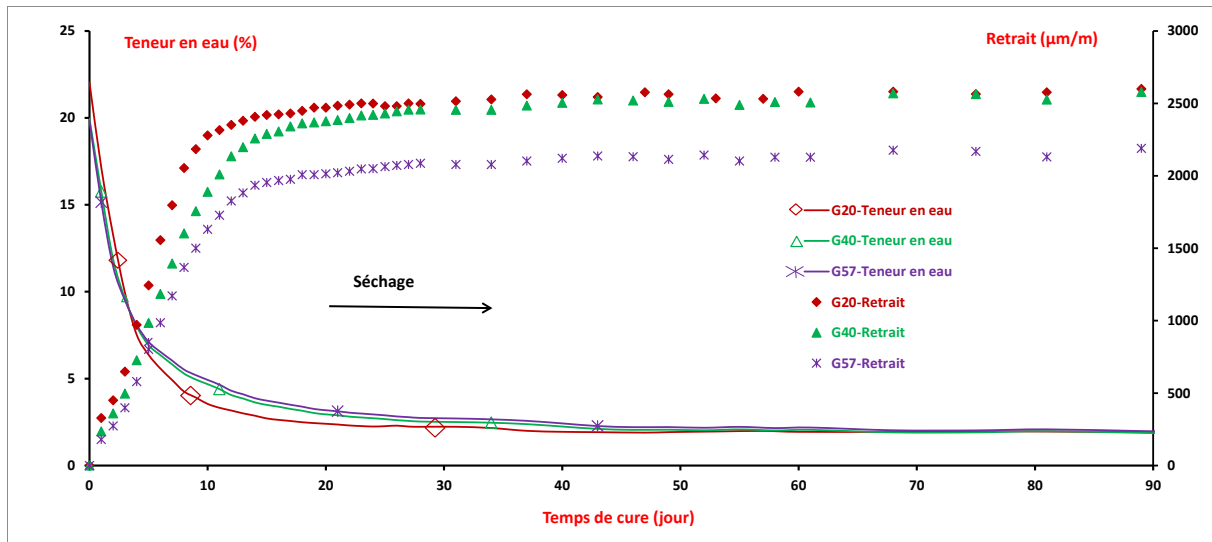


Figure 141. Variation de la teneur en eau et du retrait linéaire en fonction du temps de séchage.

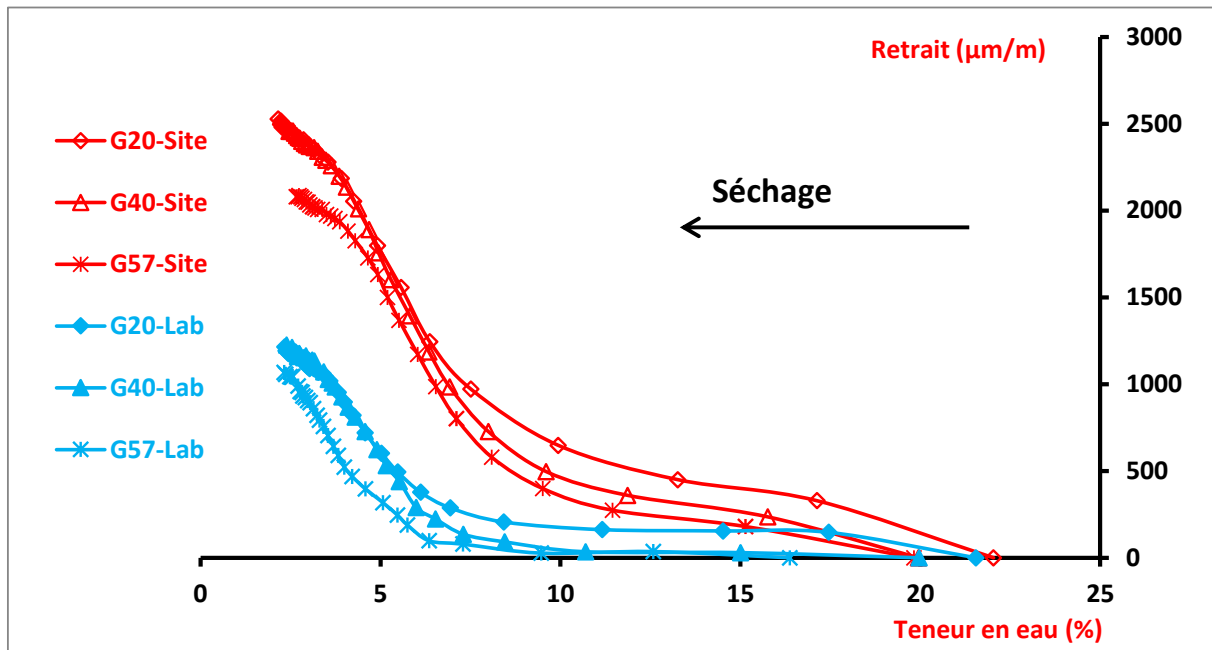


Figure 142. Variation de la teneur en eau en fonction du retrait linéaire.

La Figure 142 présente la variation de la teneur en eau en fonction du retrait linéaire. Cette variation est non linéaire et elle est similaire à celle trouvée par Sakata et al. [124] mais elle diffère de celle trouvée par Wittnam et al. [129].

Dans notre cas d'étude, la variation de la teneur en eau des échantillons, et donc la vitesse de séchage, est identique pour les deux techniques de préparation du retrait linéaire. Cependant, ces deux techniques présentent une valeur de retrait final différente pour une

même formulation. Nous considérons alors que la distribution du réseau poral des échantillons joue un rôle important dans la variation du retrait.

#### B-IV-2.2. Étude du réseau poral des échantillons de béton de terre amendé avec les RCA

La porosité moyenne des échantillons a été mesurée par pesées immergées (paragraphe B-II-2.4.1). La distribution des pores est mesurée à l'aide d'un porosimètre à mercure (paragraphe B-II-2.4.2). La Figure 143 présente la porosité moyenne des différents échantillons selon les deux techniques de préparation. Les échantillons préparés au laboratoire ont une porosité moyenne égale à ceux préparés sur chantier, à l'exception de celui de G57 qui présente une porosité plus faible pour les échantillons préparés au laboratoire. De même la porosité moyenne est presque la même pour les différentes formulations, aux alentours de 40%. Notons que cette valeur est nettement supérieure à celle du béton classique qui est de l'ordre de 15%.

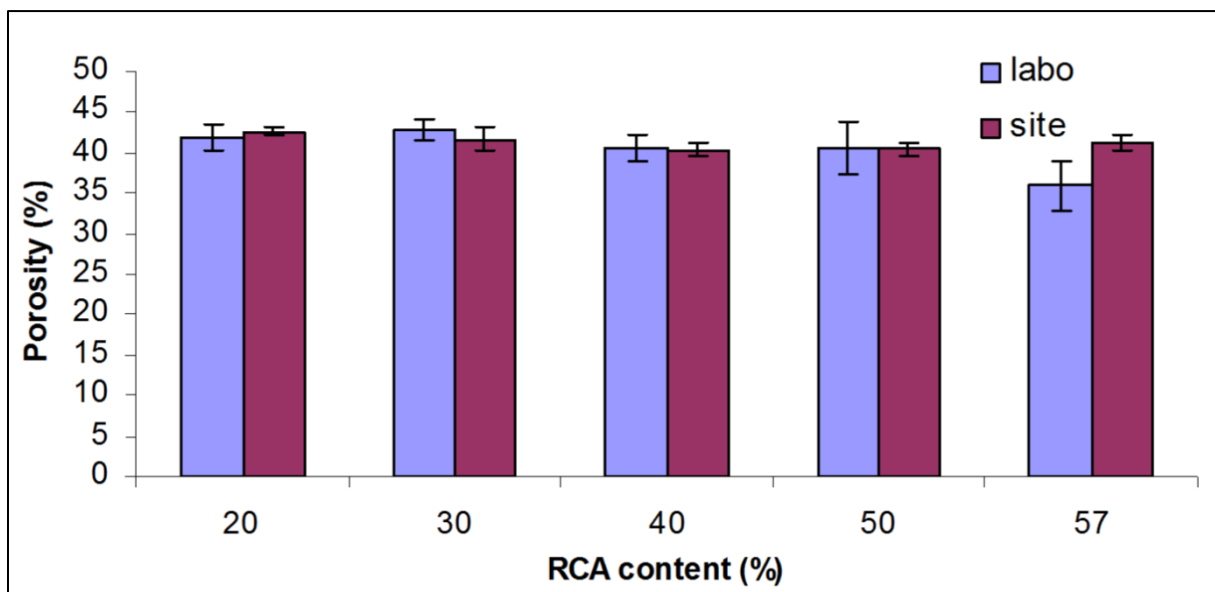


Figure 143. Variation de la porosité moyenne des cinq formulations selon les deux techniques de préparation : sur chantier et au laboratoire.

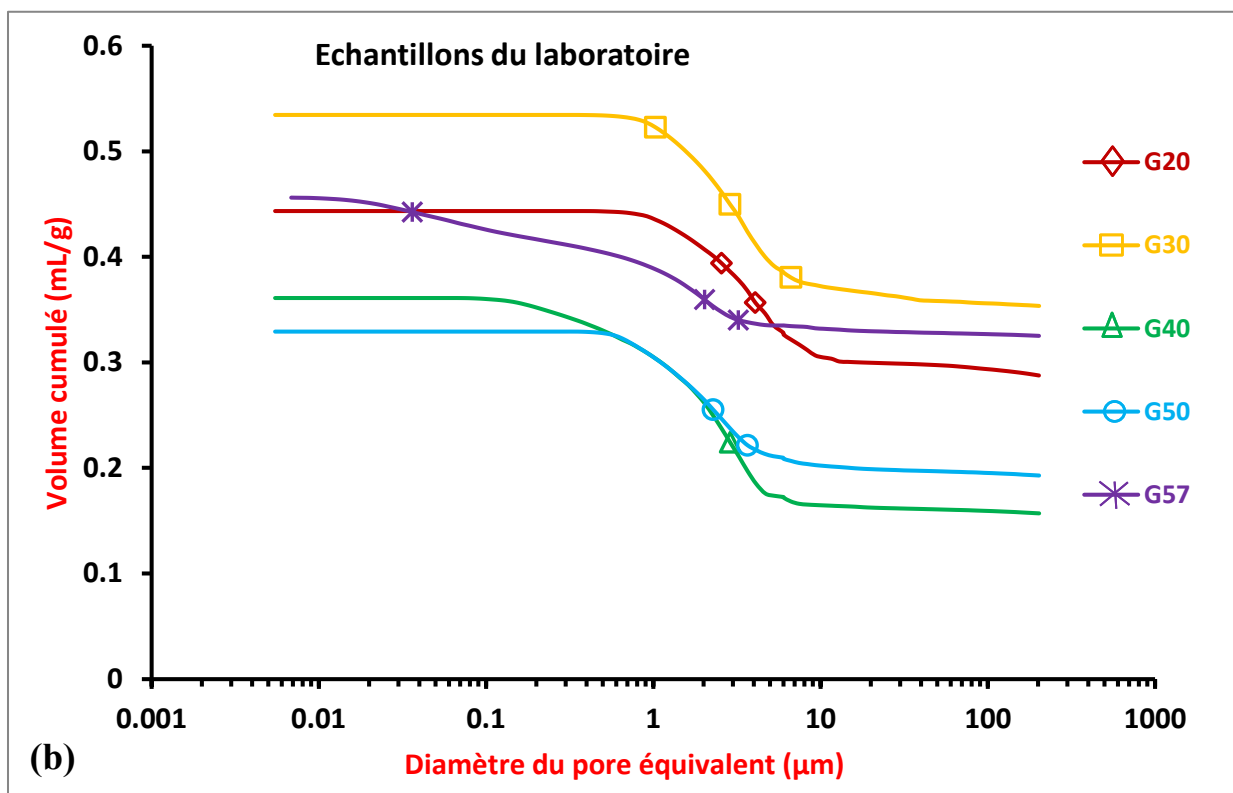
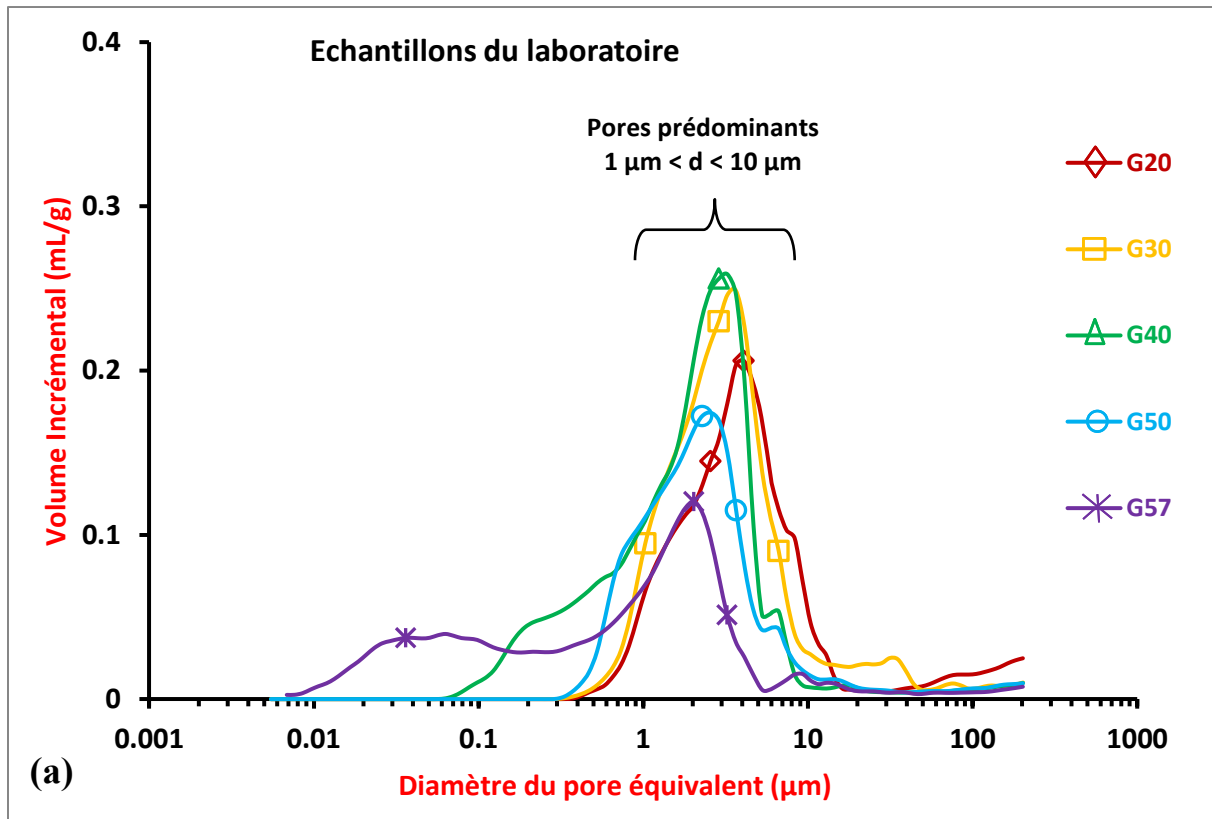


Figure 144. Distribution des pores des échantillons préparés au laboratoire.

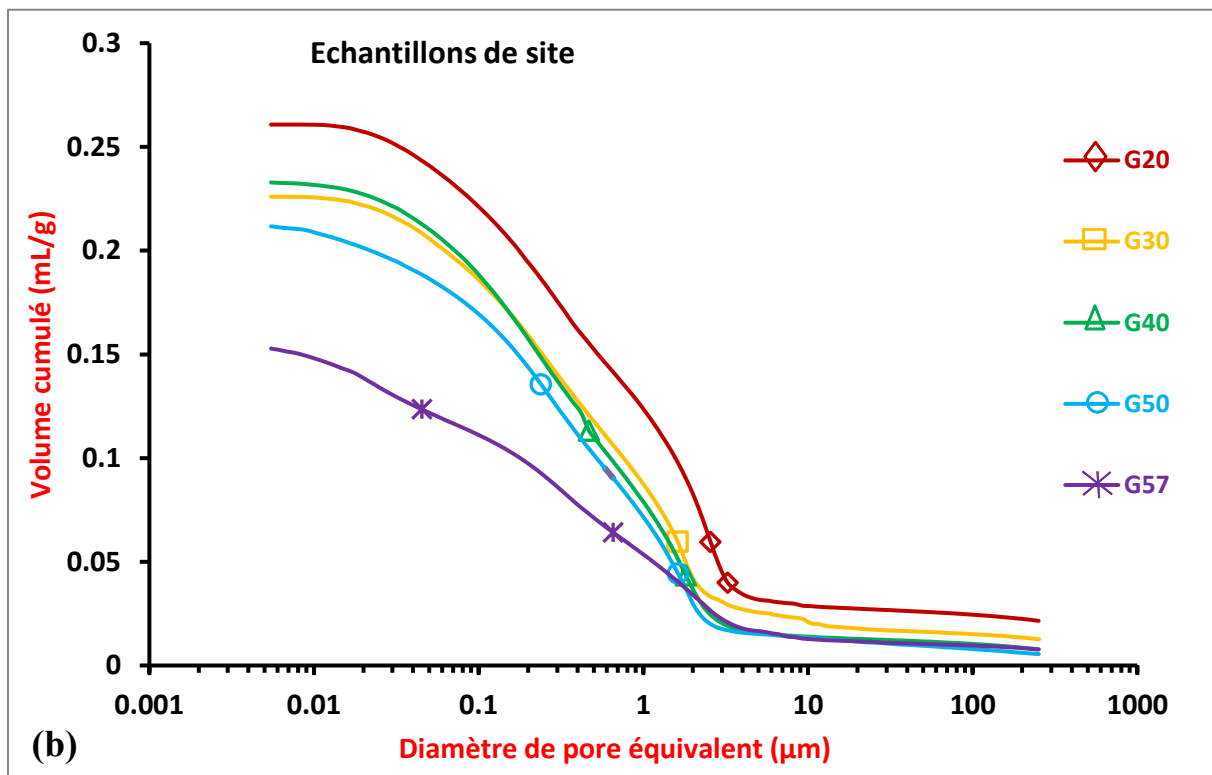
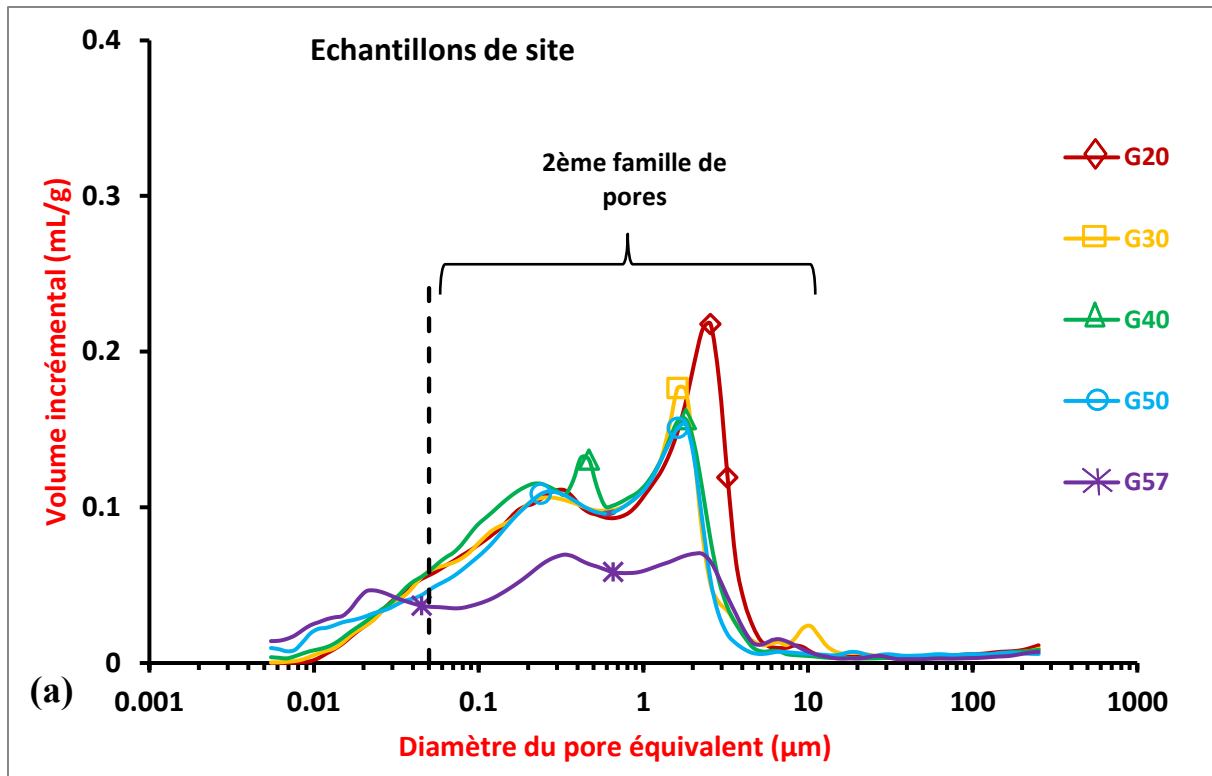


Figure 145. Distribution des pores des échantillons préparés sur chantier.

La distribution des diamètres des pores est présentée sur la Figure 144 pour les échantillons préparés au laboratoire, et sur la Figure 145 pour ceux préparés sur chantier.

Le diamètre des pores des échantillons préparés au laboratoire varie entre 1 et 10  $\mu\text{m}$ . le diamètre des pores des échantillons préparés sur chantier varie dans deux plages: une première famille de pores varie entre 0.01 et 1  $\mu\text{m}$ , et une deuxième famille entre 1 et 10  $\mu\text{m}$ .

Selon la loi de Laplace, plus le diamètre est petit, plus la succion est grande. Alors, nous pouvons conclure que c'est la première famille de pores où règnent les succions les plus élevées qui est responsable de l'amplitude la plus importante du retrait dans le cas des échantillons préparés sur chantier.

De même, la vibration à l'aide de l'aiguille vibrante sur chantier modifie significativement la structure du réseau poral du matériau en favorisant l'apparition de pores de faible diamètre. Des résultats similaires ont été présentés dans les travaux de Corinaldesi et Moriconi [106]. Les auteurs ont expliqué que la valeur élevée du retrait obtenue est due à la présence d'un volume conséquent de micropores dans la structure des échantillons.

Cependant si on interprète un peu plus finement la courbe de porosimétrie en volume cumulé (figures (b) de la Figure 144) on remarque que pour un diamètre inférieur à 0.7  $\mu\text{m}$  le volume cumulé présente des paliers horizontaux. Ces paliers indiquent généralement que le volume poreux des échantillons était trop important par rapport à la taille de la tige du pénétromètre (réservoir de mercure (Figure 89)), c'est à dire que le volume de mercure disponible pour la mesure était insuffisant. À ce moment-là la mesure s'arrête quand il n'y a plus de mercure disponible dans le réservoir. Par conséquent, ceci ne permet pas de voir s'il existe des micropores dans les échantillons du laboratoire.

### **B-IV-2.3. Synthèse et conclusion**

Cette étude a montré que le pourcentage des agrégats de béton recyclé (RCA) n'a pas d'influence significative sur la valeur du retrait final. Cependant, elle joue un rôle sur la cinétique du retrait et sur le temps nécessaire pour atteindre la limite de retrait. Le retrait évolue plus lentement avec l'ajout des granulats et la limite de retrait est atteinte plus tardivement.

La valeur finale du retrait linéaire est importante, entre 1500 et 2500  $\mu\text{m}/\text{m}$ , largement supérieur à celle obtenue dans le cas des bétons classiques qui est comprise entre

700 et 1200  $\mu\text{m}/\text{m}$ . Ceci est dû au pourcentage important des particules fines présentes dans le limon naturel qui favorisent une absorption importante d'eau.

Le rôle de la technique de vibration a été mis en évidence. Bien que la porosité moyenne est identique (Figure 143) et la variation de la teneur en eau est similaire (Figure 140) pour les différentes formulations et pour les deux techniques de préparation, la constatation d'un retrait différent peut être expliqué par la distribution des tailles de pores au sein du matériau pour chacune des formulations. Ces derniers constituent donc un paramètre clé contrôlant le retrait linéaire du béton de terre.

### **B-IV-3. Effet des granulats sur le comportement mécanique.**

Deux séries d'essais ont été effectuées pour analyser l'effet de l'ajout des granulats de béton recyclé RCA sur la résistance à la compression simple. Une première série préliminaire dans laquelle nous avons comparé la résistance à la compression simple et le module d'élasticité de trois formulations : sans ajout de granulats, avec ajout de 30% de RCA et avec ajout de 40% de RCA. La deuxième série a été effectuée en parallèle avec l'analyse du retrait linéaire sur les cinq formulations décrites dans le Tableau 11. Avec cette deuxième série, nous avons étudié la résistance à la compression simple, le module d'élasticité et la résistance à la traction en utilisant l'essai de flexion en 4 points.

#### **B-IV-3.1. Série n°1 : Essais préliminaires, résistance à la compression simple et module d'élasticité.**

La résistance à la compression simple a été effectuée sur des échantillons cylindriques de 16\*32 cm. Elle est mesurée pour deux temps de cures, respectivement 50 et 95 jours. La teneur en eau des échantillons est mesurée à la fin de l'essai.

Nous présentons sur la Figure 146 la courbe contrainte déformation pour les échantillons de béton de terre sans ajout de granulats, pour les deux temps de cure de 50 et 95 jours.



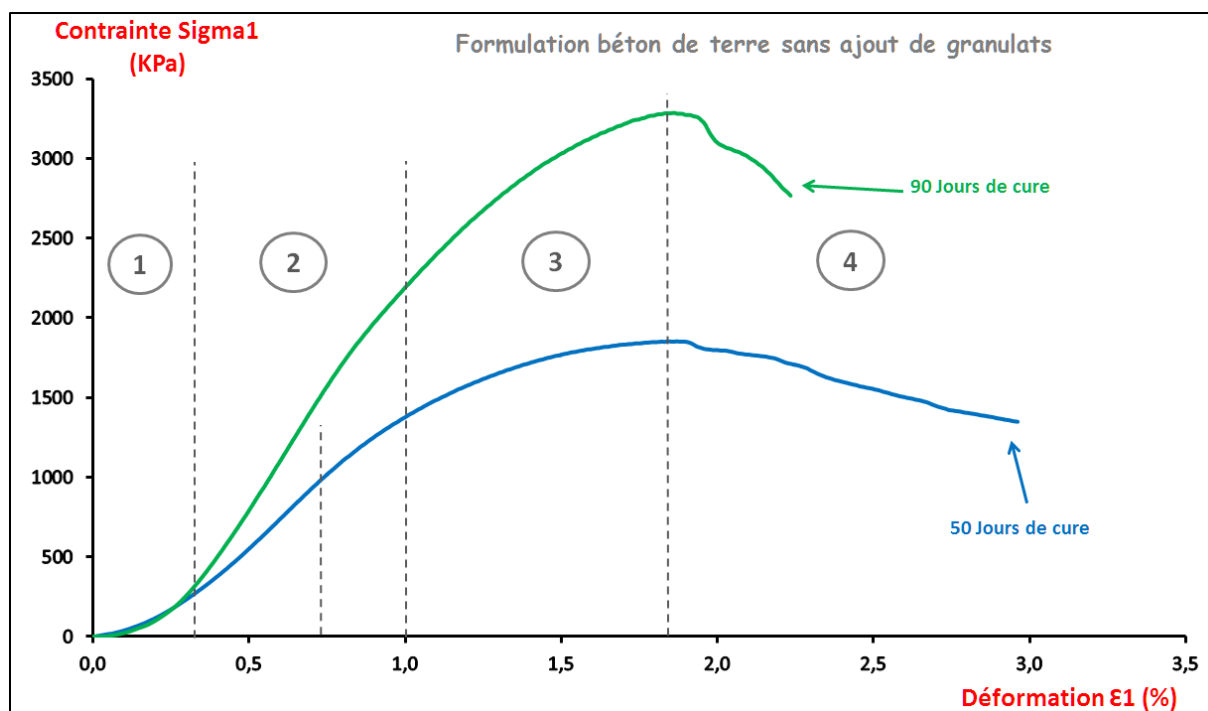


Figure 146. Courbe contrainte-déformation pour la formulation béton de terre sans ajout de granulats, pour deux temps de cure 50 et 90 jours.

Nous identifions 4 domaines bien distincts :

- Un premier domaine au voisinage de l'origine, pour les faibles déformations, qui présente une forme concave caractéristique des matériaux poreux. Ceci est dû à deux facteurs, le premier est l'homogénéité du contact entre l'échantillon et le dispositif de chargement, et le second est la fermeture des microfissures présentes naturellement dans l'échantillon et la compactance des grains.
- Un second domaine où la pente de la courbe contrainte-déformation atteint son maximum. Ce domaine permet de déduire le module de déformation mesuré en grandes déformations.
- Un troisième domaine correspondant à une plastification poussée du matériau qui se caractérise par une pente contrainte-déformation qui s'adoucit continuellement jusqu'à la valeur maximale de contrainte correspondant à la résistance à la compression simple.
- Un quatrième domaine, dit post-pic de résistance, qui correspond au comportement du matériau après l'apparition du plan de rupture. On remarque que la rupture n'est

pas brusque et que le matériau garde une certaine résistance après avoir atteint sa résistance maximale. On dit que ce béton de terre est de type « ductile ».

Dans l'Annexe 4 sont présentées l'ensemble des courbes ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) pour les différents échantillons analysés.

La teneur en eau des échantillons à la fin des essais est différente pour les différents temps de cure. Or la teneur en eau joue un rôle important sur la résistance des échantillons, plus les échantillons sont secs, plus leur résistance est élevée. Pour harmoniser en termes de teneur en eau la comparaison des résistances à la compression simple pour différents temps de cure, nous nous sommes basés sur les travaux de Hibouche [18] qui a étudié l'effet de la teneur en eau sur la résistance mécanique pour différents temps de cure dans le cas d'un béton de terre sans ajout de RCA.

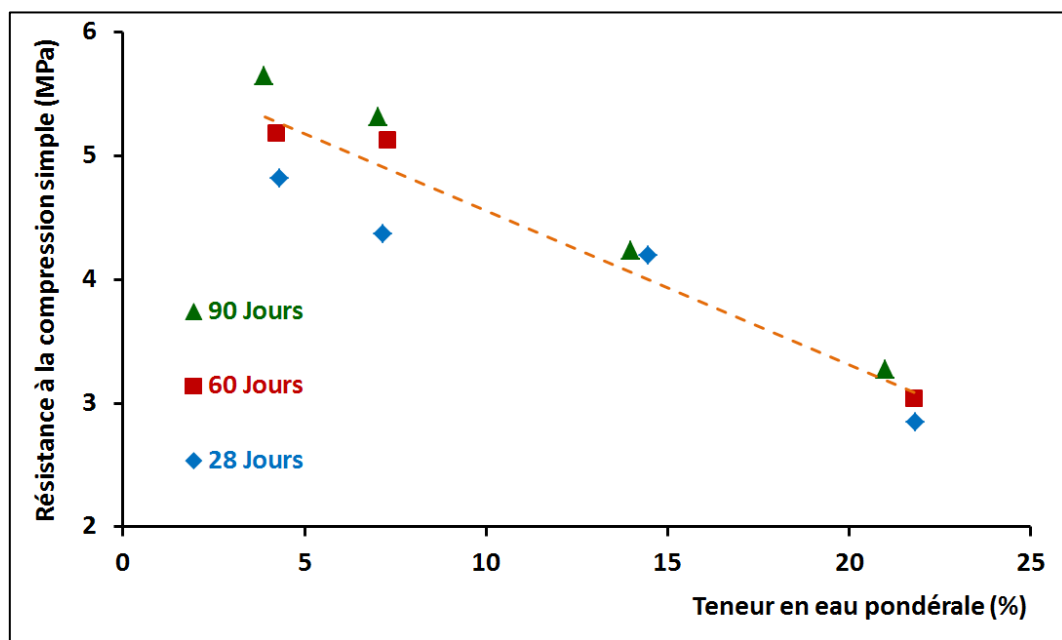


Figure 147. Variation de la résistance à la compression simple en fonction de la teneur en eau pour les différents temps de cure. [18]

À partir de ces travaux, nous avons établi alors une relation linéaire moyenne donnant la variation de la résistance à la compression simple en fonction de la teneur en eau quel que soit le temps de cure (Figure 147). La pente de cette relation notée « a » vaut dans ce cas 0.1244. Si on suppose que cette variation de la résistance en fonction de la teneur en eau peut être généralisée aux bétons de terre avec ajout de RCA, on peut exprimer cette relation à l'aide de l'équation suivante, avec  $R_c$  la résistance à la compression simple

correspondant à la teneur en eau mesurée  $W_{R_c}$  et  $R'_c$  la résistance à la compression simple correspondant à une teneur en eau cible  $W_{R'_c}$  ,:

$$R'_c = R_c + 0,1244 * (W_{R_c} - W_{R'_c}) \quad (32)$$

Sur la Figure 148 nous présentons la variation de la résistance à la compression simple en fonction du temps de cure (traits continus), ainsi que la résistance à 90 jours, corrigée pour correspondre à la teneur en eau mesurée pour un temps de cure de 50 jours (traits discontinus). Nous remarquons que la résistance à 50 jours est supérieure pour le béton de terre avec ajout des granulats de RCA que pour celui sans ajout de granulats. Pour l'ajout de 30% et 40% de RCA, elle est aux alentours de 2.7 MPa, alors qu'elle est égale à 1.9 MPa pour la formulation sans ajout de RCA.

La résistance à la compression simple augmente avec le temps de cure et atteint 3.28 MPa, 4.41 MPa et 5.8 MPa respectivement pour le béton sans ajout de granulats, béton avec ajout de 30% de granulats et béton avec ajout de 40% de granulats.

Afin de normaliser ces résultats par rapport à la teneur en eau, nous avons retracé ces mêmes courbes en considérant une teneur en eau de référence égale à 15% et nous avons recalculé les résistances à la compression simple correspondantes en utilisant la relation (équation (32)).

La Figure 149 présente ces courbes corrigées, qui montrent qu'à 55 jours de temps de cure l'effet du RCA reste marginal, en revanche celui-ci semble très important pour un temps de cure de 90 jours. Précisons cependant qu'il s'agit ici seulement d'essais préliminaires qui mériteraient d'être validé par un plan d'expérience plus élaboré.

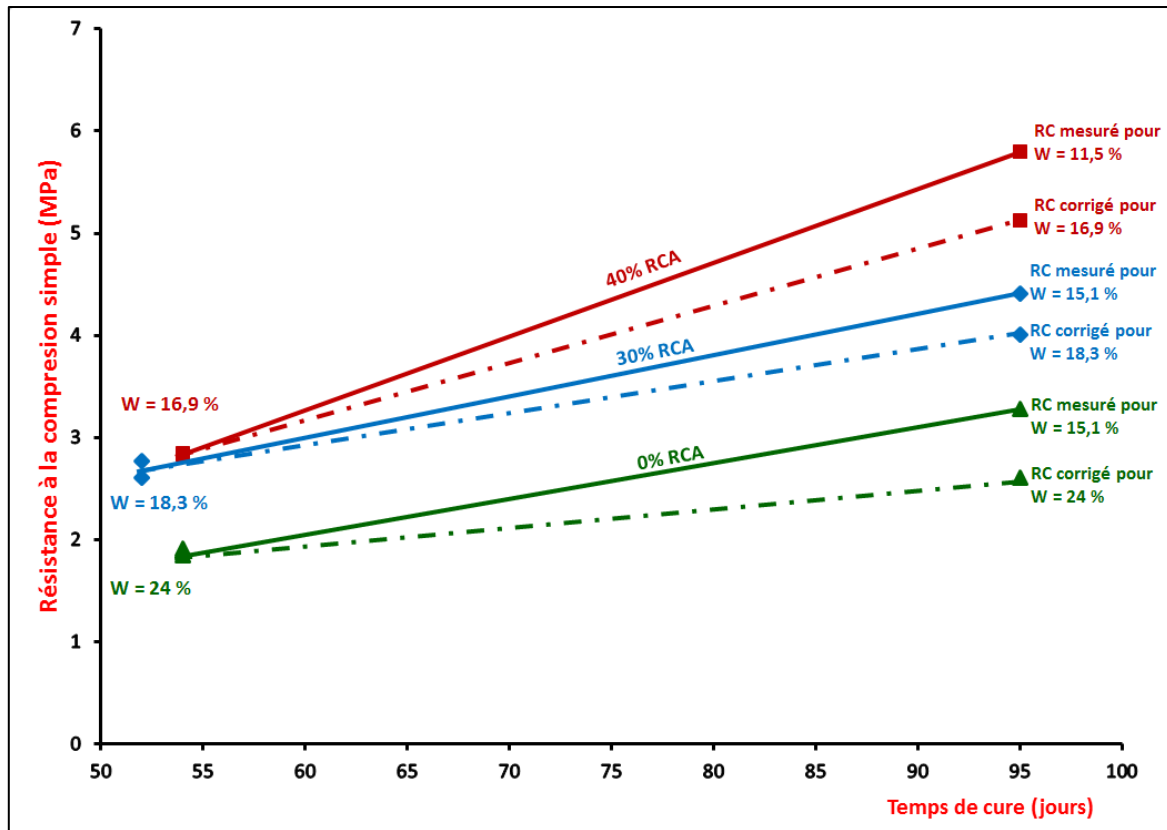


Figure 148. Variation de la résistance à la compression simple des échantillons de béton de terre avec et sans ajouts de RCA. Essais préliminaires.

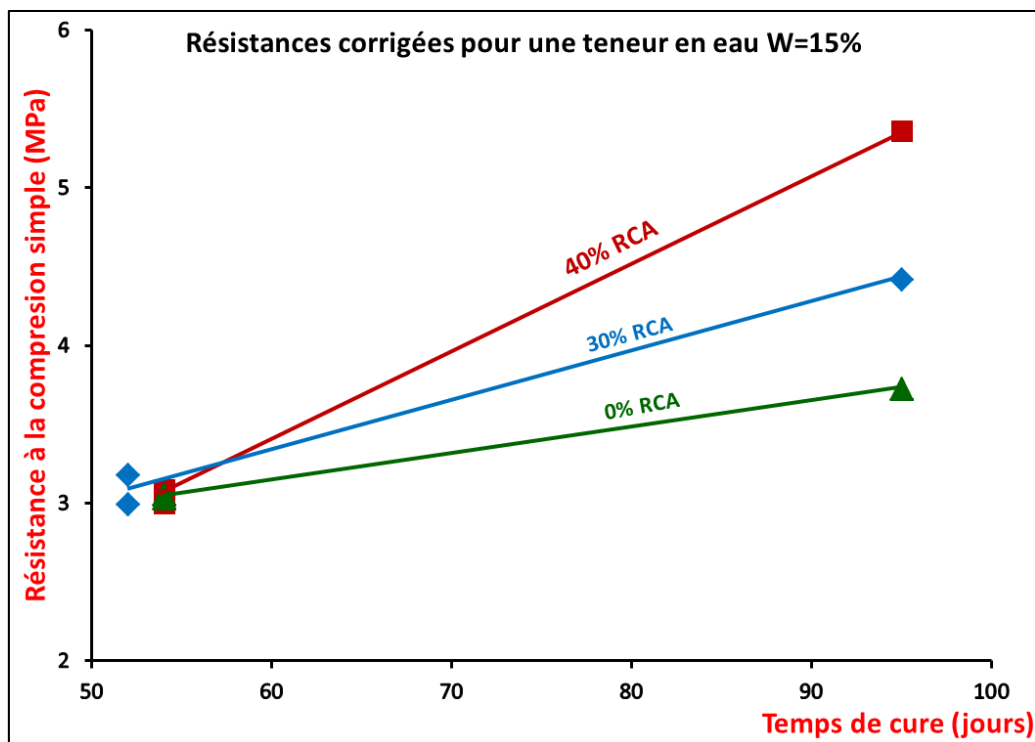


Figure 149. Variation de la résistance à la compression simple des échantillons de béton de terre avec et sans ajouts de RCA pour une teneur en eau de 15%.

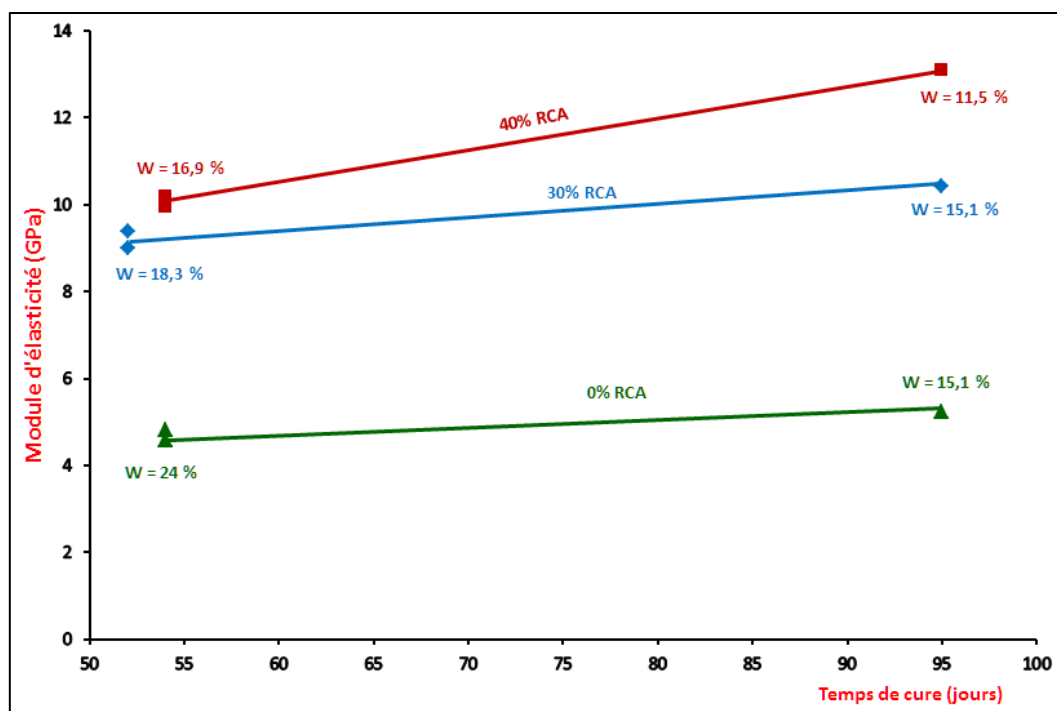


Figure 150. Variation du module d'élasticité des échantillons de béton de terre avec et sans ajouts de RCA. Essais préliminaires.

De même, le module d'élasticité mesuré par la méthode de propagation des ondes ultrasonores augmente avec le pourcentage de RCA ajouté et avec le temps de cure (Figure 150). Ainsi, lorsque le temps de cure varie de 50 jours environ à 95 jours, le module varie de 4,7 à 5,2 GPa pour la formulation sans ajout de RCA, et de 9,2 à 10,4 GPa pour un pourcentage de RCA de 30%, et de 10 à 13 GPa pour un pourcentage de RCA de 40%.

#### B-IV-3.2. Série n°2 : Résistance à la compression simple et à la traction, et module d'élasticité

Après la série des essais préliminaires qui nous a permis d'avoir une idée sur l'effet des RCA, nous avons entrepris une seconde série d'essais plus approfondie permettant non seulement d'étudier les propriétés mécaniques liés à l'ajout des RCA mais aussi de les corréler au retrait linéaire présenté dans le paragraphe B-IV-2.

La variation de la résistance à la compression simple en fonction du pourcentage de RCA ajouté et en fonction du temps de cure est présentée sur la Figure 151. La résistance à la compression simple augmente avec l'ajout des granulats de béton recyclé ainsi qu'avec le temps de cure des échantillons.

Pour l'ajout de 30% et 40% de granulats, la résistance à la compression simple pour un temps de cure de 90 jours est égale à 4.7 et 5.3 MPa respectivement. Ces valeurs sont en bon accord avec ceux obtenues dans la première série d'essais préliminaires (Figure 148).

La Figure 152 présente la variation du module d'élasticité mesuré par propagation d'ondes ultrasonores, en fonction du pourcentage de RCA ajouté, pour deux temps de cure 28 jours et 90 jours.

Le module d'élasticité augmente linéairement avec l'ajout des granulats, similairement à la résistance à la compression simple. De même, le module augmente légèrement avec le temps de cure.

Pour un temps de cure de 90 jours, le module d'élasticité des échantillons avec ajout de 30% et 40% de granulat est égal à 7 et 8 GPa respectivement. Ces valeurs sont plus faibles que ceux trouvées dans la première série de mesures (Figure 150). Ceci peut être dû au mode de coulage et de vibration des éprouvettes qui ont été réalisées à deux périodes différentes avec des opérateurs différents et des protocoles de malaxage différents. La teneur en eau moyenne des échantillons de G30 et G40 à l'écrasement est égale à 15.8%.

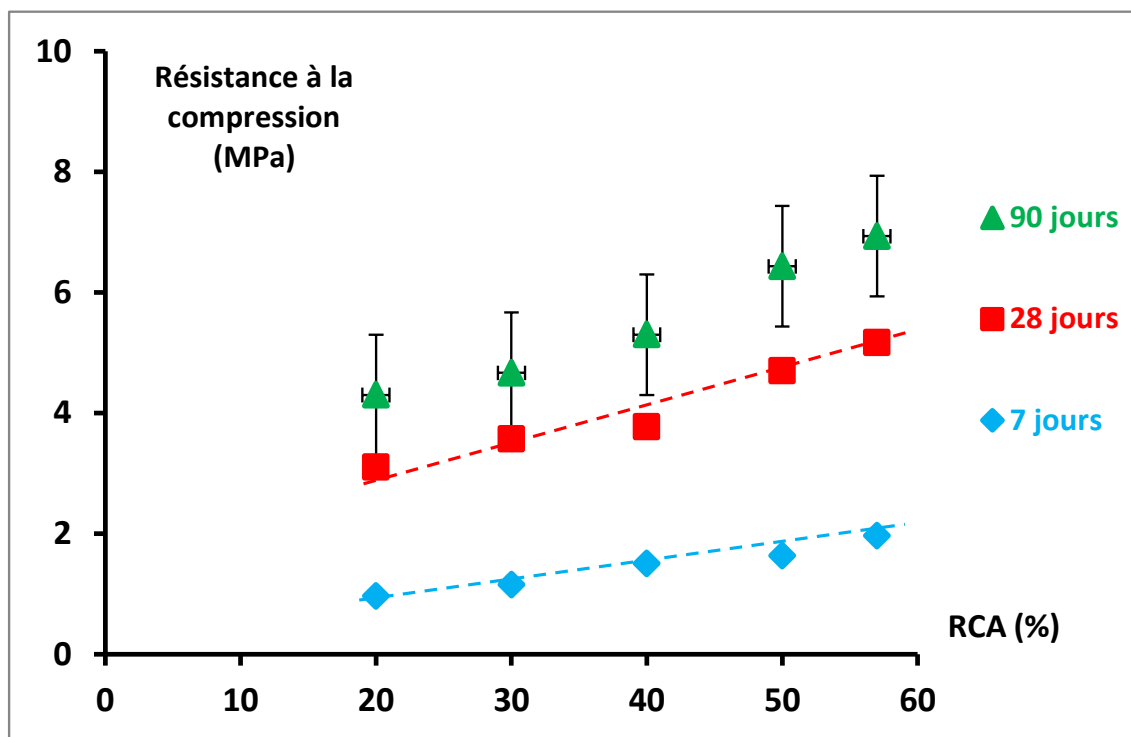


Figure 151. Variation de la résistance à la compression simple des échantillons de béton de terre en fonction du pourcentage de RCA ajouté et en fonction du temps de cure.

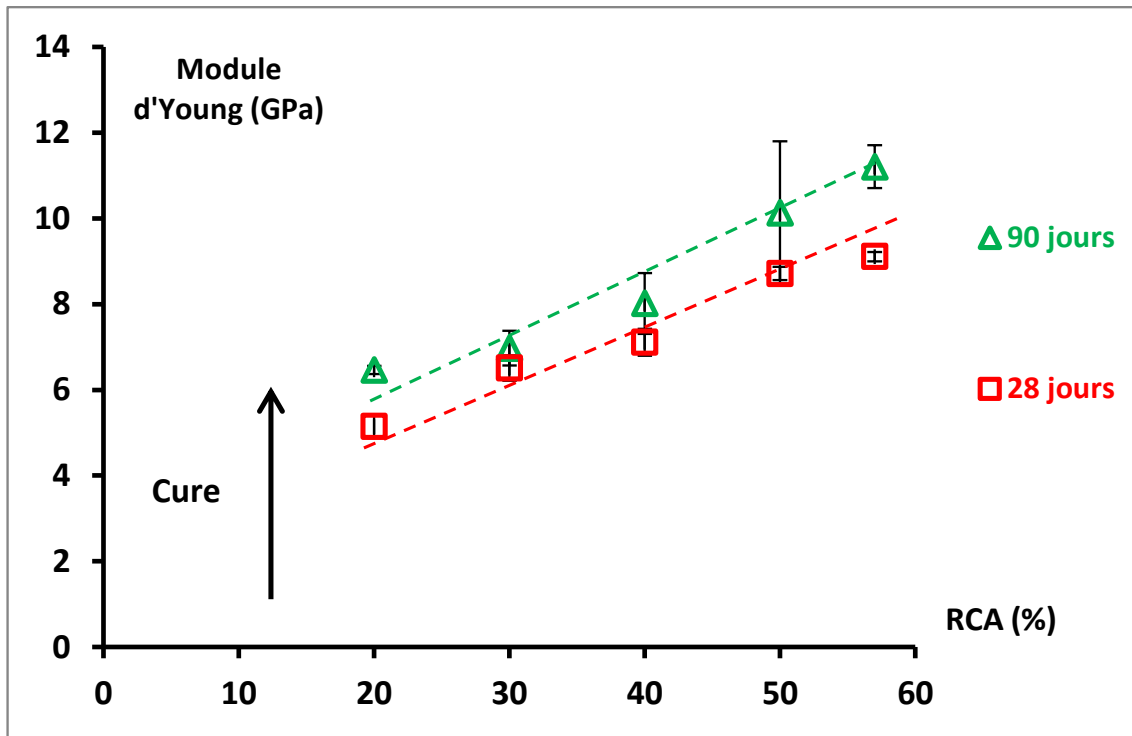


Figure 152. Variation du module d'élasticité des échantillons de béton de terre en fonction du pourcentage de RCA ajouté et en fonction du temps de cure.

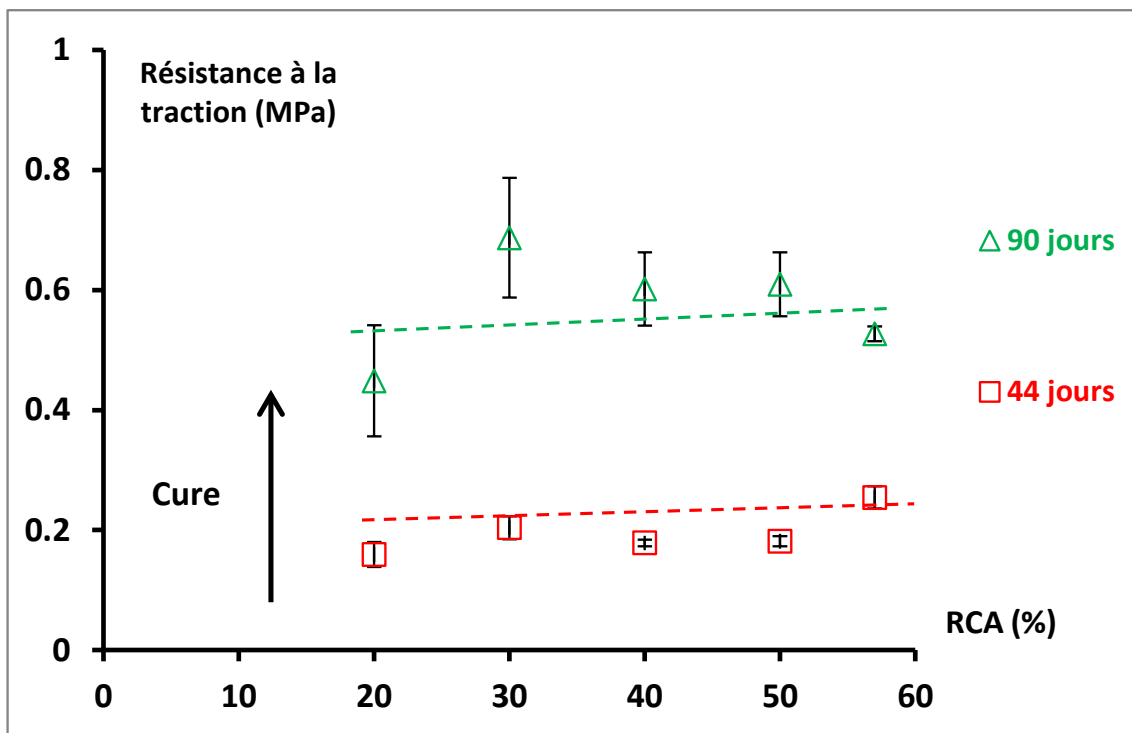


Figure 153. Variation de la résistance à la traction par flexion des échantillons de béton de terre en fonction du pourcentage de RCA ajouté et en fonction du temps de cure.

Des essais de flexion quatre points ont également été réalisés pour déterminer la résistance à la traction. Les résultats présentés sur la Figure 153 montrent la variation de la résistance à la traction avec le pourcentage de RCA ajouté.

Nous remarquons que la valeur de la résistance à la traction est presque constante pour les différents ajouts de RCA. Elle augmente avec le temps de cure tout en restant quasi constante pour les cinq formulations. Elle est de l'ordre de 0.2 MPa pour un temps de cure de 44 jours et de l'ordre de 0.6 MPa pour un temps de cure de 90 jours.

### **B-IV-3.3. Interprétation et synthèse**

L'ajout des granulats de béton recyclé RCA à la formulation du béton de terre, améliore sa résistance à la compression simple et son module d'élasticité sans affecter significativement sa résistance à la traction.

En effet, sous un effort de traction c'est la cohésion des matériaux qui réagit, or la cohésion de ce béton de terre est assurée par l'ajout des liants qui est égal dans les cinq formulations, d'où la valeur constante de la résistance à la traction. Dans le cas de la résistance à la compression simple, le frottement des grains est engagé. Par l'ajout des RCA, l'angle de frottement  $\phi$  augmente et par conséquent la résistance à la compression simple.

L'augmentation du module d'élasticité avec le pourcentage de RCA ajouté, peut être expliquée par la rigidité intrinsèque élevée des granulats ajoutés qui contribuent de manière significative à l'augmentation de la rigidité globale du béton avec ajout de RCA.

De même, la résistance à la compression simple, le module d'élasticité et la résistance à la traction augmentent avec le temps de cure des échantillons. Ceci est dû à la prise des liants qui augmente la cohésion entre les grains, et aussi à la dessiccation des échantillons avec le temps de cure qui réduit leur teneur en eau et augmente la succion au cœur du matériau et donc sa résistance.

### **B-IV-4. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'impact de l'ajout des granulats de béton recyclé RCA sur le comportement mécanique et le retrait d'un béton à base de terre crue. Cinq



formulations avec différents ajouts de RCA en volume ont été étudiées (20, 30, 40, 50 et 57%). Pour cela, nous avons préparé trois types d'échantillons : des galettes de forme carrée (2D) de dimensions 20\*20 cm et d'épaisseur 20 mm, des éprouvettes cylindriques de dimensions 16\*32 cm pour les essais de compression simple, et des éprouvettes parallélépipédiques 7\*7\*28 cm pour le suivi du retrait linéaire et ensuite les essais mécaniques. Deux techniques de préparation ont été utilisées pour la fabrication des échantillons parallélépipédiques : échantillons préparés sur chantier avec une vibration industrielle à l'aide d'une aiguille vibrante, et des échantillons préparés au laboratoire et vibrés manuellement.

L'ajout des granulats de béton recyclé augmente le module d'élasticité et la résistance à la compression simple des bétons de terre. Cependant, cet ajout n'a pas d'influence significative sur la résistance à la traction qui reste quasi constante.

L'effet de la vibration industrielle a été mis en évidence. Pour deux échantillons d'une même formulation présentant une porosité globale égale et une cinétique de séchage identique, leur cinétique de retrait et leur valeur de retrait final sont différentes selon la technique de préparation utilisée. De même, la distribution des pores au sein des deux échantillons de la même formulation est aussi différente. En effet, l'énergie développée par les vibrations industrielles joue un rôle dans la distribution des pores au sein du matériau. Les échantillons préparés sur chantier présentent une famille de diamètre de pores inférieure à  $1\mu\text{m}$ , d'où un retrait plus conséquent lié à une succion plus élevée dans ces micropores. Cette famille n'est pas présente dans le cas des échantillons préparés au laboratoire.

Il est également mis en évidence que le pourcentage du volume de RCA ajouté n'a pas d'impact significatif sur la valeur de retrait finale, alors qu'il affecte les chemins du retrait; les granulats ajoutés ralentissent le retrait du matériau.

Enfin, cette étude a montré l'impact de l'ajout d'un adjuvant dans la réduction de l'apparition des fissures. L'adjuvant permet de réduire la déformation locale au sein du matériau qui est responsable de l'apparition des fissures. Par contre il augmente le retrait global homogène du matériau.

## CONCLUSION DE LA PARTIE -B-

Dans cette partie, nous avons étudié la fissuration d'un sol naturel, le limon GO, destiné à la confection d'un béton de terre crue.

Tout d'abord, nous avons étudié le comportement du sol sans aucun ajout et nous avons caractérisé sa fissuration. Nous en déduisons que le séchage d'un échantillon de sol argileux placé sur un support revêtu de Téflon induit un retrait global homogène mais une déformation locale hétérogène, responsable de l'apparition des fissures. L'indice des vides du limon naturel reste constant et diminue légèrement durant le séchage. Son crack ratio est de l'ordre de 1% pour une teneur en eau initiale égale à  $1.5 W_L$  et l'intersection de ses fissures forme des angles d'environ  $120^\circ$ .

Ensuite, nous avons tenté de minimiser ce pourcentage de fissuration par l'ajout de renforts. Ceux-ci ont permis de réduire le pourcentage de fissuration de 1% à 0.1%. Le type de renfort ajouté peut influencer la cinétique d'apparition des fissures.

Ces résultats interprétés en termes de contraintes capillaires déduites de la succion mesurée, montrent que ces contraintes capillaires internes sont responsables de la formation de la première fissure lorsque le sol atteint sa résistance à la traction. La résistance du matériau à la traction augmente avec la présence des renforts.

Par ailleurs nous avons montré qu'on pouvait localiser la fissuration à l'aide d'inclusion introduite lors du coulage.

Le traitement du sol avec des liants n'a pas permis de minimiser de manière significative la densité de fissuration. En revanche, l'ajout des granulats de béton recyclé a permis de réduire le retrait global et améliore la résistance à la compression simple.

L'ajout d'un superplastifiant, réducteur d'eau de gâchage, réduit l'apparition de fissures en augmentant le retrait global de l'échantillon et en réduisant la déformation locale au sein de l'échantillon.



**Partie -C- INTERACTION ACIER-ARGILE :**  
**BÉTON DE TERRE ARMÉ ?**

*“Nothing destroys iron but its own corrosion”*

*Philippine proverb*



## SOMMAIRE DE LA PARTIE -C-

<b>PARTIE -C- INTERACTION ACIER-ARGILE : BÉTON DE TERRE ARMÉ ? .....</b>	<b>207</b>
<b>SOMMAIRE DE LA PARTIE -C- .....</b>	<b>209</b>
<b>INTRODUCTION DE LA PARTIE -C- .....</b>	<b>213</b>
<b>CHAPITRE -I- ETAT DE L'ART SYNTHETIQUE .....</b>	<b>215</b>
<i>C-I-1. Généralités.....</i>	<i>215</i>
C-I-1.1. Définition de la corrosion par oxydation .....	215
C-I-1.2. Les différentes formes de corrosion .....	216
C-I-1.3. Système électrochimique de la corrosion.....	217
<i>C-I-2. La corrosion de l'acier dans le béton.....</i>	<i>219</i>
C-I-2.1. Formation des oxydes et hydroxydes de fer.....	219
C-I-2.2. Amorçage et propagation de la corrosion .....	221
C-I-2.3. Assimilation à un système électrochimique .....	222
C-I-2.3.1. Relation potentiel et pH, diagramme de Pourbaix .....	223
C-I-2.4. Attaque des aciers en béton armé par leur environnement .....	225
C-I-2.4.1. La carbonatation.....	225
C-I-2.4.2. Corrosion due aux chlorures .....	227
C-I-2.5. Synthèse sur la corrosion des aciers dans le béton .....	228
<i>C-I-3. La corrosion des aciers dans le sol .....</i>	<i>229</i>
C-I-3.1. Domaine du stockage des déchets radioactifs.....	229
C-I-3.2. Interprétation de l'interaction argilite/fer .....	232
C-I-3.3. Etude des objets archéologiques ferreux .....	234
<i>C-I-4. Synthèse de l'étude bibliographique.....</i>	<i>236</i>
<b>CHAPITRE -II- MÉTHODES ET PROTOCOLES EXPÉRIMENTAUX.....</b>	<b>239</b>
<i>C-II-1. Les méthodes de suivi de la corrosion .....</i>	<i>239</i>
C-II-1.1. Potentiel libre ou potentiel de corrosion.....	239
C-II-1.2. Extrapolation de la droite de Tafel .....	240
C-II-1.3. Résistance de polarisation .....	242
C-II-1.4. Impédance Electrochimique .....	244
<i>C-II-2. Protocoles expérimentaux .....</i>	<i>246</i>
C-II-2.1. Essais électrochimiques .....	246
C-II-2.1.1. Electrode de travail .....	247
C-II-2.1.2. Electrode de référence .....	248
C-II-2.1.3. Déroulement de l'expérience .....	248
C-II-2.2. Mesures Macroscopiques.....	252
<b>CHAPITRE -III- RÉSULTATS ET INTERPRÉTATION.....</b>	<b>257</b>
<i>C-III-1. Résultats électrochimiques pour les différentes argiles.....</i>	<i>257</i>
C-III-1.1. Mesures de voltammétrie .....	257
C-III-1.1.1. Montmorillonite .....	258

C-III-1.1.1.1. Diagrammes de Tafel .....	258
C-III-1.1.1.2. Variation du potentiel .....	259
C-III-1.1.1.3. Variation de la densité du courant de corrosion .....	260
C-III-1.1.1.4. Variation des constantes de Tafel .....	261
C-III-1.1.2. Kaolinite.....	262
C-III-1.1.2.1. Variation du potentiel .....	262
C-III-1.1.2.2. Variation de la densité du courant de corrosion .....	263
C-III-1.1.2.3. Variation des constantes de Tafel .....	264
C-III-1.1.3. Limon.....	265
C-III-1.1.3.1. Variation du potentiel .....	265
C-III-1.1.3.2. Variation de la densité du courant de corrosion .....	266
C-III-1.1.3.3. Variation des constantes de Tafel .....	267
C-III-1.2. Mesures d'impédance .....	268
C-III-1.2.1. Montmorillonite .....	271
C-III-1.2.1.1. Spectre d'impédance .....	271
C-III-1.2.1.2. Variation de la résistance de l'électrolyte .....	271
C-III-1.2.1.3. Variation des résistances du circuit $R_t$ et $RF$ .....	272
C-III-1.2.1.4. Variation de la résistance de polarisation et de la densité du courant de corrosion ..	273
C-III-1.2.1.5. Variation des constantes de phases $\alpha Cd$ et $\alpha F$ .....	274
C-III-1.2.1.6. Variation des capacités effectives $C_d$ et $C_F$ .....	275
C-III-1.2.1.7. Apparition de petites boucles à hautes fréquences HF.....	276
C-III-1.2.2. Kaolinite.....	278
C-III-1.2.2.1. Variation de la résistance de l'électrolyte .....	278
C-III-1.2.2.2. Variation des résistances $R_t$ et $RF$ .....	279
C-III-1.2.2.3. Variation de la résistance de polarisation et de la densité du courant de corrosion ..	280
C-III-1.2.2.4. Variation des constantes de phases $\alpha Cd$ et $\alpha F$ .....	281
C-III-1.2.2.5. Variation des capacités effectives $C_d$ et $C_F$ .....	281
C-III-1.2.3. Limon.....	282
C-III-1.2.3.1. Variation de la résistance de l'électrolyte .....	282
C-III-1.2.3.2. Variation des résistances $R_t$ et $RF$ .....	283
C-III-1.2.3.3. Variation de la résistance de polarisation et de la densité du courant de corrosion ..	284
C-III-1.2.3.4. Variation des constantes de phases $\alpha Cd$ et $\alpha F$ .....	285
C-III-1.2.3.5. Variation des capacités effectives .....	286
C-III-1.2.3.6. Comportement après 5 mois de contact avec le limon .....	287
C-III-1.3. Discussion des Résultats .....	288
C-III-1.3.1. Processus de corrosion.....	288
C-III-1.3.2. Densité de courant de corrosion $J_{corr}$ .....	290
C-III-1.3.3. Capacité effective .....	291
C-III-1.3.4. Résistance faradique .....	294
C-III-1.3.5. Variation de EOC et $E_{corr}$ .....	295
C-III-1.3.6. Constante de temps $R_F.C_F$ et coefficient de Stern-Geary B.....	297
C-III-1.3.7. Vitesse de corrosion .....	300

<i>C-III-2. Résultats de l'analyse macroscopique</i> .....	301
<b>CONCLUSION DE LA PARTIE -C-</b> .....	305





## INTRODUCTION DE LA PARTIE -C-

Les éléments de structure d'un ouvrage peuvent être soumis à différents types de sollicitation tel que la compression, la traction, la flexion ou encore une combinaison de ces sollicitations. Dans le cas des bétons à base de terre crue, il s'agit d'un milieu granulaire doté d'un frottement interne et d'une certaine cohésion lui octroyant une bonne résistance à la compression. En revanche, sa résistance à la traction reste très faible. Ceci nécessite d'utiliser des renforts qui reprennent les efforts de traction dans les éléments de structure où celle-ci est présente.

Plusieurs types de renfort sont possibles. On peut penser dans l'avenir, utiliser des renforts écologiques comme des bambous, des fibres d'origine végétales, des lianes, etc... Mais à l'heure actuelle, ces matériaux ne sont pas suffisamment étudiés pour les utiliser dans des constructions quotidiennes comme des poutres de cinq mètres de portée par exemple. En attendant la maîtrise des propriétés de ces éco-renforts et d'avoir suffisamment de retour d'expérience, on peut commencer à court terme par utiliser des armatures dont on maîtrise le comportement comme l'acier utilisé pour armer le béton classique, bien que celui-ci ne peut pas être qualifié d'écologique. Toutefois, l'acier est indéfiniment recyclable et aujourd'hui, en Europe, 40% de l'acier est obtenu par cette filière, donc réduit considérablement l'emploi de minerai et l'émission de gaz à effet de serre [130].

Or, on ne sait pas très bien aujourd'hui quelles sont les interactions physico-chimiques déclenchées lorsqu'on met l'acier en contact avec les sols argileux. La littérature scientifique brille par l'absence de références sur le sujet. Quasiment pas de références dans le domaine de la construction en terre et les quelques travaux existant concernent le domaine du stockage des déchets radioactifs dans les couches profondes et le domaine des objets archéologiques. Ces deux domaines diffèrent nettement de notre champ d'application. Ils représentent des conditions de température et de pression contraignantes et traitent des nuances d'aciers et d'alliages différents de ceux utilisés dans la construction en bétons armés.

L'objectif de notre étude est de comprendre les interactions entre la terre crue et l'acier dans un environnement poreux comparable à celui d'une poutre d'une structure. On pourra ainsi trouver si la durée de vie de la terre crue armée est compatible avec les normes en vigueur. Pour cela une étude approfondie permet de voir si la corrosion est accélérée ou pas en présence de l'argile.

La terre est composée de différents types d'argiles. Chaque famille d'argile interagit différemment avec son environnement. Pour cela on a choisi trois types d'argiles différentes : une montmorillonite, une kaolinite et un limon naturel. La montmorillonite appartient à la famille d'argile T-O-T (T : tétraèdre et O : Octaèdre) réactive avec l'eau et les ions de son environnement. La kaolinite appartient à la famille d'argile T-O peu réactive avec l'eau et son environnement. Le limon est un silt composé de différents types d'argile et de quartz.

Dans le premier chapitre de cette partie, on présente les différentes pathologies du béton armé et les attaques externes qui accélèrent sa corrosion. De même on présente une synthèse des différentes études effectuées dans le domaine de stockages des déchets radioactifs et des objets archéologiques pour aciers en contact avec de la terre.

Le deuxième chapitre expose le protocole expérimental suivi et les différentes méthodes d'analyse utilisées.

Enfin, le troisième chapitre présente les différents résultats obtenus et leur interprétation. On a effectué des essais macroscopiques qui consistent à suivre la perte de masse des barres d'acier en contact avec le béton armé et à évaluer qualitativement la corrosion. Des essais électrochimiques ont permis de prévoir la vitesse de corrosion et de tenter de comprendre le processus électrochimique mis en place.

# Chapitre -I- ÉTAT DE L'ART SYNTHÉTIQUE

## C-I-1. Généralités

### C-I-1.1. Définition de la corrosion par oxydation

Le mot corrosion vient du mot latin « corrodere » qui signifie ronger ou attaquer [131]. D'une façon générale, la corrosion se définit comme étant la dégradation d'un matériau ou d'une structure par réaction chimique ou physicochimique avec le milieu qui l'entoure.

La corrosion des métaux est due au phénomène d'oxydation du métal lors de son interaction électrochimique avec son environnement. C'est une réaction qui se produit à l'interface entre le métal et le matériau qui l'entoure. Cette réaction est irréversible et entraîne la consommation du matériau ou la dissolution dans ce matériau d'une composante de l'environnement. Touzain [132] a défini le principe de la corrosion des métaux comme suit : « toute cause qui tend à déplacer l'équilibre en favorisant la mise en solution du métal sous forme d'ions engendre la corrosion »

La corrosion désigne l'altération d'un matériau réducteur par réaction chimique avec un oxydant. La corrosion d'un métal « M » dans l'eau H<sub>2</sub>O, dite corrosion humide, est due à la présence d'un oxydant le dioxygène O<sub>2</sub>. C'est un mécanisme électrochimique qui comprend deux réactions simultanées : Oxydation et Réduction. Les produits formés par ces deux réactions réagissent entre eux pour former un nouveau produit (Figure 154). Les réactions électrochimiques sont les suivantes :



Il n'y a donc possibilité de corrosion d'un métal que s'il y a présence d'une espèce oxydante susceptible de capter, pour être réduite, les électrons libérés [131]. Dans un milieu alcalin, comme le cas des bétons, les produits formés à la surface du métal constituent une couche mince d'oxydes. On parle alors d'un film de protection passivant qui inhibe la corrosion du métal. Ce dernier est alors à l'état passif.

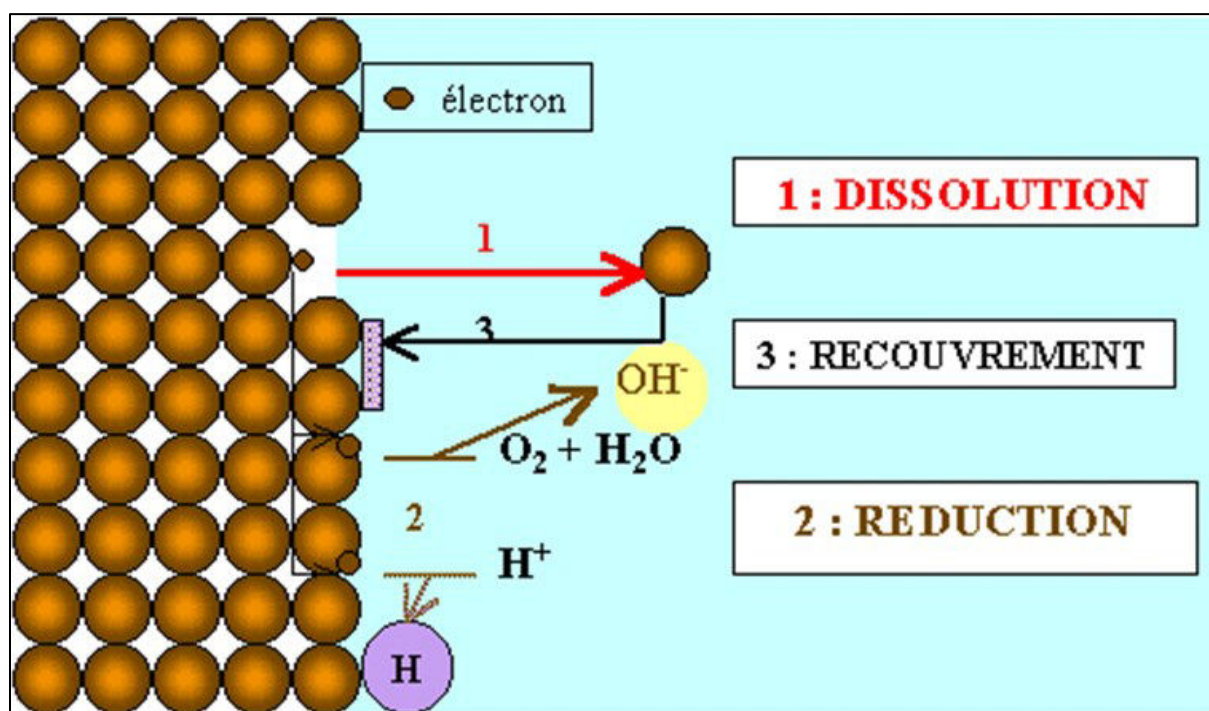


Figure 154. Corrosion d'un métal en présence d'eau et d'oxygène [133].

### C-I-1.2. Les différentes formes de corrosion

La corrosion des métaux se présente sous plusieurs formes dépendant surtout de la nature des matériaux en contact, de l'hétérogénéité du milieu et son pH, ainsi que d'autres paramètres comme la température, la concentration en oxydant, etc... Les formes de corrosion les plus rencontrées sont alors :

1. La corrosion uniforme : elle se produit dans un environnement homogène et entraîne une altération uniforme du métal tout au long de la surface de contact entre le métal et le matériau. Elle progresse à la même vitesse sur l'ensemble de la surface de contact.

2. La corrosion par piqûre : c'est une corrosion localisée du métal, généralement due à l'altération de la couche passive d'oxydes, souvent par les ions chlorures. Elle peut entraîner des vitesses de corrosion très importante et une fragilisation du métal à cause de sa propagation en profondeur.
3. La corrosion galvanique : elle se produit en présence de deux métaux de potentiel différents dans un même environnement. Le métal le moins noble (potentiel le plus négatif) interagit plus vite avec l'électrolyte. La réduction du milieu se déroule alors sur le métal noble à la même vitesse que la dissolution du métal moins noble. C'est le principe des anodes sacrificielles utilisées pour protéger certaines structures.

D'autres types de corrosion peuvent être rencontrés comme la corrosion sous contrainte, sous fatigue, la corrosion par érosion, par abrasion ou encore la bio-corrosion. Dans cette partie on va uniquement traiter le cas des corrosions en milieu aqueux ou anaérobie, en présence d'un oxydant. On s'intéresse donc seulement à la corrosion uniforme et par piqûre.

### C-I-1.3. Système électrochimique de la corrosion

Dès qu'un métal (M), conducteur électronique, est plongé dans une solution électrolytique, elle aussi conductrice mais ionique, des transferts de charge ont lieu à l'interface métal/solution. Le métal passe en solution sous forme d'ions en libérant des électrons.

À l'interface entre ions et électrons, la répartition des charges électriques est assimilable à un condensateur plan : c'est la double couche [134]. Le métal acquiert alors un potentiel  $\phi_m$ . Soit  $\phi_s$  le potentiel de la solution électrolytique, la différence de potentiel électrique interne, notée  $\Delta\phi$ , est alors définie par la relation (36):

$$\Delta\phi = \phi_m - \phi_s \quad (36)$$

Le potentiel de l'électrode  $\Delta\phi$  ne peut pas être mesuré directement. Il est comparé à un autre potentiel d'électrode connue, nommée électrode de référence  $\Delta\phi_{\text{réf}}$ . La différence E entre les deux potentiels ( $E = \Delta\phi - \Delta\phi_{\text{réf}}$ ) est le potentiel relatif de l'électrode du métal

exprimé en volts (V). Si l'interface métal/solution ne se modifie pas avec le temps, on est dans le cas réversible à l'équilibre thermodynamique, on peut alors utiliser la relation de Nernst qui permet de calculer le potentiel d'équilibre (équation (37)):

$$E = E_0 + \frac{RT}{nF} \ln(a_{M^{n+}}) \quad (37)$$

Tel que :

- $E_0$  : Le potentiel standard du métal qui correspond au cas où l'activité  $a_{M^{n+}}$  des ions du métal dans la solution est égal à 1.
- $R$  : Constante des gaz parfaits ( $8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$  )
- $F$  : Le nombre de Faraday ( $96500 \text{ C}$ )
- $T$  : La température absolue en Kelvin.
- $n$  : Le nombre d'électrons échangés.
- $a_{M^{n+}}$  : L'activité des ions  $M^{n+}$  en solution.

Cet équilibre est également surtout dans le cas des électrodes de référence. L'électrode de comparaison, dite de référence absolue, est l'électrode normale à hydrogène notée ENH ( $E_{\text{ENH}} = 0 \text{ V}$  par convention). Cependant, une électrode de référence, sans barbotage de  $\text{H}_2$ , plus facile à l'emploi est utilisée pour caractériser le potentiel d'une électrode en solution. On peut distinguer (température =  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ) :

- électrode au calomel saturé (ECS),  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{KCl}(\text{sat})$ :  $E_{\text{réf}} = 0,244 \text{ V/ENH}$
- électrode au chlorure d'argent saturé,  $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{KCl}(\text{sat})$  :  $E_{\text{réf}} = 0,197 \text{ V/ENH}$
- électrode au sulfate de mercure saturé,  $\text{Hg}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4(\text{sat})$ :  $E_{\text{réf}} = 0,640 \text{ V/ENH}$
- électrode au sulfate de cuivre saturé  $\text{Cu}/\text{CuSO}_4(\text{sat})$ :  $E_{\text{réf}} = 0,316 \text{ V/ENH}$
- électrode à l'oxyde de mercure  $\text{Hg}/\text{HgO}/\text{NaOH} (0,1\text{M})$ :  $E_{\text{réf}} = 0,165 \text{ V/ENH}$

Dans tous ces systèmes, l'activité  $a_{M^{n+}}$  est déterminée par la solubilité du sel correspondant.

Dans le cas de la corrosion, la réaction anodique, oxydation de métal avec la formation de l'électron et la réaction cathodique, réduction du milieu par consommation d'électrons sont de nature complètement différente. Il ne s'agit donc plus de processus réversible. On parle alors de la cinétique mixte avec le potentiel de dissolution ou potentiel de corrosion. Le système est irréversible, et l'équilibre est déplacé [132]. Nous développerons cet aspect plus loin (Chapitre -II- paragraphe C-II-1 page 239).

## **C-I-2. La corrosion de l'acier dans le béton**

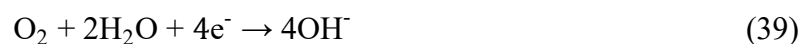
La corrosion de l'acier dans un béton est un phénomène électrochimique [135]. La solution interstitielle du béton constitue l'électrolyte et l'armature siège à la fois l'anode et la cathode. Notre étude concerne un nouveau matériau à base de terre crue traitée avec des liants. Pour se rapprocher du cas de notre béton de terre, terre crue mélangée avec des liants (chaux et ciment), nous détaillons dans ce paragraphe la corrosion des aciers dans le cas des bétons de ciment classique.

### **C-I-2.1. Formation des oxydes et hydroxydes de fer**

En première étape, l'acier s'oxyde en ions ferreux ( $Fe^{2+}$ ) selon la réaction anodique suivante (réaction (38)) :



Les électrons libérés par cette réaction participent à la réduction de l'oxygène pour former des ions hydroxydes, selon la réaction cathodique suivante (réaction (39)) :

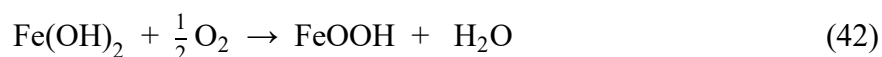
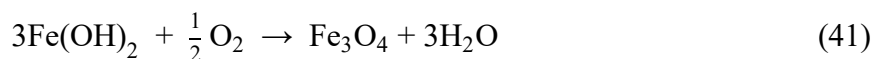


La solution interstitielle d'un béton est en général fortement alcaline. À partir d'une certaine concentration en ions  $Fe^{2+}$ , les ions hydroxydes  $OH^{-}$  se combinent aux ions ferreux  $Fe^{2+}$  pour donner une précipitation d'hydroxyde ferreux à la surface de l'acier (réaction (40)) :





Ensuite, dans un second temps, l'hydroxyde ferreux ( $\text{Fe}(\text{OH})_2$ ) peut réagir en présence de l'eau et de l'oxygène pour former de la magnétite hydratée ( $\text{Fe}_3\text{O}_4, \text{H}_2\text{O}$ ) (réaction (41)) ou de l'oxyde ferrique hydraté ( $\text{FeOOH}$  ou  $\text{Fe}_2\text{O}_3, \text{H}_2\text{O}$ ) (réaction (42)) :



D'autres formes d'oxydes ou d'hydroxydes de fer peuvent se former et avoir des formules plus complexes selon le pH, la concentration en dioxygène et la teneur en eau du milieu. Les produits de corrosion peuvent alors avoir un volume plus ou moins important et supérieur au volume du métal dans son état initial [136]. Cette augmentation du volume provoque des fissurations et une perte d'adhérence entre le béton et les armatures. Les agents agressifs peuvent alors s'infiltrer dans le béton et accélérer sa détérioration.

Les principaux oxydes de fer formés lors de la corrosion du fer en milieu aqueux ainsi que leurs propriétés (Tableau 14) ont fait l'objet de plusieurs études [137] [138] [139] [140].

**Tableau 14. Oxydes de fer formé en milieu aqueux et leurs propriétés [141] [142].**

Phase	Formule	Structure	Masse volumique ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Résistivité ( $\Omega.\text{cm}$ )	Expansion	
					Tuutti [143] (1982)	Hansson (2003) [144]
<i>Magnétite</i>	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	Cubique	5,18	$5,62 \cdot 10^{-3}$	2.2	2.1
<i>Maghémite</i>	$\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$	Cubique	4,87	0,5	--	2.4
<i>Hématite</i>	$\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$	Rhomboédrique	5,23	0,3	--	2.1
<i>Goethite</i>	$\alpha\text{FeOOH}$	Orthorhombique	3,8	$1,37 \cdot 10^7$	--	3
<i>Lépidocrocite</i>	$\gamma\text{FeOOH}$	Orthorhombique	3,85	$3 \cdot 10^5$	--	3.2
<i>Akaganéite</i>	$\beta\text{FeOOH}$	Tétragonal	3,56	--	3.8	3.7
	$\text{Fe}(\text{OH})_2$	--	--	--	--	--

### C-I-2.2. Amorçage et propagation de la corrosion

L'amorçage et la propagation de la corrosion sont influencés par plusieurs paramètres. Les normes de construction prennent en compte surtout l'épaisseur de l'enrobage du béton ainsi que sa perméabilité [145].

Selon Tuutti [143] (Figure 155), la corrosion des armatures du béton armé s'effectue en deux phases successives. Première phase où la corrosion est dite « à l'état passif ». Une couche d'oxydes ou d'hydroxydes de quelques nanomètres se forment sur l'armature. Cette couche protège le métal de l'oxydation et évolue avec le temps (Figure 156) [146]. Pendant cette phase, le milieu environnant l'armature est constant et la vitesse de corrosion est négligeable. L'ion ferreux  $Fe^{2+}$  s'oxyde progressivement en ion ferrique  $Fe^{3+}$ .

La pénétration d'éléments néfastes (chlorures ou carbonatation) dans le béton entraîne une modification du milieu et peut entraîner la dépassivation de l'armature. Alors, une deuxième phase où la corrosion est dite « à l'état actif », démarre. Lorsque la dépassivation se produit (au point  $t_d$ ), la formation des produits de corrosion s'accélère et entraîne un gonflement qui provoquera la fissuration du béton (au point  $t_f$ ). La fissuration crée de nouveaux chemins préférentiels pour les agents agressifs.

Dans le cas d'un enrobage très épais et si le béton utilisé est protégé des agents agressifs, la vitesse de corrosion reste très faible. La couche d'oxydes formée épaisse avec le temps, comme décrit dans la Figure 156. A long terme, elle peut provoquer une fissuration du matériau. Suite à cet endommagement, le contact entre l'armature et l'environnement change et une corrosion peut avoir lieu. A noter que le schéma de Tuutti ne prend pas en compte les autres cas de corrosion dus à des contraintes mécaniques subies par le béton armé.

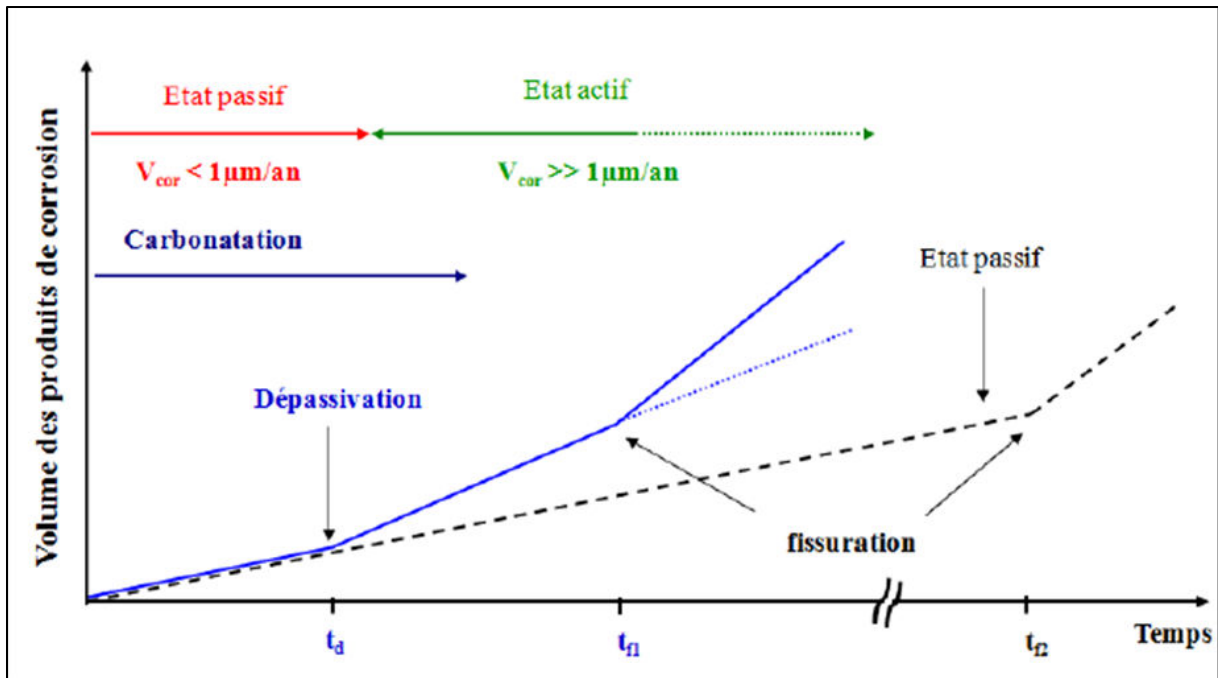


Figure 155. Schéma de Tutti : vitesse de corrosion des aciers dans le béton [143] [147].

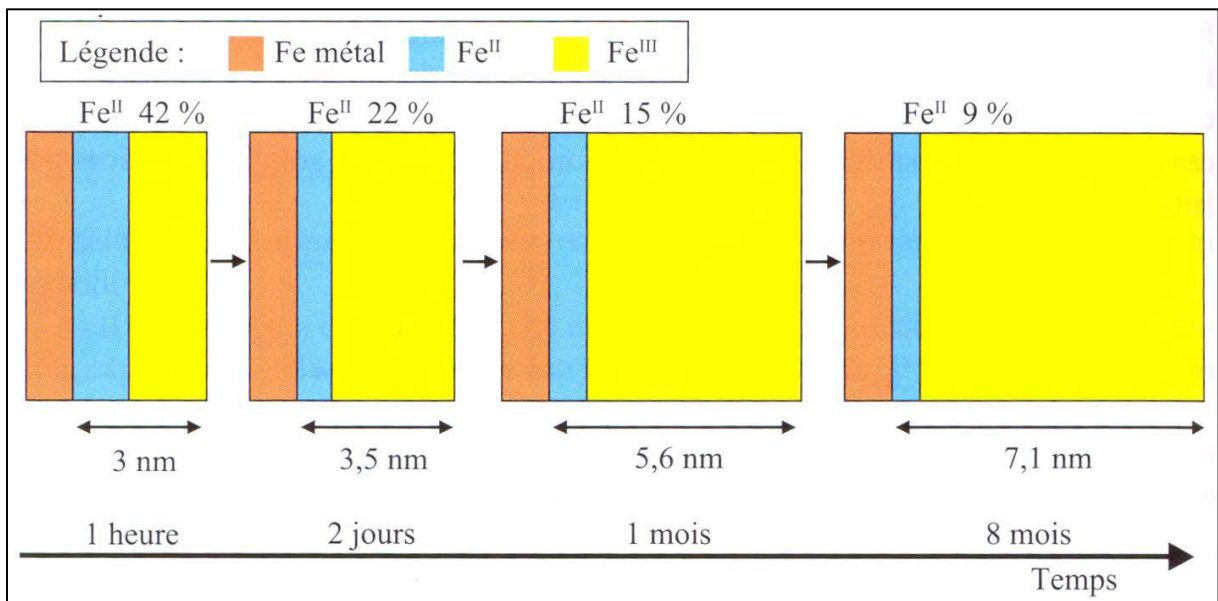


Figure 156. Croissance de la couche passive en surface d'une armature [146] [131].

### C-I-2.3. Assimilation à un système électrochimique

La Figure 157 représente le mécanisme de corrosion de l'acier dans le béton en présence d'oxygène. Le fer est oxydé donc consommé et constitue l'anode du système électrochimique, alors que les aires de surface où l'oxygène se réduit constituent la cathode. Les réactions d'oxydation et de réduction décrite dans le paragraphe C-I-2.1

(réactions (38) à (42)) sont simultanées : tous les électrons apparus sont instantanément consommés.

A la réaction d'oxydation correspond un courant anodique ( $I_a$ ), et à la réaction de réduction correspond le courant cathodique ( $I_c$ ). A un instant « t » de la réaction, le courant anodique ( $I_a$ ) est égal à l'opposé du courant cathodique ( $I_c$ ) et forme un courant global nul ( $I = I_a + I_c = 0$ ). Ainsi on définit le courant de corrosion comme étant la valeur absolue du courant anodique et cathodique ( $I_{\text{corr}} = |I_c| = I_a$ ).

On peut constater que la corrosion s'effectue au courant global nul, et  $I_{\text{corr}}$  n'est pas directement accessible, d'où la nécessité d'utiliser les techniques électrochimiques pour estimer la vitesse de corrosion.

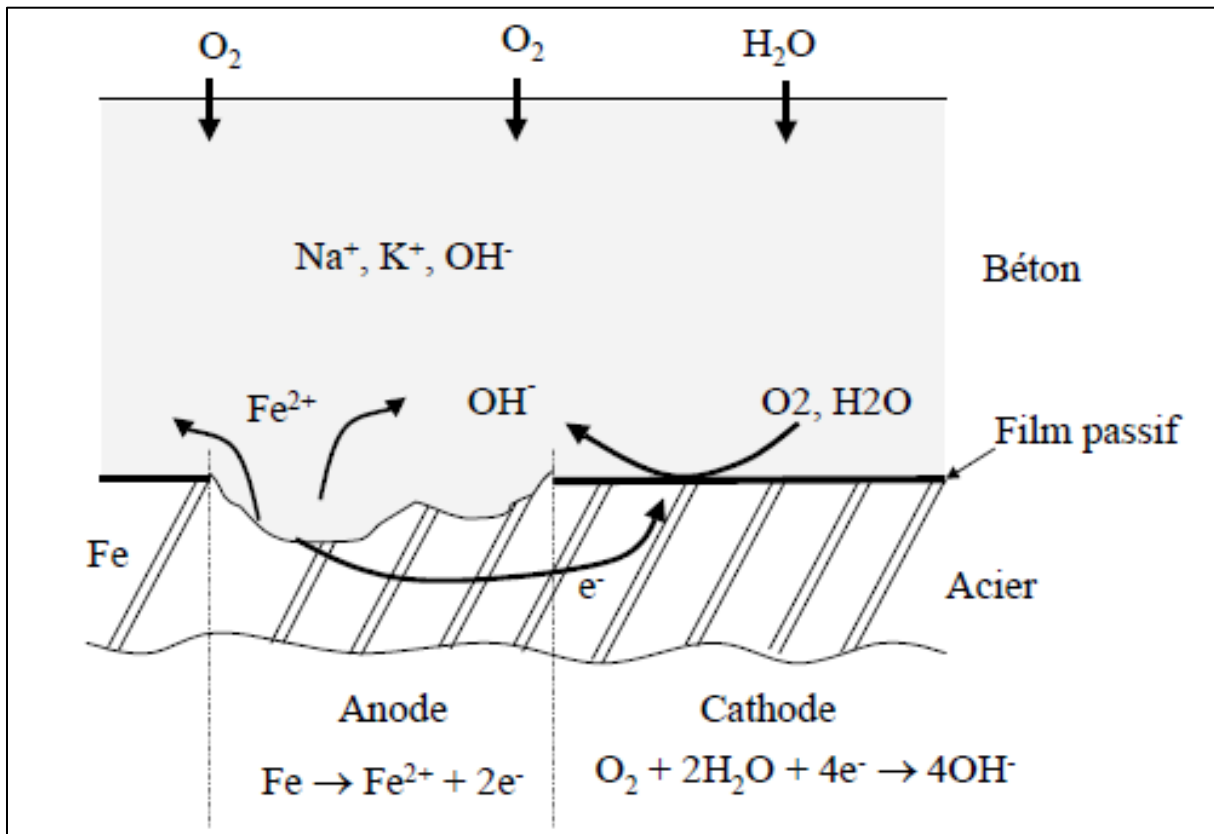


Figure 157. Mécanisme de corrosion de l'acier dans le béton [136] [147]

### C-I-2.3.1. Relation potentiel et pH, diagramme de Pourbaix

Les principes thermodynamiques permettent de définir la stabilité des espèces en fonction du pH du milieu et du potentiel. Ici, le comportement d'une barre d'acier est

assimilé à celui du fer. Le diagramme d'équilibre potentiel-pH du fer a été décrit par les travaux de Pourbaix [148]. Il représente la variation du potentiel réversible des réactions d'électrode calculé par l'équation de Nernst en fonction du pH du milieu (équation (37)). La Figure 158 montre un exemple du diagramme E-pH pour le fer en milieu aqueux dans les conditions de température et de pression standards ( $T = 25\text{ °C}$ , et  $P = 1\text{ atm}$ ). Dans cet exemple, la formation de l'hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) et de la magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sont uniquement prises en compte.

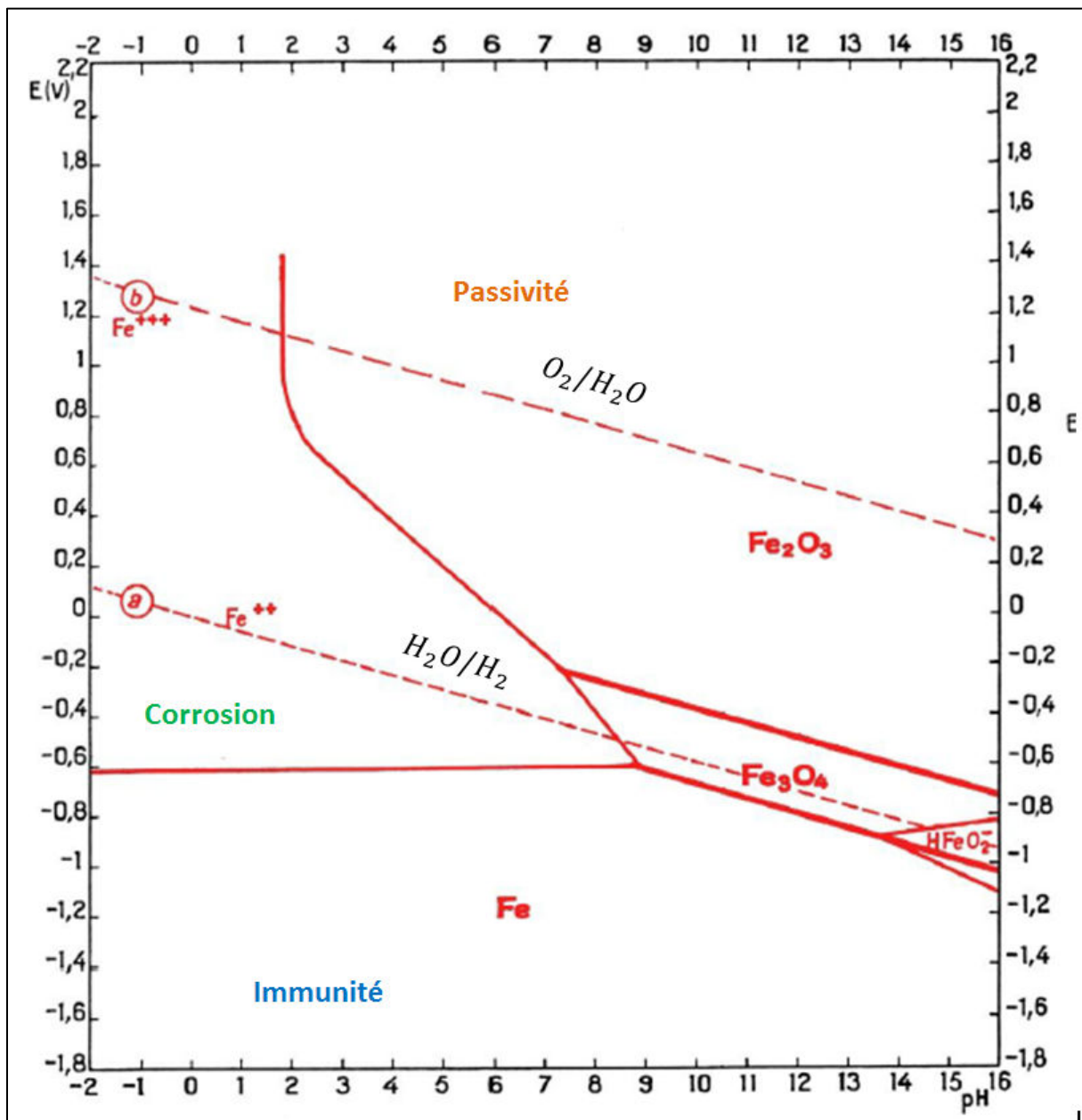


Figure 158. Diagramme de Pourbaix du Fer en condition standard [148] [147] [149].

Ce diagramme d'équilibre E-pH du système Fe/H<sub>2</sub>O pour une activité  $a_{\text{Fe}^{2+}}$  égale à  $10^{-6}$  mol.L<sup>-1</sup>, permet selon le pH du milieu et du potentiel de l'électrode de prévoir l'état actuel de la barre d'acier : formation d'oxydes à la surface du fer, la passivation de l'acier ou en corrosion. Ce diagramme ne permet pas en revanche de prédire la vitesse de corrosion.

Dans ce diagramme, les zones délimitées par des traits pleins indiquent les couples de valeurs (E, pH) pour lesquelles une espèce est stable. Il met en évidence plusieurs domaines :

- Corrosion du métal : Zones où le fer est soluble sous forme d'ions ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  et  $\text{HFeO}_2^-$ ),
- Immunité du métal : Zone où le métal ne réagit pas, domaine de stabilité du fer (Fe),
- Passivation du métal : Zones de stabilité des oxydes métalliques qui protègent le fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ),
- Stabilité thermodynamique de l'eau à la pression atmosphérique : région délimitée par les droites parallèles, en traits pointillés, (a) et (b).

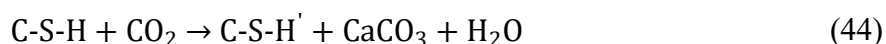
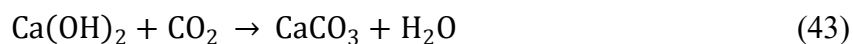
Dans le cas des aciers utilisés dans le béton armé, les conditions décrites dans ce diagramme ne correspondent pas exactement à la réalité. D'une part, l'acier est composé d'alliages de fer et de carbone. D'autre part, la solution interstitielle contient des cations ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ). L'utilisation de ce diagramme reste une méthode qualitative, en considérant que le phénomène de passivation est le même pour le système fer/H<sub>2</sub>O et acier/solution interstitielle. Néanmoins, on peut prévoir approximativement le comportement de l'acier dans le béton.

### C-I-2.4. Attaque des aciers en béton armé par leur environnement

#### C-I-2.4.1. La carbonatation

Lorsque le béton sèche avec le temps, ses pores qui sont initialement remplis d'eau interstitielle deviennent vides. Le gaz carbonique CO<sub>2</sub> présent naturellement dans l'air,

diffuse alors à travers la phase gazeuse du béton. Il réagit avec la portlandite et les hydrates (C-S-H) présents en solution pour former des carbonates de calcium selon les deux équations suivantes :



Ces deux réactions entraînent une baisse du pH de l'électrolyte interstitiel du béton ( $\text{pH} < 9$ ) et la dissolution des hydrates du ciment.

La protection de l'acier par son milieu alcalin disparaît et la dépassement des armatures commence. La corrosion des aciers est alors accélérée par le milieu de plus en plus acide. La vitesse de carbonatation dépend de nombreux facteurs tels que porosité du béton, teneur en eau, humidité relative de l'air, température, etc... D'où l'importance d'une bonne épaisseur d'enrobage afin de limiter le plus long possible l'avancement du front de carbonatation (Figure 159). Cet avancement est maximal pour une humidité relative de 65% [150].

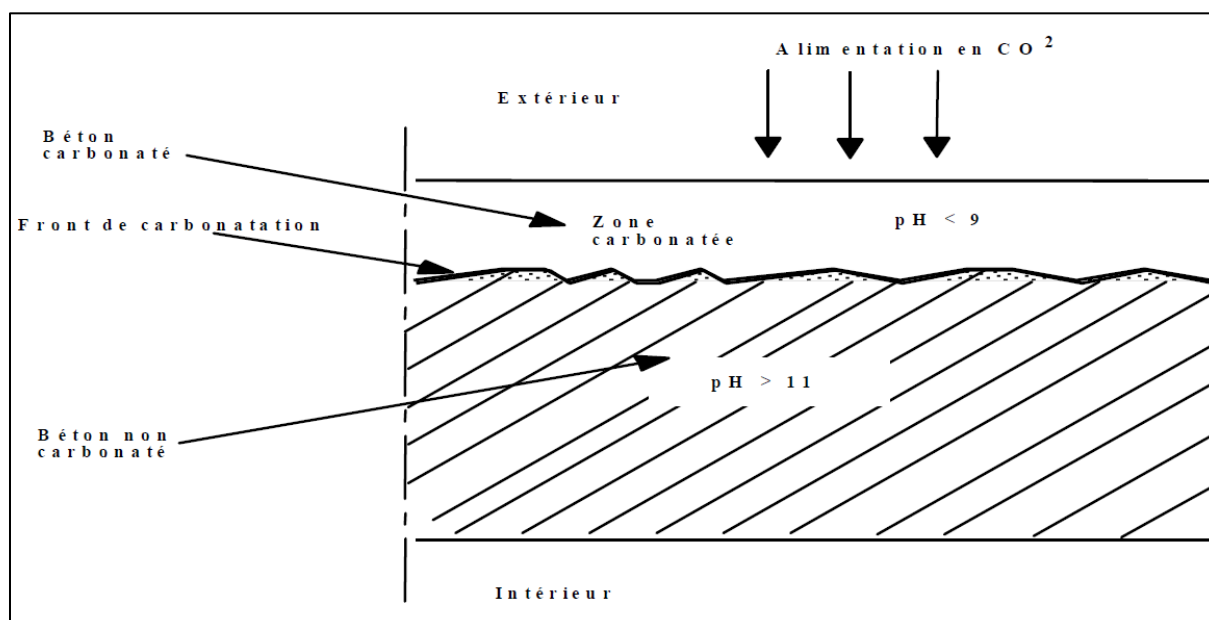


Figure 159. Principe de la formation de la carbonatation [151].

#### C-I-2.4.2. Corrosion due aux chlorures

L'attaque des armatures par les ions chlorures est l'une des principales causes de la rupture des armatures en béton armé. Les chlorures proviennent en général de deux sources différentes. Soit ils sont présents au moment du gâchage : utilisation d'eau contenant des chlorures ou agrégats contaminés. Soit ils proviennent de l'environnement (atmosphère marine, sels de déverglaçage, produits chimiques). La diffusion des chlorures au sein du béton rend le milieu plus conducteur ce qui permet un amorçage plus rapide de la corrosion en dépassivant l'armature. La corrosion qui en résulte est sous forme de piqûres à la surface de l'acier. On parle alors d'une corrosion localisée non uniforme.

Les chlorures ayant atteint l'armature attaquent l'acier initialement passivé. Le film passif est alors détruit localement et laisse apparaître des zones anodiques où l'acier est dissout. Le reste de la surface qui est encore passivée correspond aux zones cathodiques. La surface des zones cathodiques étant bien plus large que celle des zones anodiques, la dissolution de l'acier croît en profondeur plutôt qu'en surface de l'acier formant ainsi des piqûres ou des cavernes (Figure 160). Toutefois, au début de la rupture du film passif, il y aura une compétition entre  $\text{OH}^-$  de l'électrolyte interstitiel qui repassive le métal et  $\text{Cl}^-$  ions agressifs qui maintiennent la corrosion localisée. Plus la carbonatation est avancée, plus la concentration en  $\text{OH}^-$  est faible, alors plus le risque de propagation de corrosion augmente. Empiriquement, la cinétique entre les deux ions sont similaires, alors quand la concentration en  $\text{Cl}^-$  devient égale ou supérieure à  $\text{OH}^-$ , le risque de la corrosion par piqûre ne peut pas être négligé.

Au sein de la piqûre, les ions chlorures s'associent avec l'ion hydrogène de l'eau pour former de l'acide chlorhydrique. Ces réactions acidifient la solution dans la piqûre, abaissant fortement le pH entre 3,8 et 5. Les ions hydroxyde de la phase interstitielle du béton se combinent alors avec les ions ferreux  $\text{Fe}^{2+}$  ayant diffusé hors de la piqûre.



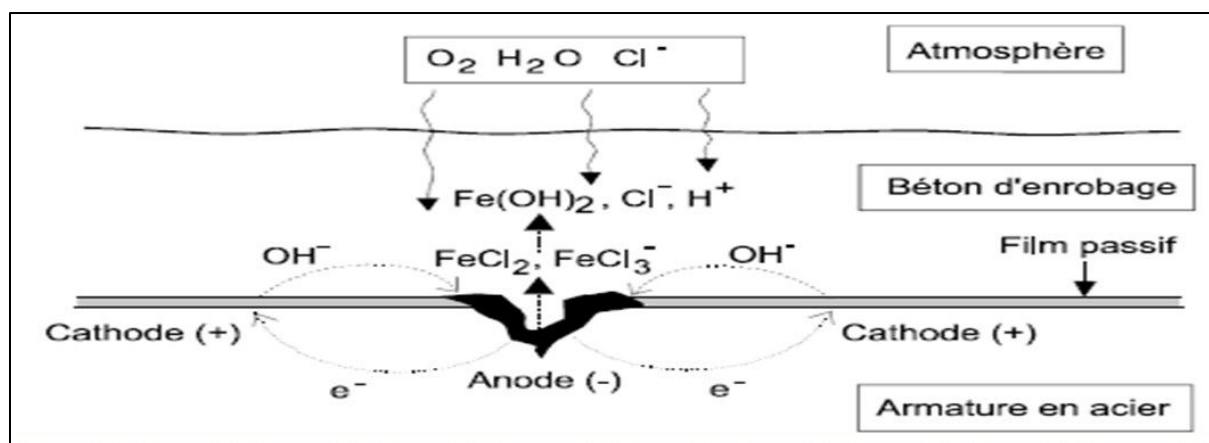


Figure 160. Corrosion des armatures par les ions chlorures.

Comme indiqué plus haut, les observations montrent que la couche passive perd son pouvoir protecteur à partir d'une certaine concentration critique en ions chlorures. Ce dosage est de l'ordre de 0.4% par rapport au poids de ciment dans le béton dont la carbonatation est bien avancée.

### C-I-2.5. Synthèse sur la corrosion des aciers dans le béton

La corrosion des armatures d'acier en contact avec le béton dépend de nombreux paramètres tel que l'état de surface des armatures, la composition du béton, l'épaisseur de l'enrobage et l'environnement de la construction. L'oxydation des armatures nécessite la présence d'un oxydant, en général l'oxygène, et un milieu humide. Dans un milieu alcalin, cette réaction entraîne la formation d'oxydes protégeant l'armature. C'est l'état passif.

La carbonatation induite par la diffusion du dioxyde de carbone dans les pores du béton entraîne la fragilisation chimique de la couche passive de l'armature. Elle a pour principales conséquences la formation d'oxydes expansifs conduisant à l'éclatement du béton. De même elle entraîne une baisse du pH du milieu et donc une accélération de la vitesse de corrosion. Les ions chlorures attaquent localement la couche passive d'oxydes et entraîne une dépassivation localisée de l'armature. Elle attaque l'armature en profondeur et entraîne sa rupture. La Figure 161 synthétise la corrosion des armatures dans le béton.

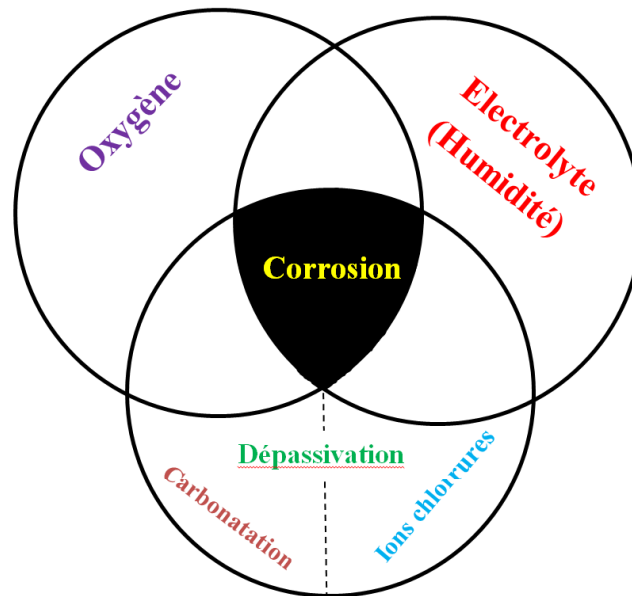


Figure 161. Corrosion des armatures dans le béton [152].

### C-I-3. La corrosion des aciers dans le sol

Dans la littérature, les différentes études montrent que l'interaction du milieu argileux en contact avec le fer dépend de plusieurs paramètres tels que la teneur en eau, rapport argile/fer, le pH, la température, le temps de contact, la minéralogie du milieu... À des températures élevées (200°C), le milieu devient instable et un gel (Fe-Al-Si) se forme. Ce gel conduit à la formation de feuilletés de 7 Å comme la berthierine, cronstedtite ou greenalite [153].

La corrosion du fer en contact avec le sol a été étudiée surtout dans le cadre de deux applications distinctes. La première concerne le domaine du stockage des déchets radioactifs. La deuxième concerne l'étude d'objets archéologiques ferreux qui se dégradent après leur sortie de terre. L'étude bibliographique suivante est tirée, en grande partie, de la thèse de Neff [141] et de Romaine [154].

#### C-I-3.1. Domaine du stockage des déchets radioactifs

L'argile est un minéral vivant et réactif. En contact avec l'acier, elle permet la diffusion et le transport de la matière. Les travaux de Jeannin et al. [155] ont montré qu'il suffit de déposer 500 µm de couche d'argiles sur une électrode d'acier pour influencer le transport des espèces et provoquer une modification des produits de corrosion formés.

Plusieurs paramètres jouent un rôle important sur la corrosion de l'acier : température, compactage de l'argile, géométrie de l'échantillon l'acier, la présence de l'oxygène... Le rôle de ce dernier est important au début du contact et devient négligeable avec le temps si aucun apport n'est assuré. La magnétite est l'un des principaux produits de corrosion observés. Elle est généralement considérée comme protectrice, ce qui entraîne la diminution importante de la vitesse de corrosion.

De nombreuses études ont été réalisées en milieu argileux. L'acier ou le fer sont utilisés sous forme de poudre ou d'échantillons massifs souvent compactés. Différentes familles d'argiles ont été étudiées, telles que smectites, kaolinites, bentonite ou encore de l'argilite. Les expériences sont le plus souvent réalisées à 80-90°C afin d'être proches des conditions de stockage des déchets radioactifs. Le Tableau 15 présente une synthèse des principales études.

**Tableau 15. Synthèse sur la corrosion des aciers en milieu argileux. Domaine des déchets radioactifs [154].**

Publication	Matériaux et milieux	Conditions expérimentales	Techniques de mesures	Résultats
Carlson et al., 2007 [156]	MX-80. Tige d'acier au carbone, coupons d'acier au carbone et fonte. Eau porale synthétique.	45 jours 30 et 50 °C 900 et 350 jours	MEB-EDS, MET, FTIR, Spectroscopie Mossbauer, Raman	Formation de magnétite, hématite et goéthite
De Combarieu et al., 2007 [157]	Poudre de fer (S = 0,26 m <sup>2</sup> /g) COX (poudre, S = 36,6 m <sup>2</sup> /g). Eau déminéralisée	1 à 6 mois 80 et 300 °C Fe/A = 1 S/L = 1/1 et 4/10 Anoxique	MEB-EDS, BET, DRX, Spectroscopie Mossbauer	Vitesse de corrosion 1,4 µm/an. 2 fois plus élevée que dans l'eau. Pas de formation de magnétite avant 3 mois.
Jeannin et al., 2010 [155]	Silice, kaolinite, chlorite, montmorillonite. Disque d'aciers. Solution 0,5 mol.L-1 NaCl (pH 7) (électrodes avec dépôts)	2,5 heures et 20 heures Oxique/ Anoxique 25°C	µRaman	Influence des phases argileuses: barrière plus ou moins poreuse. Importance de la structure, interface. La présence de pores de taille élevée favorise la corrosion par piqûres. Formation de rouille verte chlorurée
Jeannin et al., 2011 [158]	Silice, kaolinite, chlorite, montmorillonite. Disque d'aciers Solution 0,1 M NaHCO <sub>3</sub> (pH 8,2) (électrodes avec dépôts)	2,5 heures et 20 heures 25°C	µRaman	Couche minérale peut limiter la formation de la couche d'oxyde passivante. Formation de RV carbonatée et de sidérite.
Martin et al., 2008 [159]	MX-80 Tige d'acier non allié Tige de fer métal	8 mois 90 °C	MEB-EDS, µRaman, XANES µXRD, µXRF,	Vitesse de corrosion estimée par gravimétrie à 9,5 µm/an.
Dauzères et al., 2013 [160]	Disque d'acier Argilite de Tournemire, recompactée (forte porosité, conditions de saturation mal connues)	10 ans	MEB-EDS, µRaman, DRX	Auréoles de couleur rouge dans l'argile Goéthite, lépidocrocite et gypse identifiés. Corrosion par piqûres.
Schlegel et al., 2008 [161]	Tige de fer métal Argilite de Bure	8 mois 90 °C 50 bars	µXRD, µXRF, µRaman, MEBEDS	Faciès comparables à ceux retrouvés sur les analogues archéologiques. Dissolution calcite et matrice argileuse supposée.
Schlegel et al., 2010 [162]	Barreau de fer COX	4 mois 90 °C 50 bars Potentiel de corrosion et polarisation anodique	Tomographie aux rayons X, MEBEDS, µXRD, µRaman	Mise en évidence de fractures Migration du fer. Chukanovite et sidérite observées.
Necib 2013 [163]	Différentes nuances d'acier (A37, P235, P275, SA 516) dans l'eau porale du site de Bure à 85°C	Plusieurs mois Différentes de corrosion à l'abandon selon les échantillons	µRaman, MEB EDS, DRX	Sidérite et magnétite principaux produits. Présences de chukanovite, silicates de fer, sulfures de fer dont mackinawite. Présence de β-Fe <sub>2</sub> (OH) <sub>3</sub> Cl sur certains échantillons. Présences de BTR et BSR

Plusieurs laboratoires européens ont mené des expériences dans des conditions différentes sur des aciers destinés à la conception des conteneurs de déchets radioactifs. Foct et Gras [164] ont analysés ces résultats afin de déterminer des tendances générales de comportement de ces matériaux, ainsi que des vitesses moyennes de corrosion. Ils ont abouti aux conclusions suivantes [141] :

- Des tests ont été réalisés sur des éprouvettes enfouies pendant 5 ans à une température de 90°C afin d'étudier l'influence de l'oxygène sur la vitesse de corrosion. Les résultats montrent que la vitesse de corrosion est à peu près constante en présence d'oxygène. Elle varie entre 22 et 28  $\mu\text{m}/\text{an}$ . En conditions anaérobiques, elle est plus faible et décroît au cours de l'essai jusqu'à environ 5  $\mu\text{m}/\text{an}$ .
- Des éprouvettes de bentonite ont été compactées en présence de chlorures à des concentrations d'environ 2 mol/L. Elles ont été placées à des températures comprises entre 100 et 250°C. Les résultats montrent que la présence des chlorures avec la bentonite n'a pas d'influence sur la vitesse de corrosion. Celle-ci est comprise entre 6 et 11  $\mu\text{m}/\text{an}$ .
- Afin de voir l'influence du type d'acier, des essais ont été menés sur des éprouvettes en acier et en fonte. La vitesse moyenne sur 5 ans s'avère similaire sans d'importantes différences.
- La température élevée des déchets radioactifs peut avoir une influence sur la corrosion. En effet, des expériences à différentes températures ont démontré que la vitesse de corrosion s'accélère avec la température.

De même, Papillon et al. [165] ont étudié la corrosion de l'acier en contact avec de l'argile compactée à 25 et 80°C pendant 6 mois. Ils mesurent des vitesses moyennes comprises entre 4 et 5  $\mu\text{m}/\text{an}$ . Ils observent aussi la formation de composés mixtes de carbonates de fer et de calcium à l'interface métal/milieu.

### **C-I-3.2. Interprétation de l'interaction argilite/fer**

Des chercheurs ont suivi l'interaction in-situ d'une argilite en contact avec du Fer pendant 6 ans [153]. Ils ont décrit les modifications possibles dans la Figure 162.

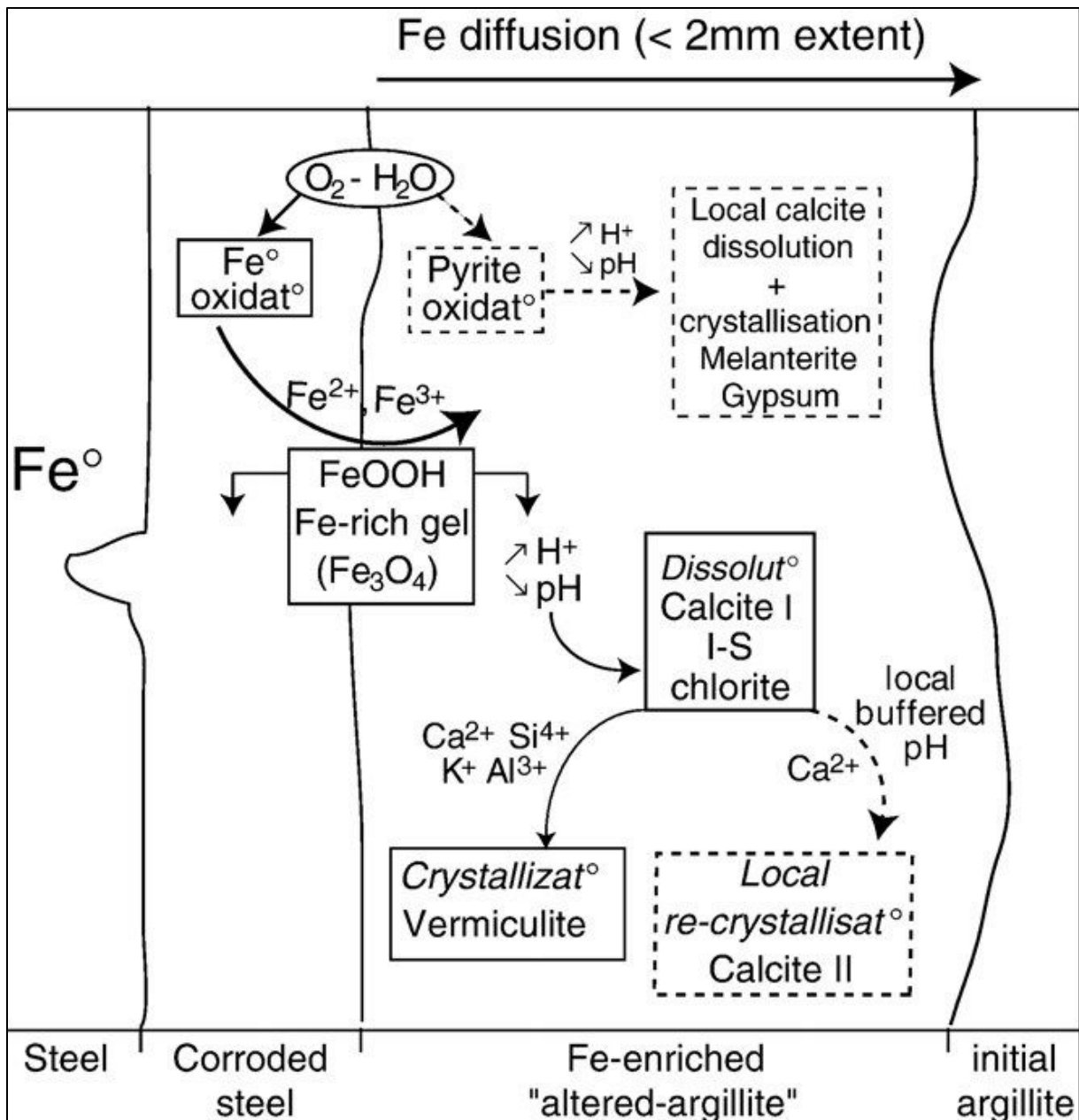


Figure 162. Processus d'interaction entre argile et acier en milieu oxygéné [153].

L'interaction est expliquée selon les étapes suivantes :

- Le fer Fe<sup>0</sup> est instable en présence d'oxygène et s'oxyde en Fe<sup>2+</sup> et Fe<sup>3+</sup>.
- Les cations Fe<sup>2+</sup> et Fe<sup>3+</sup> libérés réagissent avec l'eau pour former la magnétite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>).
- La magnétite est aussi instable en présence d'oxygène et se transforme en goéthite (αFeOOH) et lepidocrocite (γFeOOH).

Ces trois étapes décrites là-dessus libèrent des ions  $H^+$ . Le milieu devient alors acide et induit à la dissolution de la calcite ( $CaCO_3$ ). De même le milieu acide déstabilise la chlorite (argile de type T-O-T de formule  $Mg_5(Al,Fe)(OH)_8(Al,Si)_4O_{10}$  contenant une couche Mg-OH dans l'espace interfoliaire) qui se cristallise en vermiculite (argile de type T-O-T de formule  $(Mg,Ca)_{0,7}(Mg,Fe,Al)_6(Al,Si)_8O_{22}(OH)_4 \cdot 8H_2O$ ). D'autres études [166] ont démontré qu'un environnement basique affecte la stabilité des minéraux argileux, surtout la smectite (famille d'argile de type T-O-T). La smectite et la calcite sont rapidement dissous, l'illite (argile de type T-O-T contenant un ion de potassium  $K^+$  peu hydraté, de formule  $(K,H_3O)(Al,Mg,Fe)_2(Si,Al)_4O_{10}[(OH)_2,(H_2O)]$ ) résiste plus tandis que la kaolinite (argile de type T-O de formule  $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ ) est la plus résistante.

La dissolution des minéraux argileux entraîne la libération d'ions  $Ca^{2+}$ ,  $Si^{4+}$ ,  $K^+$ ,  $Al^{3+}$  et d'autres selon la composition des feuillets argileux. Ces cations vont réagir pour former la melanterite ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ) et du gypse ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ) ou une recristallisation de la calcite.

### C-I-3.3. Etude des objets archéologiques ferreux

Les objets archéologiques sont d'une grande importance car ils sont les seuls témoins des processus de corrosion à très long terme. Ils permettent l'identification des produits de corrosion après des siècles de contact avec un milieu corrosif. Les produits de corrosion observés sont différents en général de ceux formés dans les premières étapes de corrosion. Des clous de 16<sup>ème</sup> siècle provenant d'un site en Normandie ont subi une corrosion dans un milieu neutre à pH voisin de 7. Les principaux produits de corrosion observés sont la sidérite, la chukanovite et la magnétite [167] [168]. La sidérite  $FeCO_3$  et la chukanovite  $Fe_2(OH)_2CO_3$  sont des produits de corrosion mis en évidence récemment sur des objets archéologiques puis sur un acier corrodé sous argile à 80°C.

Soerensen et Gregory [169] ont étudié l'influence des différents paramètres qui entrent en jeu lors du processus de corrosion des objets enfouis dans le sol [type de sol, résistivité électrique, composition chimique des eaux du sol (pH,  $O_2$  dissous, sels tels que  $SO_4^{2-}$ ,  $S^{2-}$ ,  $NO_3^-$ ,  $NO_2^-$ ,  $NH_4^+$ ,  $PO_4^{3-}$  et  $Cl^-$ ) et l'activité bactérienne]. Les vitesses instantanées obtenues par mesure électrochimique varient entre 6 et 40  $\mu m/an$ . Les vitesses de corrosion estimées par radiographie sont comprises entre 0.025 et 1.2  $\mu m/an$ . Cet écart suggère une diminution significative de la vitesse de corrosion avec le temps de contact fer-sol.

Gerwin et al. [170] ont constaté que les milieux phosphatés et surtout les milieux carbonatés et organiques ont des degrés de corrosion plus faibles par la formation d'une couche protectrice. Au contraire, dans les milieux à fortes teneurs en chlorures ou en sulfates, cette couche est détruite ce qui entraîne de plus forts degrés de corrosion.

Les études de Galliano et al. [171] ont montré que dans le sol sableux les vitesses diminuent avec la durée d'enfouissement jusqu'à 15  $\mu\text{m}/\text{an}$ . Les vitesses de corrosion sont plus importantes lorsque le sol est fortement aéré et atteint 731  $\mu\text{m}/\text{an}$ . Sans aération forcée, la vitesse de corrosion est de 59  $\mu\text{m}/\text{an}$ .

Angelini et al. [172] concluent qu'une augmentation de la teneur en eau stimule la formation de produits de corrosion quelles que soient les conditions de vieillissement. De même une hausse de la température conduit à une augmentation de la corrosion. Les conditions cycliques de température favorisent la corrosion par rapport à des conditions statiques. Ils ont mis en évidence la présence de goethite ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ), d'akaganéite ( $\beta\text{-FeOOH}$ , contenant du chlore) et de magnétite ( $\gamma\text{-Fe}_3\text{O}_4$ ).

Novakova et al. [173] ont étudié la corrosion d'un clou par des phénomènes de corrosion bactérienne. Les mécanismes de corrosion se font selon eux en deux temps : la première étape est la formation de produits de corrosion dans un sol aéré, entraînant la formation de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  et  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , et la deuxième se produit en conditions désaérées, étape au cours de laquelle les bactéries sulfato-réductrices entrent en jeu et forment des produits sulfurés.

Les études de Pons [174] décrivent les transformations successives possibles du fer dans les sols à températures ambiantes. Les vitesses moyennes de corrosion estimées par la mesure d'épaisseur des produits de corrosion s'étendent de 0.4 à 22  $\mu\text{m}/\text{an}$ .

Dillmann et al. [175] ont mesuré la porosité des objets corrodés. Ils montrent que les rouilles de ces objets sont composées de goethite, lépidocrocite et magnétite. Les rouilles de très faible diamètre ( $D < 50 \text{ nm}$ ) constituent plus de 50 % du volume poreux. La porosité est de l'ordre de 10 % et présente une forte connectivité.

Le Tableau 16 regroupe une synthèse sur les vitesses moyennes retrouvées dans les différentes études de la littérature.



**Tableau 16. Résumé des vitesses moyennes de corrosion dans le domaine des objets archéologiques, A : objets archéologiques, E : échantillons issus d'expérimentations, NP : non précisé [141].**

Types d'échantillon	Environnement	Datation	Techniques d'estimation de la vitesse de corrosion	Vitesse moyenne de corrosion	Référence
A : lances	Sol détrempe	200-500 AD	Radiographie X	0.025-1.2 $\mu\text{m}/\text{an}$	(Soerensen et Gregory) [169]
A	3 types de sols : urbain, sableux et loess	NP	Radiographie X	Degré de corrosion : Urbain : 80-100% Sableux : 60-80% Loess : 40%	(Gerwin et al.) [170]
A et météorites	NP	NP	Mesure d'épaisseur	0.01-10 $\mu\text{m}/\text{an}$	(Accary et Haijink) [176]
A	NP	NP	Mesure d'épaisseur	0.1-10 $\mu\text{m}/\text{an}$	(Miller et Chapman) [177]
E (500 jours)	Sableux		Perte de masse de métal	32 j : 59 $\mu\text{m}/\text{an}$ 220 j : 26 $\mu\text{m}/\text{an}$ 500 j : 15 $\mu\text{m}/\text{an}$	(Galliano et al.) [171]
A	Limon argileux Limon sableux Limon argilo-sableux	2 <sup>ème</sup> au 19 <sup>ème</sup> siècle AD	Mesures d'épaisseur sur coupes transversales	0.4-22 $\mu\text{m}/\text{an}$	(Pons) [174]
E (30 et 120 jours à 25°C)	Sol : matière organique et eaux chlorées		Perte de masse de métal	30 j : 37-159 $\mu\text{m}/\text{an}$ 120 j : 47-136 $\mu\text{m}/\text{an}$	(Angelini et al.) [172]

#### C-I-4. Synthèse de l'étude bibliographique

L'étude bibliographique présentée ci-dessus décrit la corrosion du métal fer dans deux environnements différents et leurs différentes pathologies. D'une part l'environnement du béton classique qui est un milieu alcalin, initialement protecteur, et par sa porosité, laisse diffuser des agents agressifs qui entraînent la corrosion. D'autre part l'environnement du sol et de l'argile qui est une matière vivante et réactive. Elle dépend de divers paramètres tels que son pH, les minéraux présents, la teneur en eau, la présence d'oxygène... Le sol facilite le transfert des charges et pourra libérer des éléments qui vont intervenir dans le processus de corrosion.

Le nouveau matériau à base de terre crue est une combinaison de ces deux environnements. Il est constitué principalement de terre vivante et réactive. Elle est mélangée avec des liants hydrauliques pour donner lieu à un béton de terre alcalin et

poreux. D'où la complexité de notre étude car ce nouveau matériau est sujet au problème de carbonatation, de la diffusion des ions chlorures ainsi que de l'interaction de l'argile avec les armatures d'aciers.

Dans cette partie on va traiter uniquement le problème de l'interaction de l'acier avec trois familles d'argiles. De même on va analyser la vitesse de corrosion du béton de terre « Cematerre » et le comparer à celle du béton classique type « Mortier ».



## **Chapitre -II- MÉTHODES ET PROTOCOLES EXPÉRIMENTAUX**

### **C-II-1. Les méthodes de suivi de la corrosion**

On peut suivre la vitesse de corrosion en utilisant soit des méthodes électrochimiques, soit avec des méthodes non électrochimiques :

- Les méthodes électrochimiques : suivi du potentiel de corrosion, mesures voltammétriques (la résistance de polarisation, extrapolation de la droite de Tafel, et évaluation des constantes de Tafel), et mesure de l'impédance.
- Les méthodes non électrochimiques : mesures de perte de masse, analyse de la surface de la barre d'acier, spectroscopie, ...

Les mesures électrochimiques sont des mesures relativement rapides et permettent un suivi instantané de la vitesse de corrosion et également des informations sur les réactions susceptibles de se dérouler à la surface de la barre d'acier. Ces méthodes présentent un inconvénient majeur du fait qu'au potentiel libre de corrosion, aucun courant n'est observé extérieurement, alors toutes les méthodes sont des estimations de la vitesse de corrosion et non la mesure directe. Pour cette estimation, il est nécessaire d'imposer une polarisation extérieure, ce qui entraîne une perturbation plus ou moins importante du système. Les quatre principales méthodes électrochimiques utilisées pour étudier la corrosion de l'acier dans un béton sont : la mesure du potentiel libre (EOC), la mesure potentiodynamique qui permet de tracer la courbe de Tafel et de déterminer la résistance de polarisation, et la mesure d'impédance électrochimique.

#### **C-II-1.1. Potentiel libre ou potentiel de corrosion**

Le potentiel du circuit libre EOC (open circuit potentiel), nommé aussi le potentiel de corrosion, est le potentiel au repos d'une armature en contact avec son électrolyte (béton par exemple). Ce potentiel qui change avec le temps, est régi par une réaction d'oxydation

à l'anode et une réaction de réduction à la cathode, comme nous l'avons indiqué plus haut (C-I-2.3 page 222). La valeur du potentiel de corrosion donne une idée de l'état thermodynamique de la corrosion d'une armature plongée dans une poutre de béton à l'aide du diagramme de potentiel-pH.

Afin de mesurer le potentiel libre EOC, il faut mesurer le potentiel de demi-cellule. Cela consiste à mesurer la différence de potentiel au repos entre l'armature et une électrode de référence placée au voisinage de l'armature. Cette technique a été largement utilisée pour estimer qualitativement l'état de corrosion des armatures dans des structures en béton armé sans pouvoir quantifier la détérioration de l'armature [178]. Cette mesure a été normalisée par l'ASTM (norme ASTM C 876-91 [179]) et la RILEM (recommandations RILEM TC154-EMC [180]).

Plusieurs études ont utilisé cette technique afin de mesurer la valeur critique du potentiel qui indique le passage de l'acier de l'état passif à l'état actif. Ils ont trouvé des valeurs de potentiels variant de -200 mV/ECS à -600 mV/ECS, soit -440 à 840 mV/ENH sur la Figure 158. [181] [182] [183]

### C-II-1.2. Extrapolation de la droite de Tafel

Les réactions électrochimiques mettent en jeu un transfert de charges. A chacune de ces deux réactions correspond des densités de courant anodique ( $J_a$ ) et cathodique ( $J_c$ ). La densité du courant global est alors la différence entre ces deux ( $J = J_a - J_c$ ). Si par une source de courant extérieure, on fait varier le potentiel de l'interface métal/solution, on obtient une variation de la densité de courant total  $J$ .

Au potentiel de corrosion, la densité du courant global «  $J$  » est nulle ( $|J_a| = |J_c| = |J_{\text{corr}}|$ ).  $J_{\text{corr}}$  représente la densité de corrosion. A cette densité de corrosion correspond le potentiel de corrosion  $E_{\text{corr}}$ .

Lorsque le potentiel de la réaction est différent de  $E_{\text{corr}}$ , on parle alors d'une surtension anodique pour  $E - E_{\text{corr}} > 0$  ou cathodique pour  $E - E_{\text{corr}} < 0$ . Si les deux réactions suivent la loi de Tafel, c'est-à-dire si la réaction est contrôlée par l'énergie d'activation de chacune, la densité du courant total est donnée par la première relation de Stern et Geary. Il s'agit d'une généralisation de l'équation de Butler-Volmer pour un processus rédox autour de l'équilibre :

$$J = J_a + J_c = J_{\text{corr}} \cdot \left\{ \exp \left[ \frac{\alpha_a n_a F}{R.T} (E - E_{\text{corr}}) \right] - \exp \left[ \frac{\alpha_c n_c F}{R.T} (E - E_{\text{corr}}) \right] \right\} \quad (45)$$

Où  $n$  est le nombre d'électrons intervenant dans la réaction et  $\alpha$  est le coefficient de transfert de charge. Ce dernier est une constante comprise entre 0 et 1 et indique le partage de l'énergie d'activation entre la réaction directe et inverse. Cette relation est souvent appelée la relation de Stern - Geary [184]. Pour une surtension suffisamment élevée, une des 2 réactions anodiques ou cathodiques devient négligeable.

Surtension anodique :

$$\log_{10}|J| = \log_{10}|J_a| = \frac{\alpha_a n_a F}{2.3RT} \cdot (E - E_{\text{corr}}) + \log_{10}(J_{\text{corr}}) \quad (46)$$

Surtension cathodique :

$$\log_{10}|J| = \log_{10}|J_c| = \frac{\alpha_c n_c F}{2.3RT} \cdot (E - E_{\text{corr}}) + \log_{10}(J_{\text{corr}}) \quad (47)$$

Ces deux relations de surtension dans le plan semi-logarithmique [ $\log(J) - E$ ] décrivent une droite et sont nommées les droites de Tafel anodique et cathodique. Ils permettent aussi de déterminer les paramètres cinétiques d'une réaction électrochimique,  $J_{\text{corr}}$ ,  $\beta_a$ ,  $\beta_c$ , avec :

$$\beta_a = \frac{2.3RT}{\alpha_a n_a F} \quad (48)$$

$$\beta_c = \frac{2.3RT}{\alpha_c n_c F} \quad (49)$$

L'intersection des deux droites de Tafel correspond à la densité de courant global zéro ( $|J_a| = |J_c| = |J_{\text{corr}}|$ ). Elle permet de déterminer graphiquement  $J_{\text{corr}}$ . La représentation graphique est présentée dans la Figure 163. Il est également possible de déterminer les quatre paramètres régissant la corrosion,  $E_{\text{corr}}$ ,  $J_{\text{corr}}$ ,  $b_a$  et  $b_c$  par un calcul d'ajustement de paramètres pour éviter une polarisation trop importante pour atteindre le domaine linéaire de la droite de Tafel ( $|E_{\text{corr}} - E| \geq 0.1 \text{ V}$ ).

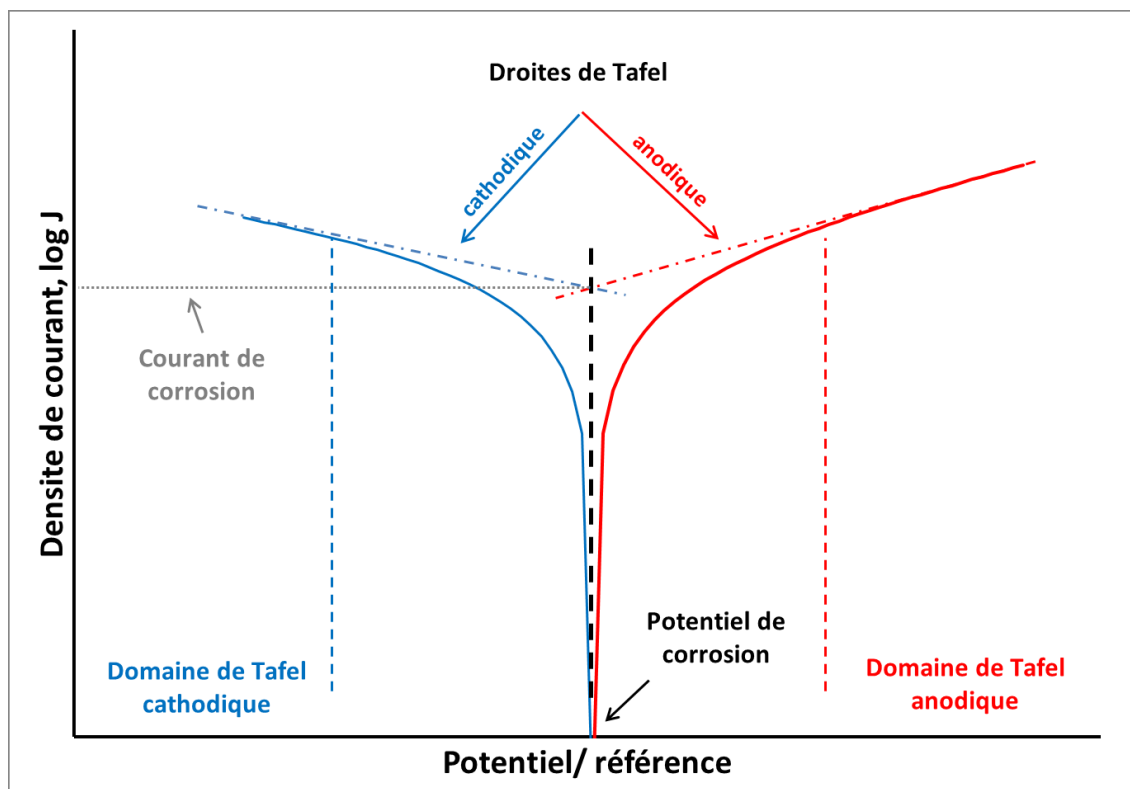


Figure 163. Diagramme de Tafel

L'analyse des courbes de polarisation stationnaires par la méthode de Tafel permet d'estimer la vitesse de corrosion du système étudié [147]. En effet, l'équation (45) peut être réécrite avec le courant  $I$  :

$$I = I_{\text{corr}} \cdot \{\exp[b_a \cdot (E - E_{\text{corr}})] - \exp[b_c \cdot (E - E_{\text{corr}})]\} \quad (50)$$

$$b_a = \frac{2.3}{\beta_a} \quad \text{et} \quad b_c = \frac{2.3}{\beta_c} \quad (51)$$

Avec :  $b_a$  et  $b_c$  en ( $V^{-1}$ );  $E_{\text{corr}}$  et  $E$  en (V);

### C-II-1.3. Résistance de polarisation

Une faible polarisation de l'électrode de travail autour de son potentiel de corrosion permet de déterminer une résistance de polarisation. Elle est égale à l'inverse de la pente de la droite passant par  $I = 0$  et tangente à la courbe courant-tension  $I = f(E)$  (Figure 164). Dans les cas où la résistance de l'électrolyte est assez grande, une correction de la chute ohmique est nécessaire :

$$E = V - I \cdot R_e \quad (52)$$

où  $V$  est le potentiel global entre l'électrode de référence et l'électrode de travail alors que  $E$  représente le potentiel à l'interface (extérieur de la double couche et l'électrode de travail).

La résistance de polarisation  $R_p$  est proportionnelle au courant de corrosion  $I_{\text{corr}}$  [184] [185]:

$$I_{\text{corr}} = \left( \frac{1}{b_a - b_c} \right) \cdot \left( \frac{1}{R_p} \right) \quad (53)$$

Cette relation est appelée la (seconde) relation de Stern et Geary. La Figure 164 représente la courbe de polarisation au voisinage de  $E_{\text{corr}}$ .

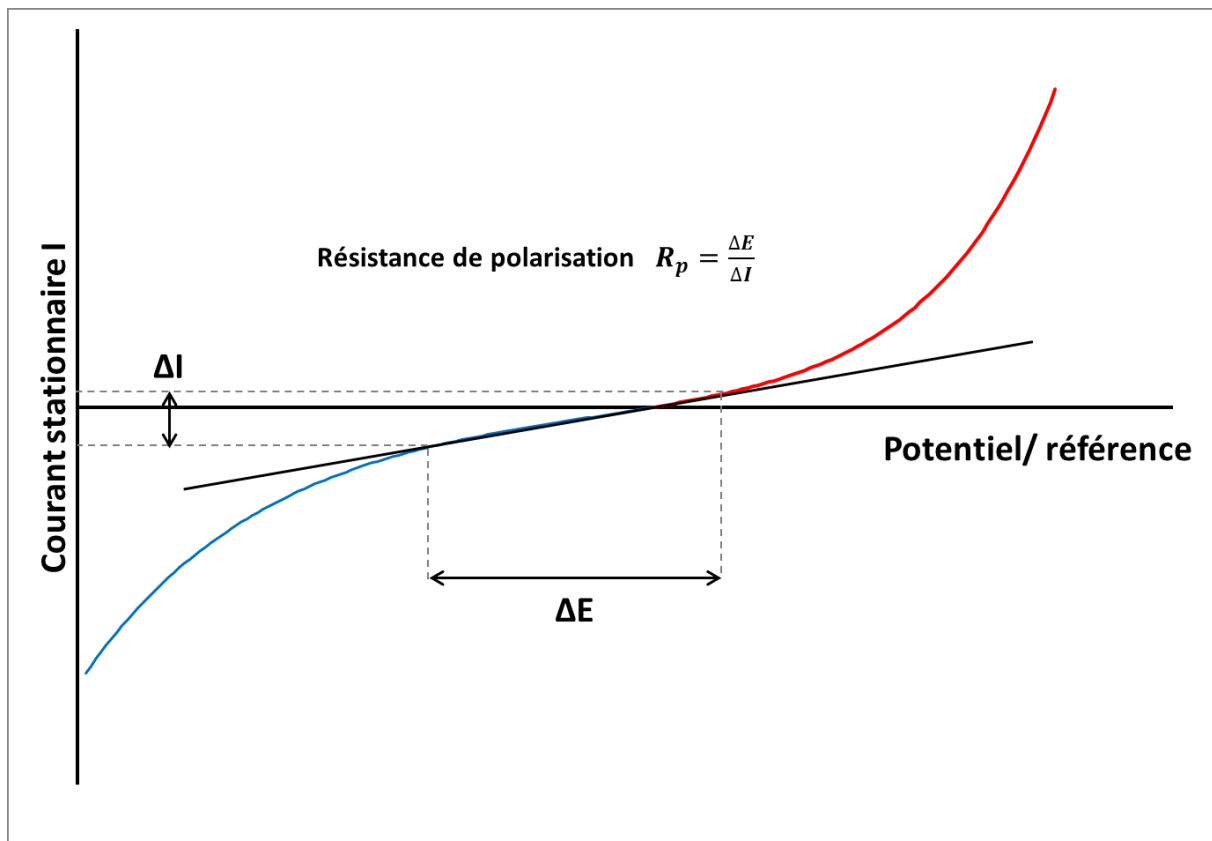


Figure 164. Résistance de polarisation



### C-II-1.4. Impédance Electrochimique

La spectroscopie d'impédance électrochimique  $Z(\omega)$  permet l'étude des mécanismes qui entre en jeu dans un système électrochimique. Elle mesure la réponse du système à une excitation sinusoïdale de faible amplitude, en fonction de la fréquence :

$$Z(\omega) = \frac{\Delta E(\omega)}{\Delta I(\omega)} \quad (54)$$

Où  $\Delta E(\omega)$  et  $\Delta I(\omega)$  représentent respectivement les signaux sinusoïdaux de potentiel et de courant à une pulsation  $\omega = 2\pi f$ , avec  $f$  la fréquence en Hz.

Cette technique a été élaborée en premier temps par des recherches fondamentales en cinétique électrochimique : mécanisme d'électro cristallisation, réaction d'oxydo-réduction, dissolution anodique, passivation [186] [187]. Depuis une vingtaine d'années, cette technique a été utilisée dans le domaine de la corrosion de structures en béton armé [188] [189].

La fréquence peut varier de plusieurs milliers de Hz à 1  $\mu$ Hz (cette mesure peut durer jusqu'à 12 jours). Ceci permet d'étudier différents paramètres et de caractériser le mécanisme d'une réaction qui se déroule à la surface d'une électrode, et aussi d'analyser les processus de transport au sein d'un matériau. La réponse du système est une impédance qui est un nombre complexe défini par sa partie réelle  $\text{Re}(Z)$  et par sa partie imaginaire  $\text{Im}(Z)$  qu'on trace, par convention, dans le plan complexe de Nyquist ou dans le diagramme de Bode.

Le spectre d'impédance électrochimique est souvent analysé par un circuit électrique équivalent composé de la résistance de l'électrolyte  $R_e$  et d'un ensemble de résistances et capacités selon le système électrochimique en jeu. Cette méthode permet d'obtenir la résistance de polarisation  $R_p$  qui est égale à l'impédance à la fréquence zéro.



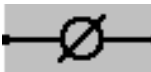
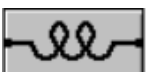

Lorsqu'une électrode est le siège de réactions électrochimiques plusieurs phénomènes d'ordre chimique ou physico chimiques interviennent. L'enrobage cimentaire (ou le sol) présente une certaine porosité présentant une conductivité finie. Il s'oppose donc au passage du courant sous forme de résistance, c'est la résistance de l'électrolyte  $R_e$ .

L'interface électrode/électrolyte présente une double couche. C'est une charge d'espace entre la conduction électronique (métal) et ionique (électrolyte). La réponse de cette double couche à la perturbation sinusoïdale est assimilable à celle d'un condensateur. La cinétique de la réaction peut être contrôlée par la résistance de transfert de charge ou par un processus de diffusion. Chacun de ces processus peut être assimilé à une impédance et apportent leur contribution aux spectres mesurés. Le produit de réaction formée qui reste à la surface de l'électrode (oxyde en occurrence) peut avoir une réaction redox réversible. Cette réaction donne une capacité, au même titre que l'accumulateur, avec une certaine résistivité.

Ainsi afin d'analyser le spectre obtenu, on peut l'assimiler à des impédances électriques. Le Tableau 17 présente ainsi les différents composants électriques que l'on retrouve dans les circuits électriques typiques :

- Une résistance  $R$  traduit la résistance du milieu au passage du courant.
- Les capacités  $C$  traduisent généralement les phénomènes d'interface comme entre l'électrode et l'électrolyte.
- Une CPE est une capacité  $Q$  non idéale. Elle traduit l'hétérogénéité de l'interface électrode/électrolyte.
- L'inductance peut servir dans le cadre d'impédance mesurée sur des systèmes complexes comme la batterie.
- L'impédance de diffusion traduit la diffusion des réactifs

Tableau 17. Eléments électriques composant un circuit équivalent et leur impédance.

Description	Symbole	Impédance
Résistance		$Z_R = R$
Capacitance		$Z_C = \frac{1}{j\omega C}$
CPE		$Z_{CPE} = \frac{1}{Q(j\omega)^n}$
Inductance		$Z_L = j\omega L$
Warburg (Diffusion infinie)		$Z_w = \frac{1}{Y_0(j\omega)^{\frac{1}{2}}}$

## C-II-2. Protocoles expérimentaux

Deux types d'essais ont été effectués :

- Essais électrochimiques afin d'estimer la vitesse de corrosion instantanée. Cette technique permet aussi de décrire les phénomènes de corrosion en cours ;
- Essai global par mesure de perte de masse des barres d'aciers.

### C-II-2.1. Essais électrochimiques

Une cellule électrochimique comporte généralement trois électrodes : électrode de travail (ET), de référence (ER) et une contre électrode (CE). Elles sont en contact avec le milieu corrosif qui constitue l'électrolyte. Les 3 électrodes sont reliées à un potentiostat.

Dans son principe, un potentiostat maintient le potentiel entre l'électrode de travail (ET) et de référence (ER) égal au potentiel de consigne U, potentiel E à imposer à l'interface.

Pour le système électrochimique élaboré au laboratoire (Figure 165), la barre d'acier de type béton constitue l'électrode de travail (ET), l'électrode de référence (ER) est une barre de graphite, et la contre électrode (CE) est une grille en acier inoxydable.

Le sol humide étudié constitue l'électrolyte. Il est versé dans un moule cylindrique en plastique de diamètre 10 cm et de hauteur 10 cm. Les électrodes de travail et de référence sont placées verticalement dans le sol et la grille en inox est placée aux bords et forme un enclos. Les trois électrodes sont reliées au potentiostat « Gamry Interface 1000 ».

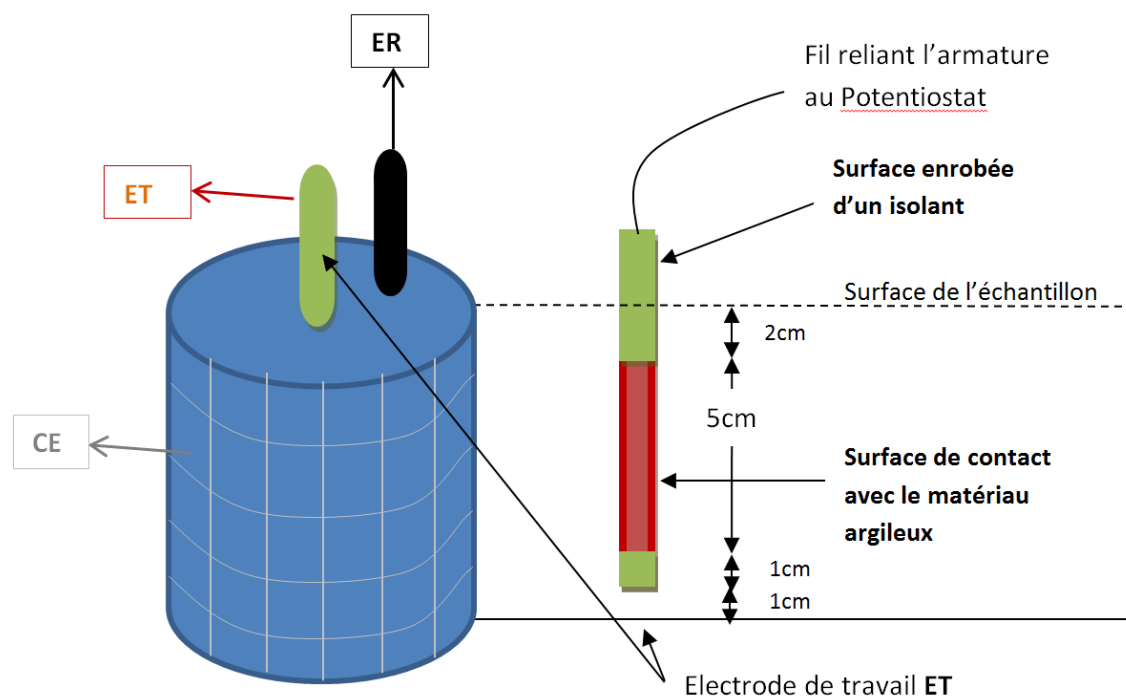


Figure 165. Schéma de principe du système électrochimique

### C-II-2.1.1. Electrode de travail

L'armature à béton constitue l'électrode de travail. A sa surface, le sol réagit avec les atomes de fer et les oxydes formés s'y déposent. C'est une barre d'acier lisse de diamètre 10 mm. Les deux extrémités de la barre sont recouvertes par un isolant de telle sorte à obtenir 5 cm de sa longueur en contact avec le milieu, comme présenté dans la photo (d) de la Figure 166. La surface en contact est alors constante et vaut  $5\pi = 15.71 \text{ cm}^2$ . Un trou de diamètre 4 mm est percé d'une extrémité de la barre (photo (b) de la Figure 166) afin d'introduire la fiche banane mâle d'un fil électrique pour pouvoir la relier au

potentiostat. Elle est introduite au milieu de la cellule cylindrique remplie de l'échantillon d'argile.

#### **C-II-2.1.2. Electrode de référence**

L'électrode de référence utilisée est une barre en graphite de diamètre 5 mm (photo (c) de la Figure 166). Elle possède un potentiel constant ce qui permet d'imposer un potentiel à l'électrode de travail. C'est une électrode dont le potentiel reste fixe pendant la mesure. Son rôle est de mesurer la différence du potentiel de l'électrode de travail. La barre de graphite est placée au milieu entre le bord et le centre du cylindre.

Nous avons choisi le graphite pour pouvoir garder l'électrode plus longtemps dans l'échantillon.

#### **C-II-2.1.3. Déroulement de l'expérience**

Le sol est initialement humidifié avec une teneur en eau légèrement supérieure à sa limite de liquidité afin de pouvoir le couler dans le moule. On le laisse se reposer pendant 24h pour obtenir une bonne homogénéisation de la pâte.

On réalise un trou au milieu du couvercle de la boîte de diamètre de 10 mm pour permettre l'introduction de l'électrode de travail ainsi qu'un trou de 5 mm entre le centre et le bord du couvercle pour l'électrode de référence.

On coupe aussi à l'aide d'un cutter une ouverture pour la grille en acier inoxydable. On place la grille en inox à l'intérieur du moule (photo (a) de la Figure 166). On coule la pâte et on vibre pour une bonne répartition de la porosité. Ensuite on ferme la boîte avec le couvercle en laissant passer une partie de la grille par l'ouverture correspondante. On introduit la barre d'acier dans le trou du milieu en la tournant comme une vis afin d'avoir un bon contact entre la pâte et la barre. De même on introduit la barre de graphite. Ensuite on bouche les trous avec un mastic afin de maintenir la teneur en eau constante et on branche les électrodes au potentiostat (Figure 167 et Figure 168).

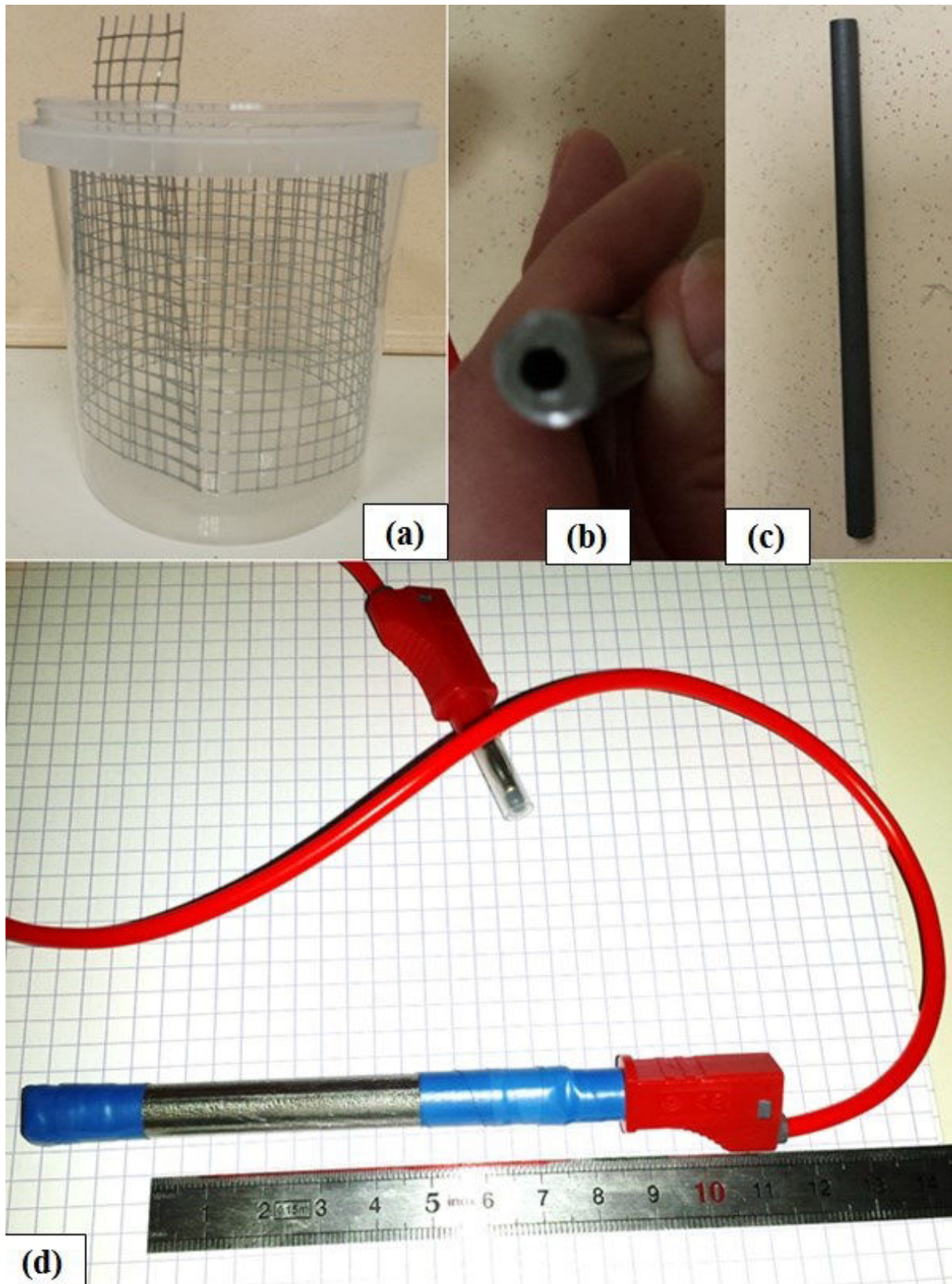


Figure 166. Préparation du montage

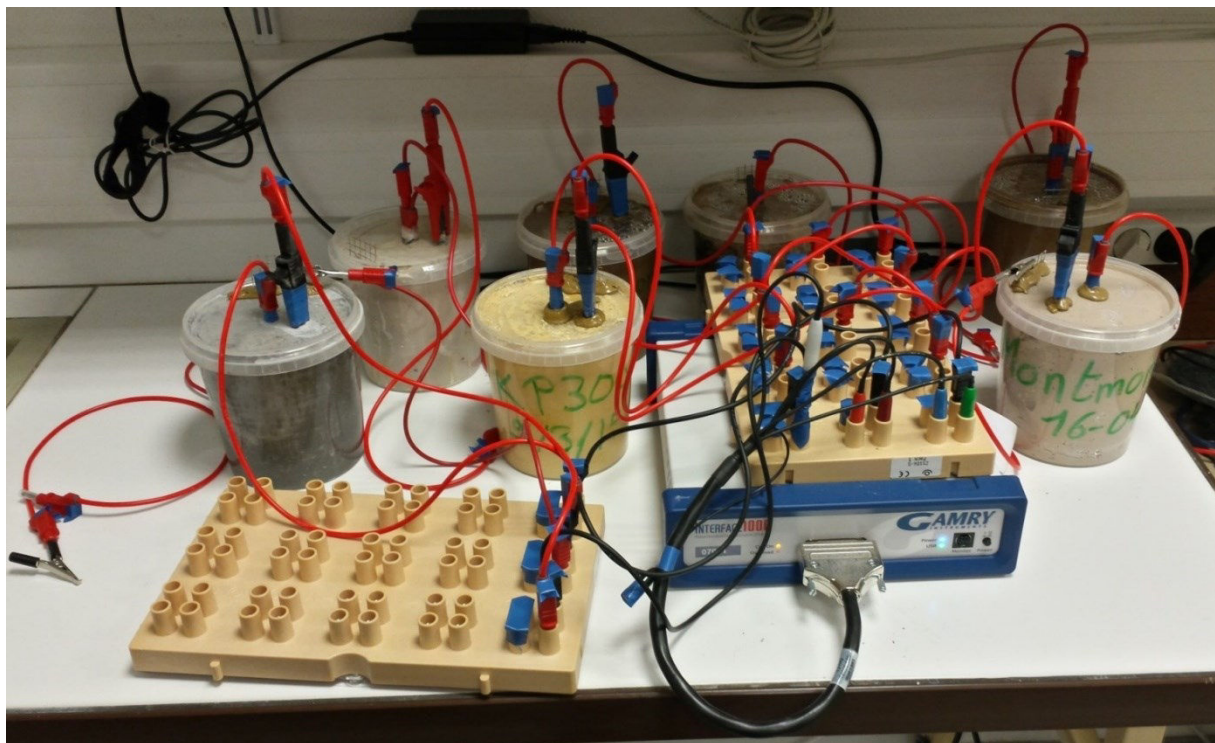
Une mesure du potentiel libre est ensuite lancée pendant au moins 30 min jusqu'à atteindre une valeur suffisamment stable du potentiel. Ensuite on lance un cycle de mesure composé de quatre étapes successives :

1. Mesure du potentiel libre EOC (5min)
2. Mesure d'impédance EIS de 100 kHz à des fréquences inférieures ou égales à 10 mHz
3. Pause de 1h.
4. Mesure du potentiel libre (5min)
5. Mesure potentiodynamique (voltammétrie) avec un balayage de EOC -50 mV à EOC +50 mV à  $dE/dt = 1 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ .

On répète ce cycle pendant 2 jours puis on procède à une mesure journalière pendant une semaine en allant à des fréquences plus basses si nécessaire. On effectue une mesure toutes les semaines pendant 1 mois puis une mesure par mois pendant 3 mois puis tous les 3 mois. Les mesures sont ensuite analysées sous le logiciel fourni par Gamry et modélisées en utilisant Matlab et un programme d'ajustement de paramètres (fitting) développé par le laboratoire LISE de l'UPMC Paris 6, nommé SIMAD.



*Figure 167. Montage final*



*Figure 168. Montage en série des différents essais*



### C-II-2.2. Mesures Macroscopiques

Le but de cette campagne de mesures est de suivre la perte de masse d'une barre d'acier en contact avec le béton de terre et de la comparer à une barre d'acier en contact avec un mortier de béton classique (Figure 169).



*Figure 169. Fabrication des éprouvettes pour les essais macroscopiques.*

Pour cela on a procédé à la fabrication d'éprouvettes cylindriques de diamètre 5 cm et de hauteur 10 cm. Le principe consiste à placer d'abord une tige d'acier dans un moule cylindrique en la guidant avec un support (Figure 170). Le matériau Cematerre est ensuite coulé dans le moule en enrobant la tige d'acier. Il est coulé par couches successives en tapotant pour chasser les bulles d'air (Figure 171).

Après 24h de temps de prise, l'éprouvette est démoulée et placée dans une chambre climatique programmée avec HR= 95% et T= 20°C (Figure 172).



*Figure 170. Essais macroscopiques. Guide de la barre au sein du moule*



*Figure 171. Coulage et vibration. Essais macroscopiques*

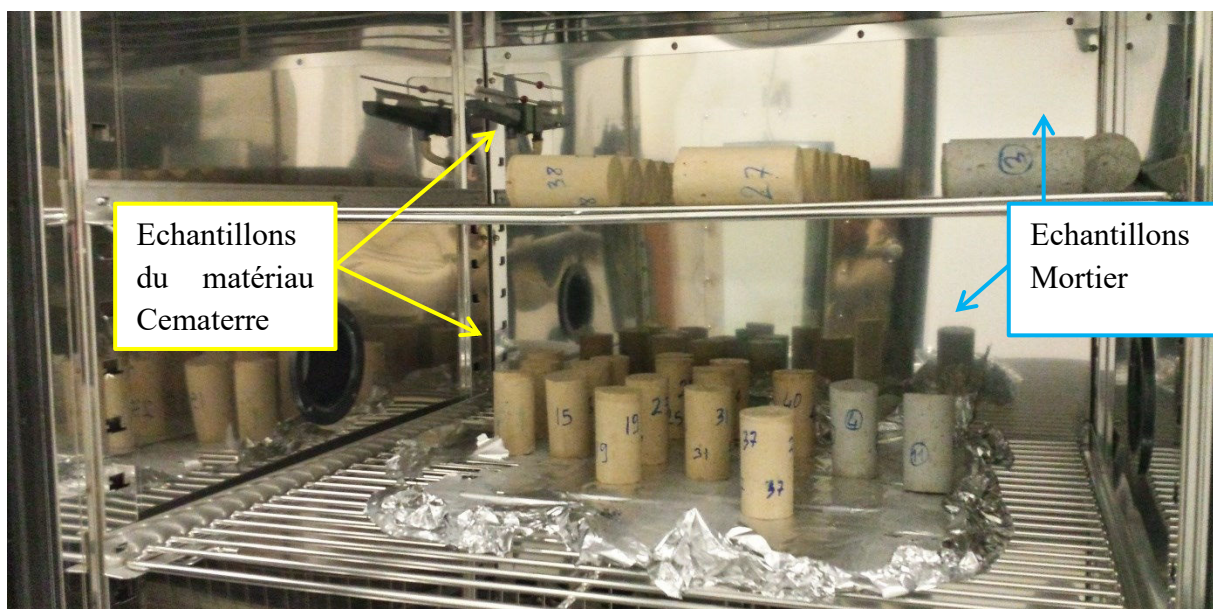
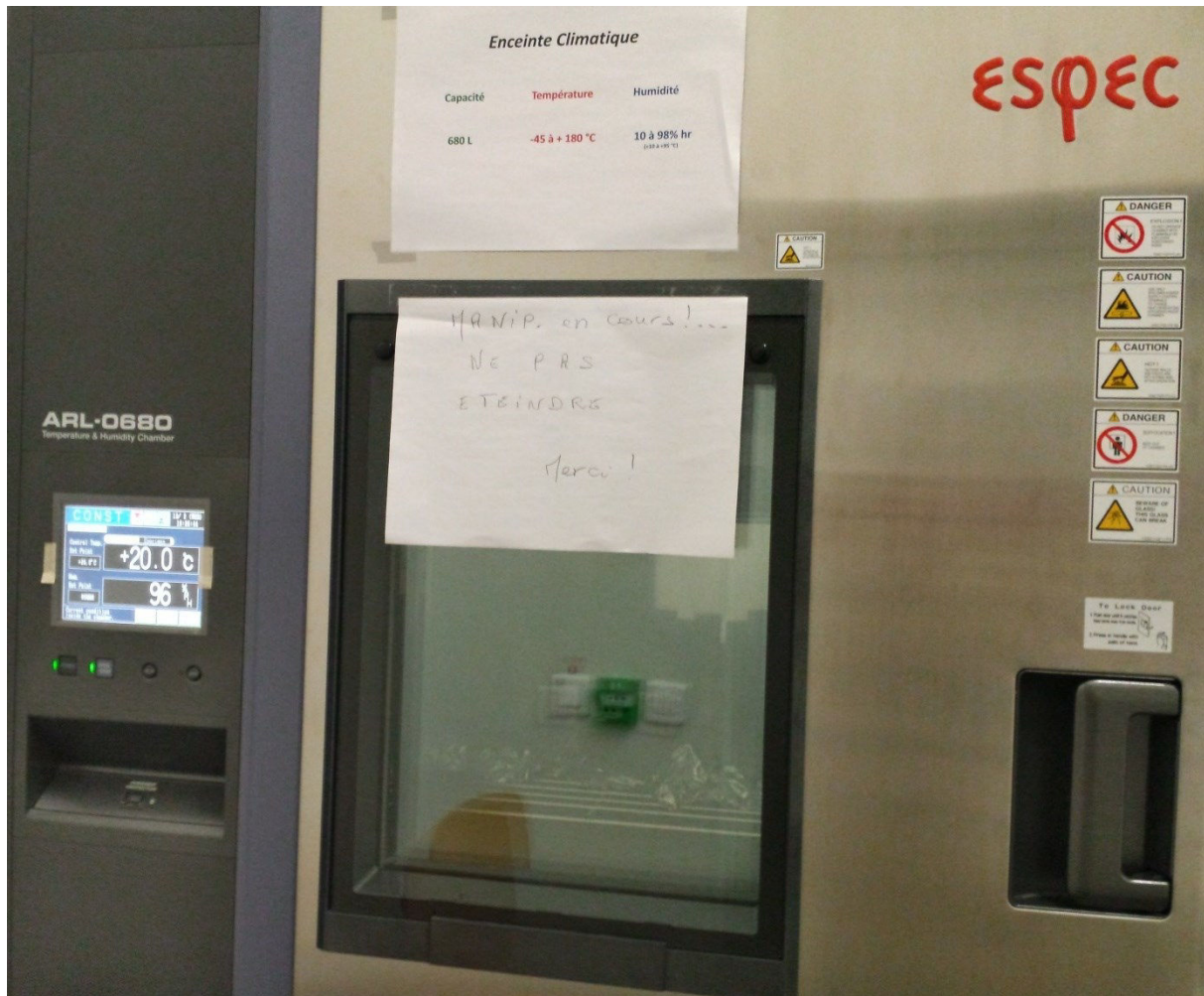


Figure 172. Essais Macroscopique. Chambre climatique.

À différents intervalles de temps, une éprouvette est retirée de la chambre et sciée longitudinalement pour extraire la barre d'acier (Figure 173). La barre est ensuite examinée et nettoyée afin de peser son nouveau poids. Cette manœuvre était délicate et difficile à effectuer. Le même protocole a été réalisé avec du mortier de ciment classique afin d'avoir un comportement de référence.



*Figure 173. Essais macroscopiques. Destruction des éprouvettes.*



## Chapitre -III- RÉSULTATS ET INTERPRÉTATION

### C-III-1. Résultats électrochimiques pour les différentes argiles

Pour les essais électrochimiques, on a testé trois familles d'argiles : la montmorillonite (décrite au paragraphe A-II-3.2.2 page 49), la kaolinite (décrite au paragraphe A-II-3.2.1 page 47) et un limon naturel (décrit au paragraphe A-II-3.1 page 41). Le Tableau 18 résume la teneur en eau initiale « w » des trois argiles testées ( $w = \frac{\text{Masse de l'eau}}{\text{Masse du sol sec}}$ ).

Tableau 18. Teneur en eau des argiles testées. Essais électrochimiques.

Matériau	Montmorillonite	Kaolinite	Limon
Teneur en eau (%)	125	52	26
pH	7.51 ± 0.13	7.92 ± 0.2	8.0 ± 0.2
Conductivité ( $\mu\text{S.cm}^{-1}$ )	172 ± 2	46.61 ± 2	47.6 ± 2

L'interprétation des résultats s'effectuera en deux parties. En premier, on va traiter les mesures de voltammétrie pour déduire la variation en fonction du temps de contact les différents paramètres : le potentiel de corrosion, la densité du courant de corrosion et les constantes anodiques et cathodiques de Tafel. Ensuite on va analyser les mesures d'impédances effectuées à différents moments, à l'aide d'un circuit électrique équivalent pour déduire différentes résistances, les capacités de double couche et faradique, et la densité de courant de corrosion.

#### C-III-1.1. Mesures de voltammétrie

Les mesures de voltammétrie (ou mesures potentiodynamiques) consistent, dans cette étude, à balayer le potentiel E autour du potentiel libre EOC de  $\pm 50$  mV. Les données obtenues sont ensuite représentées dans un repère semi-logarithmique, nommé diagramme de Tafel: densité de courant |J| en fonction du potentiel E. La densité de courant |J| est le

rapport de l'intensité  $I$  du courant par rapport à la surface de contact ( $A = 5\pi = 15.71 \text{ cm}^2$ ).

Les résultats expérimentaux sont analysés avec la première équation de Stern-Geary [184] , à partir de l'équation (50):

$$J = J_{\text{corr}} \cdot \{\exp[b_a \cdot (E - E_{\text{corr}})] - \exp[b_c \cdot (E - E_{\text{corr}})]\} \quad (55)$$

Le fitting des résultats s'effectue sous Matlab afin d'obtenir la meilleure optimisation des 4 paramètres :  $J_{\text{corr}}$ ,  $E_{\text{corr}}$ ,  $b_a$  et  $b_c$  à différents temps du contact avec trois couples « acier/argile ». La vitesse de corrosion en termes de la perte d'épaisseur est calculée à partir de  $J_{\text{corr}}$  suivant l'équation suivante :

$$V_{\text{corr}} = \frac{M \cdot J_{\text{corr}} \cdot t}{n \cdot \rho \cdot F} = \frac{55.8 \cdot 31536000 \cdot J_{\text{corr}}}{2 \cdot 7.874 \cdot 96485} = 1158 \cdot J_{\text{corr}} \quad (56)$$

Tel que :

- $V_{\text{corr}}$  en cm/an et  $J_{\text{corr}}$  en  $\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$
- $M$  la masse molaire en  $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$
- $n$  la valence.
- $\rho$  la masse volumique du métal en  $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$
- $t$  le temps en s/an
- $F$  la constante de Faraday en  $\text{s} \cdot \text{A} \cdot \text{mol}^{-1}$

### C-III-1.1.1. Montmorillonite

#### C-III-1.1.1.1. Diagrammes de Tafel

Les Figure 174 et Figure 175 représentent les diagrammes de Tafel pour l'interaction acier/montmorillonite et leur évolution en fonction du temps. Le graphe (a) de la Figure 174 représente l'interaction après 3h de contact entre l'acier et le sol, et le graphe (b) la même interaction après 6 mois de contact.

On remarque sur la Figure 175 un déplacement de EOC vers un potentiel plus anodique, une diminution du courant anodique et une augmentation du courant cathodique. La variation de  $b_a$  et  $b_c$  induit une perte de symétrie des courbes de Tafel avec le temps.

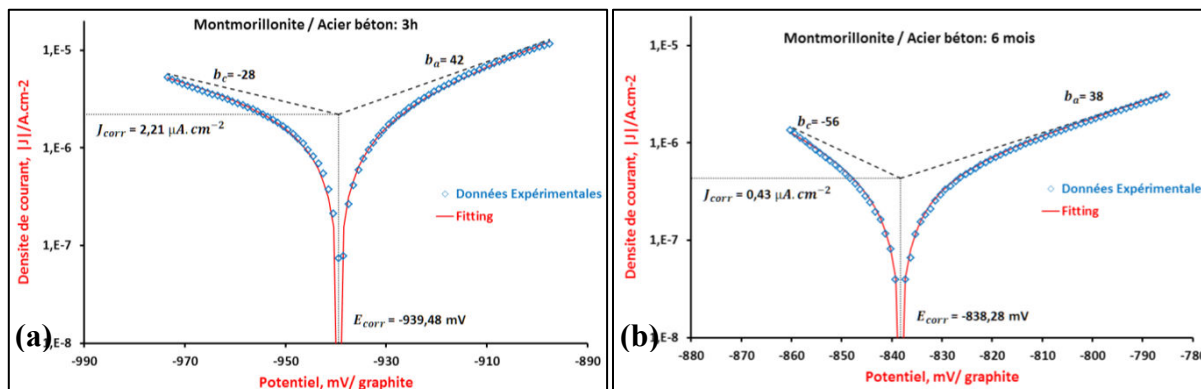


Figure 174. Diagrammes de Tafel dans le cas de la Montmorillonite. Mesure après 3h de contact et après 6 mois.

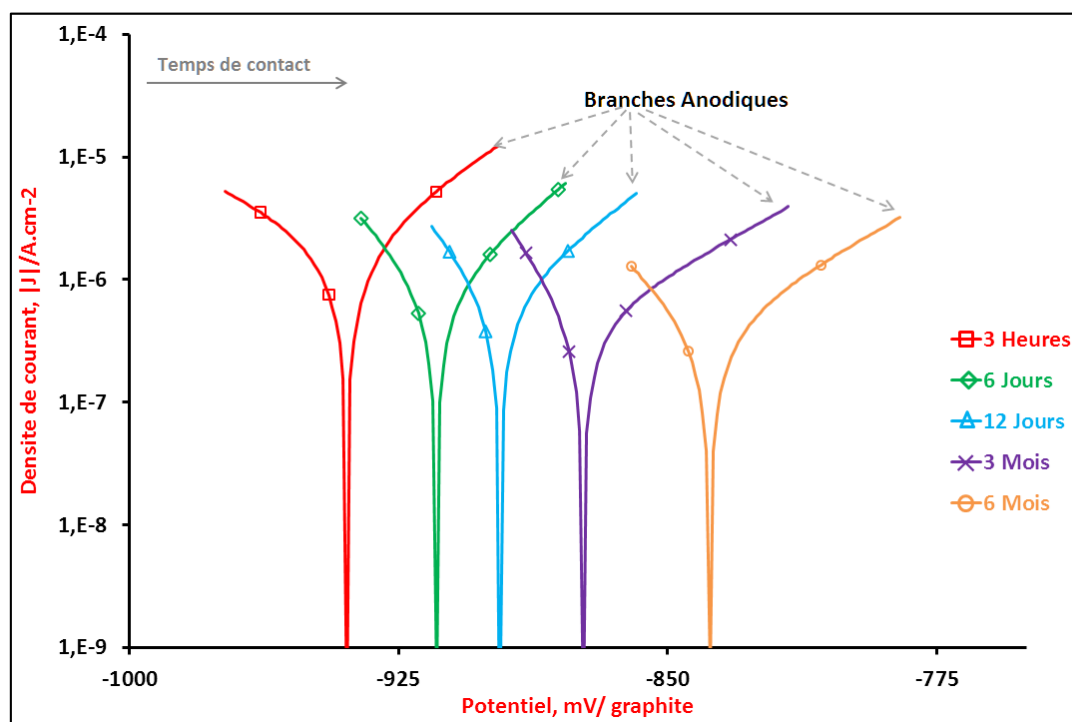


Figure 175. Evolution des Diagrammes de Tafel. Cas de la Montmorillonite.

### C-III-1.1.1.2. Variation du potentiel

Le potentiel libre EOC déterminé avant chaque mesure de voltammétrie est enregistré. Sa variation est présentée dans la Figure 176. Il décroît de -937 mV jusqu'à -



955 mV pendant les 2 premiers jours de la mesure. Après il croît rapidement de 0.26 mV/h pendant une semaine jusqu'à -890 mV. Ensuite, sa valeur continue à augmenter lentement de 0.015 mV/h et atteint -825 mV après 6 mois de contact acier-montmorillonite.

Le balayage du potentiel s'effectue autour du potentiel libre EOC afin d'être proche du potentiel de corrosion  $E_{\text{corr}}$  défini par le courant global nul au voltammogramme. Sa variation est aussi présentée dans la Figure 176. La différence entre EOC et  $E_{\text{corr}}$  est de 2 mV en début des essais et devient 10 à 17 mV avec le temps. Cette différence explique la perte de symétrie observée dans les représentations des diagrammes de Tafel (Figure 174).

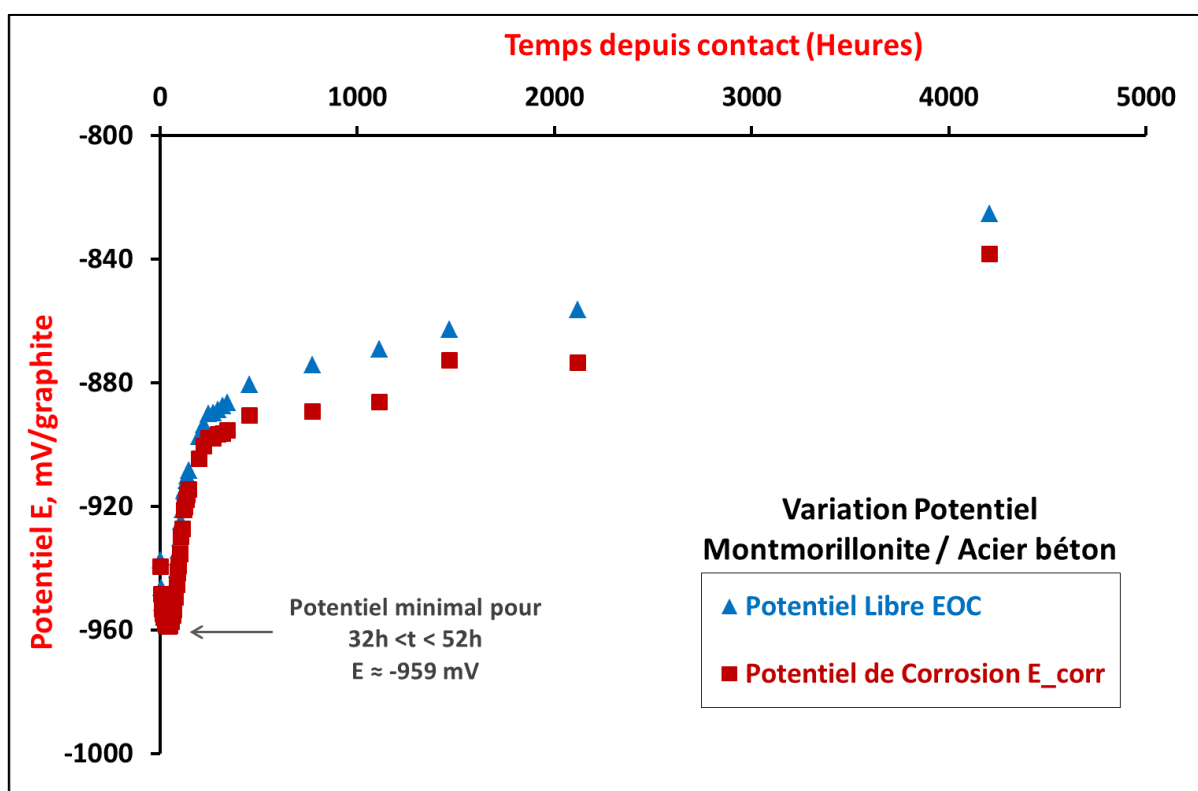


Figure 176. Variation du potentiel libre et du potentiel de corrosion. Cas de la Montmorillonite.

#### C-III-1.1.1.3. Variation de la densité du courant de corrosion

Les paramètres cinétiques de corrosion,  $J_{\text{corr}}$ ,  $b_a$  et  $b_c$  ont été évalués, comme nous l'avons indiqué plus haut, par le fitting avec l'équation (55). La variation de la densité du courant de corrosion  $J_{\text{corr}}$  en fonction du temps de contact est représentée dans la Figure 177. Elle décroît rapidement de  $3 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$  à  $0,6 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$  durant les premières heures de contact ( $\approx 100$  h). À partir de 3 semaines de contact, sa valeur atteint un palier aux alentours

de  $0,4 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Ce résultat est réconfortant et montre une stabilité de l'interaction à long terme. La vitesse de corrosion correspondante équivaut  $4,5 \mu\text{m}/\text{an}$ .

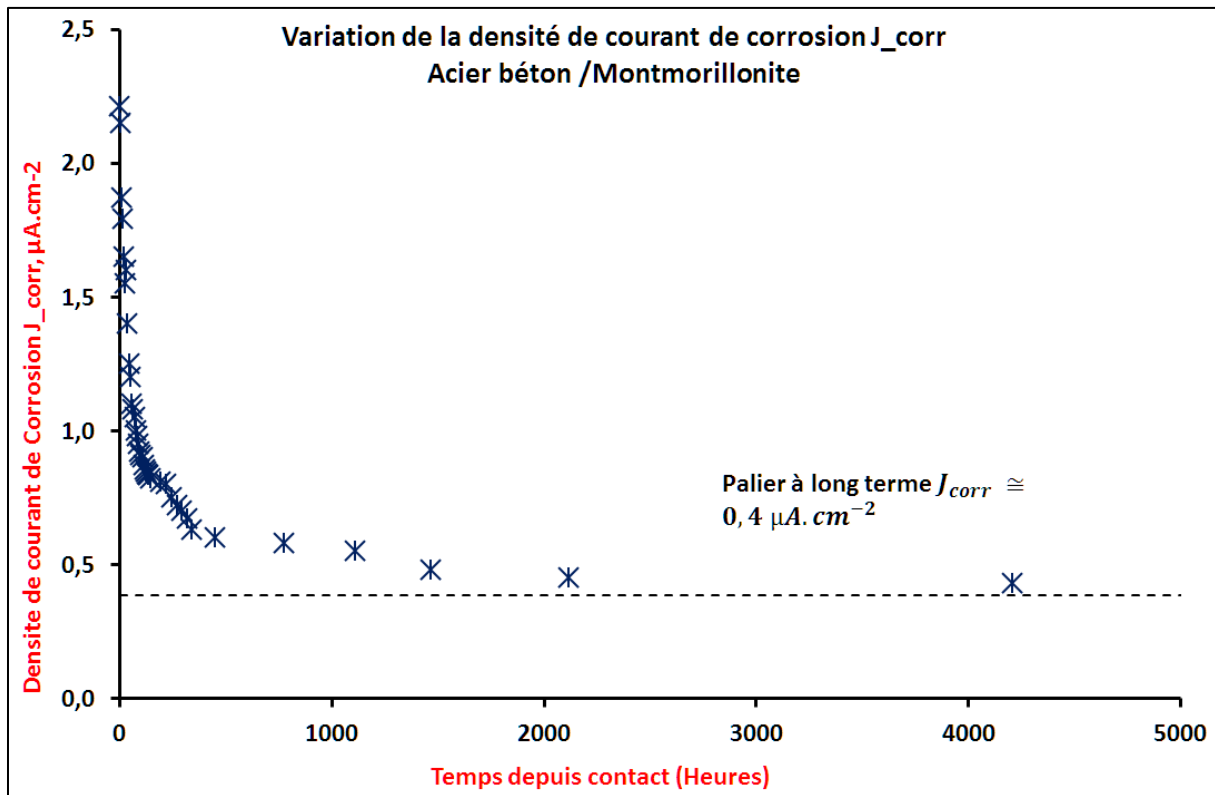


Figure 177. Variation de la densité de courant de corrosion. Cas de la Montmorillonite

#### C-III-1.1.1.4. Variation des constantes de Tafel

La variation de ces constantes  $b_a$  et  $b_c$  est représentée dans la Figure 178.

La constante anodique  $b_a$  croît pendant les quatre premiers jours de  $42$  à  $58 \text{ V}^{-1}$  puis décroît jusqu'à un palier d'environ  $38 \text{ V}^{-1}$ . Sa valeur moyenne est de l'ordre de  $42 \text{ V}^{-1}$ .

La constante cathodique  $b_c$  décroît pendant les dix premiers jours de  $-28$  à  $-76 \text{ V}^{-1}$  et atteint un palier de l'ordre de  $-80 \text{ V}^{-1}$ .

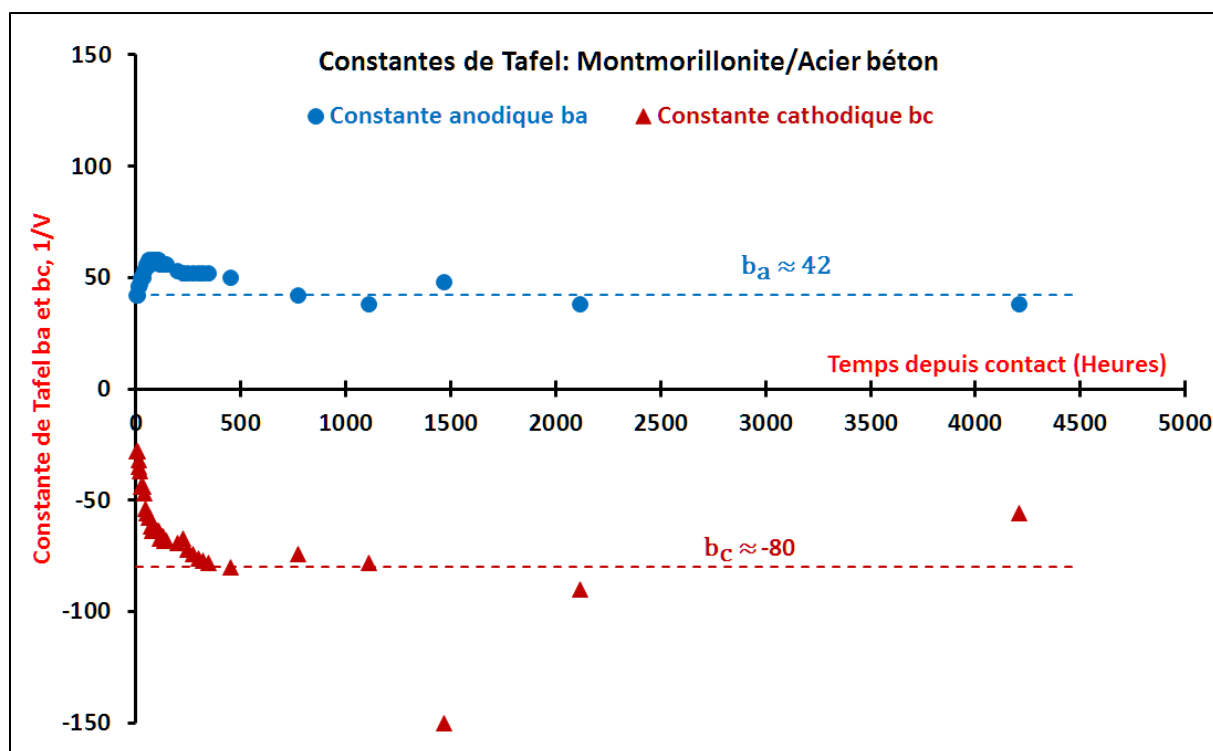


Figure 178. Variation des constantes de Tafel. Cas de la Montmorillonite

### C-III-1.1.2. Kaolinite

#### C-III-1.1.2.1. Variation du potentiel

Le potentiel libre EOC de la barre d'acier en contact avec de la kaolinite est enregistré avant chaque mesure voltammétrique. Sa variation est représentée dans la Figure 179.

Contrairement au cas de la Montmorillonite (Figure 176), le potentiel libre croît pendant quatre premiers jours de contact et atteint son maximum aux alentours de -714 mV. Puis décroît pendant 3 mois et atteint un palier de -900 mV.

La différence entre  $E_{\text{corr}}$  et EOC varie entre 4 mV au début du contact et devient 20 mV avec le temps de contact.

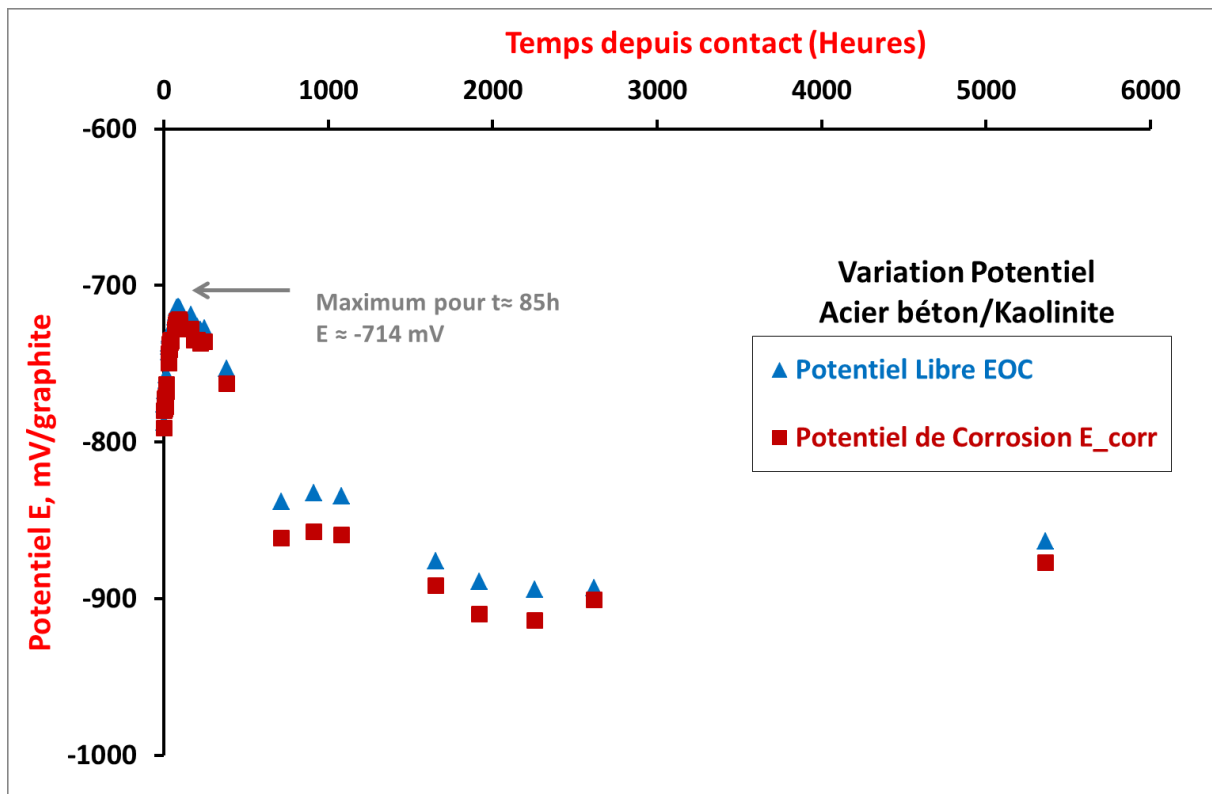


Figure 179. Variation du potentiel libre et du potentiel de corrosion. Cas de la Kaolinite

#### C-III-1.1.2.2. Variation de la densité du courant de corrosion

La variation de la densité du courant de corrosion  $J_{\text{corr}}$  évaluée à partir des diagrammes de Tafel en fonction du temps de contact est représentée dans la Figure 180. Elle décroît légèrement pendant les premières 36 heures de contact  $1.1 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$  à  $0.75 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Puis reste constant aux alentours de  $0.9 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$  avant d'augmenter brusquement jusqu'à  $3.7 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ .

Ce résultat nous paraît surprenant et sera comparé avec celui des mesures d'impédance.

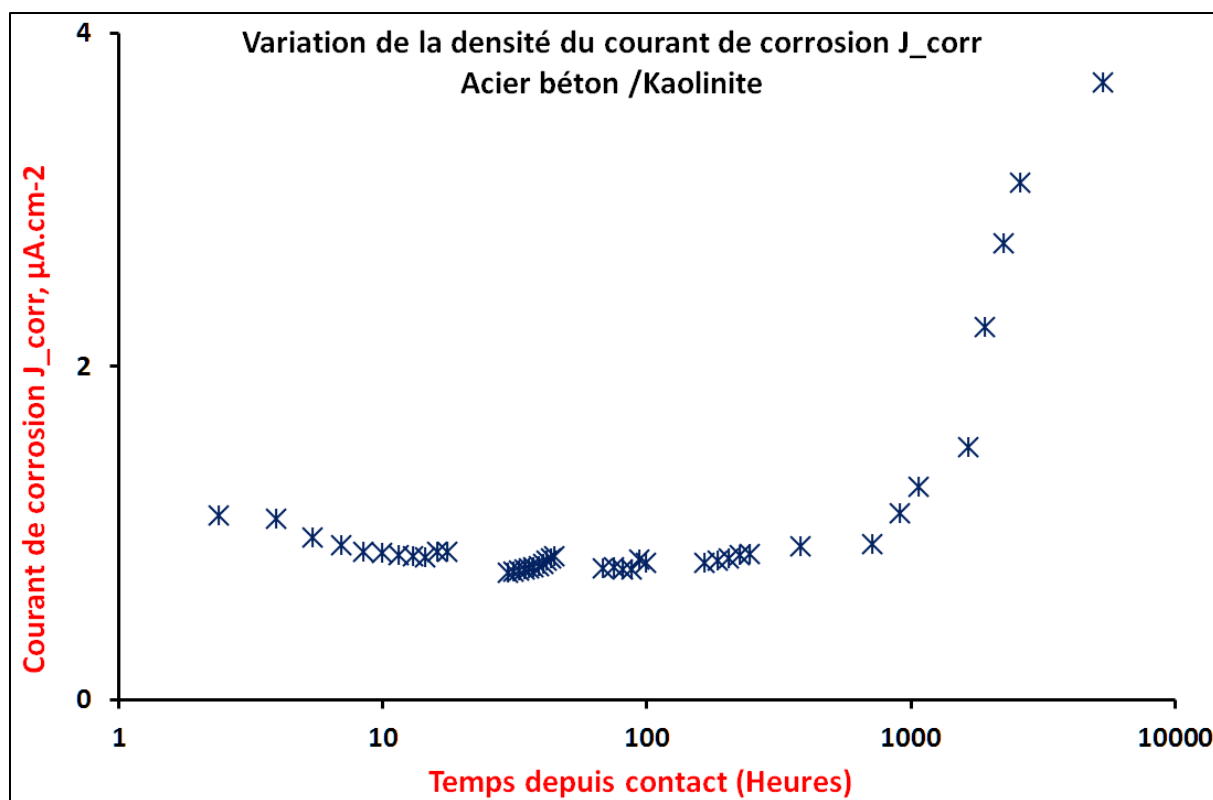


Figure 180. Variation du courant de corrosion. Cas de la kaolinite

#### C-III-1.1.2.3. Variation des constantes de Tafel

La variation des constantes de Tafel pour le cas de la kaolinite est représentée dans la Figure 181. Pendant les 16 premiers jours, la constante anodique  $b_a$  est de l'ordre de  $40 \text{ V}^{-1}$  puis décroît légèrement jusqu'à  $19 \text{ V}^{-1}$ . Sa valeur moyenne est de l'ordre de  $36 \text{ V}^{-1}$ .

La constante cathodique  $b_c$  décroît pendant les 2 premiers mois de  $-68$  à  $-146 \text{ V}^{-1}$  puis croît de nouveau jusqu'à  $-50 \text{ V}^{-1}$  en même temps que l'augmentation brutale de  $J_{corr}$ .

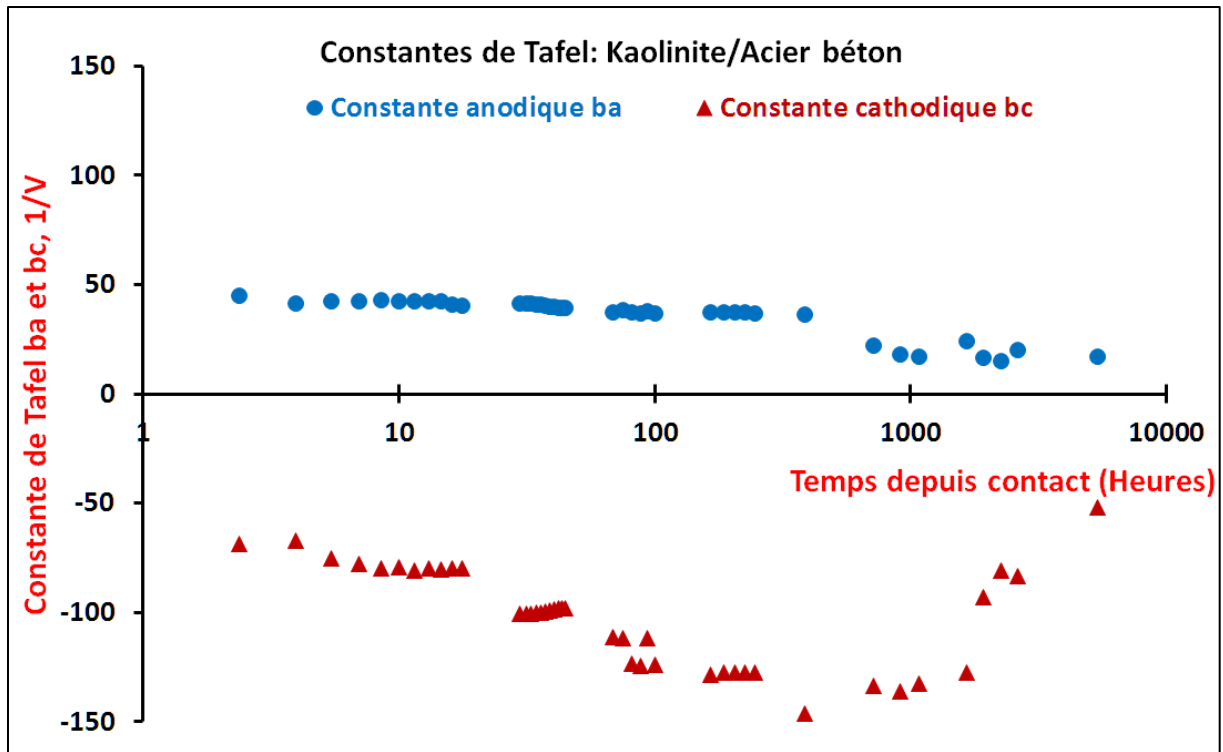


Figure 181. Variation des constantes de Tafel. Cas de la Kaolinite

### C-III-1.1.3. Limon

#### C-III-1.1.3.1. Variation du potentiel

Le potentiel libre EOC de la barre d'acier en contact avec le limon est représenté dans la Figure 182. Il varie comme dans le cas de la kaolinite (Figure 179) et contrairement au cas de la Montmorillonite (Figure 176). Le potentiel libre croît pendant 9 jours de contact et atteint son maximum aux alentours de -880 mV. Puis décroît de 0.03 mV/h. Il atteint -980 mV au bout de 5 mois.

La différence entre  $E_{\text{corr}}$  et EOC est de l'ordre de 15 mV en moyenne. Elle est la plus importante, de 23 mV, entre 4 et 10 jours de contact.

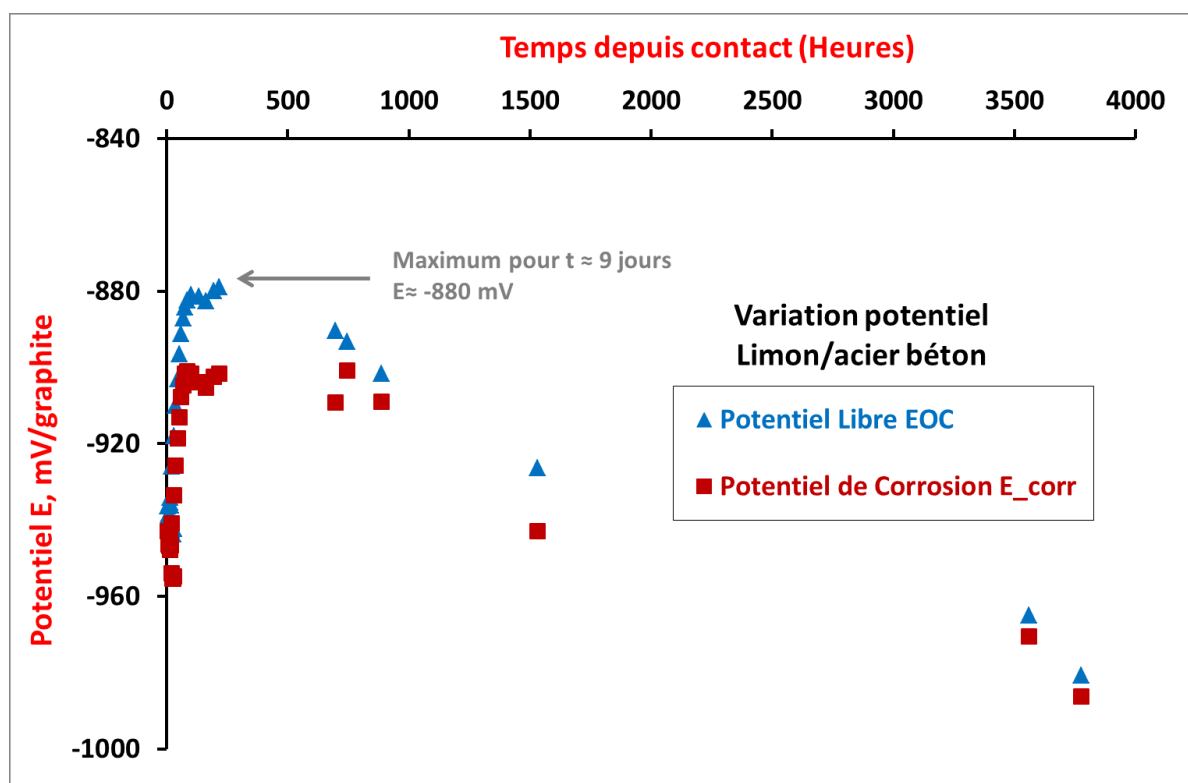


Figure 182. Variation du potentiel libre et du potentiel de corrosion. Cas du Limon

#### C-III-1.1.3.2. Variation de la densité du courant de corrosion

La variation de la densité du courant de corrosion  $J_{\text{corr}}$  évaluée à partir des diagrammes de Tafel en fonction du temps de contact est représentée dans la Figure 183. Au début du contact entre la barre d'acier et le limon, la densité du courant de corrosion est quasi constante aux alentours de  $0.5 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Après 1 mois de contact, elle croît brusquement, comme dans le cas de la kaolinite. Elle atteint  $3.5 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$  après 5 mois de contact.

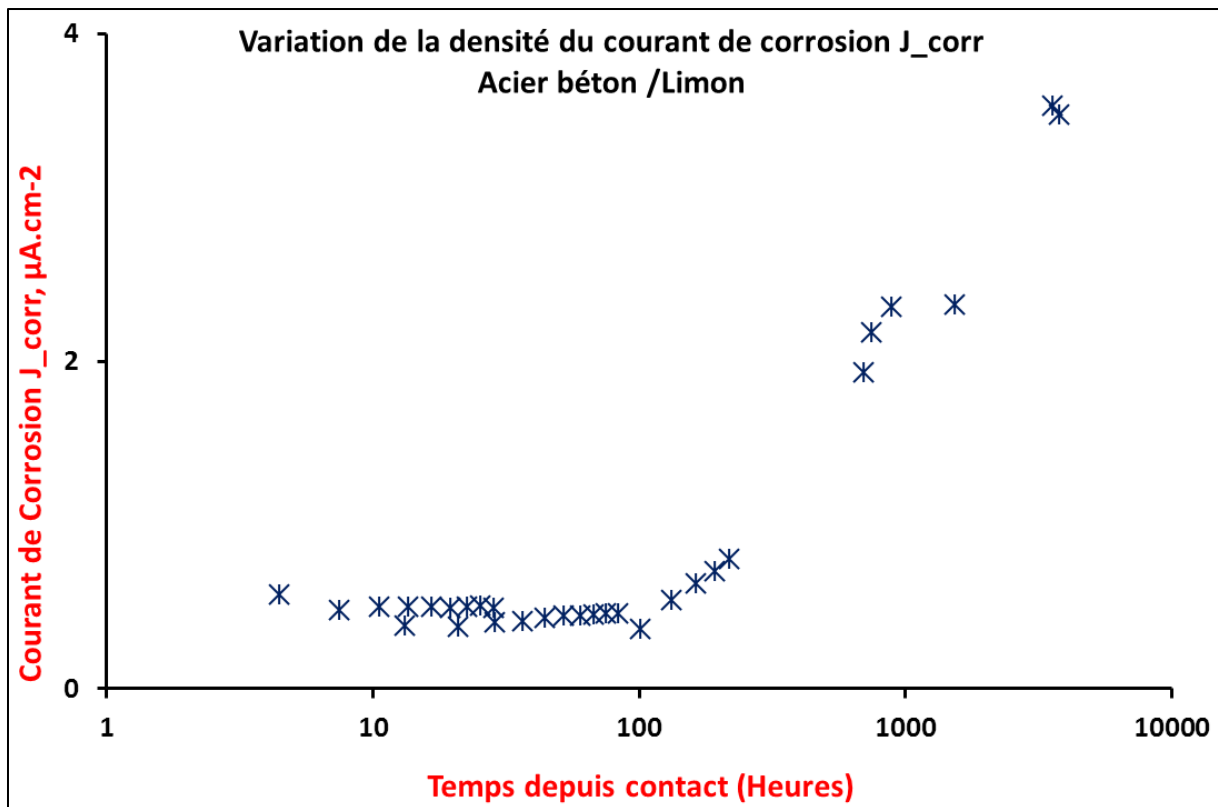


Figure 183. Variation du courant de corrosion. Cas du Limon

#### C-III-1.1.3.3. Variation des constantes de Tafel

La variation des constantes de Tafel pour le cas du limon est représentée dans la Figure 184. Pendant les quatre premiers jours, la constante anodique  $b_a$  est de l'ordre de  $35 V^{-1}$  puis décroît légèrement jusqu'à  $20 V^{-1}$ . Sa valeur moyenne est de l'ordre de  $30 V^{-1}$ .

La constante cathodique  $b_c$  décroît rapidement pendant les 4 premiers jours de  $-42$  à  $-137 V^{-1}$  puis croît de nouveau jusqu'à  $-34 V^{-1}$ .



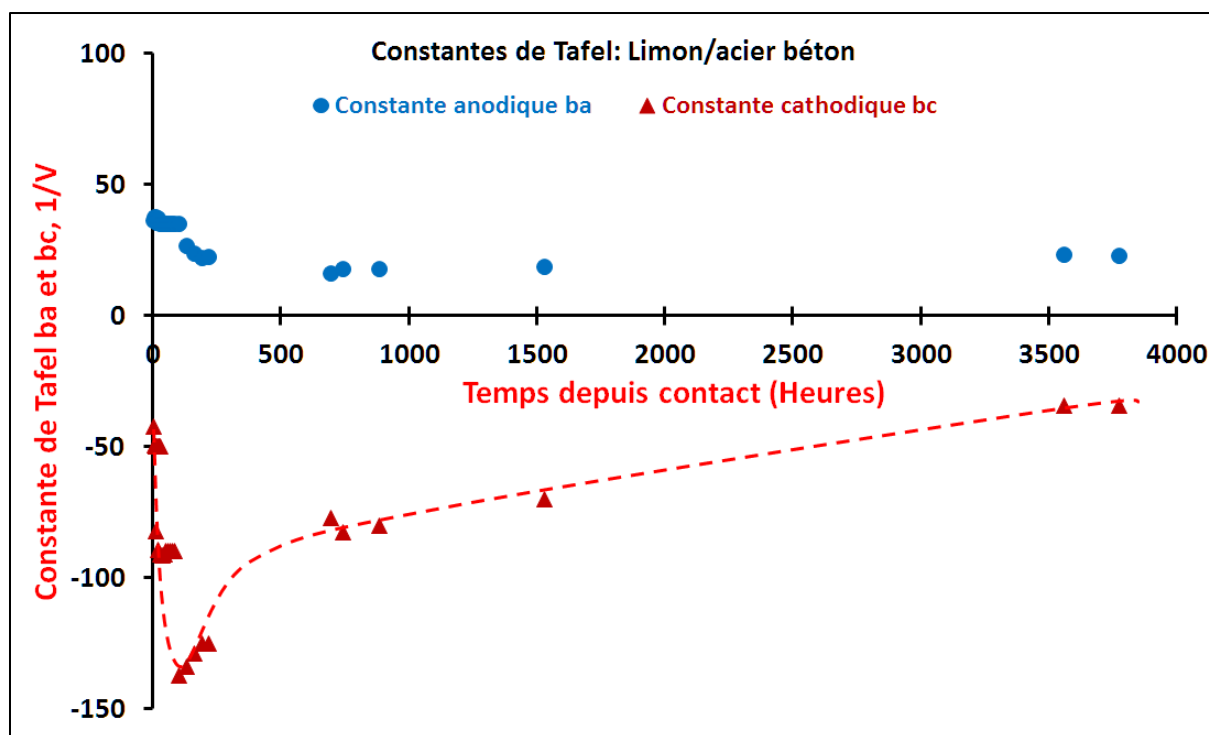


Figure 184. Variation des constantes de Tafel. Cas du Limon

### C-III-1.2. Mesures d'impédance

Les mesures d'impédance en électrochimie consistent à mesurer à différentes fréquences le rapport entre le signal alternatif de potentiel et celui du courant qui traverse le système. Ces mesures sont précédées, dans la présente étude, par la mesure du potentiel libre EOC afin de définir le potentiel où le spectre d'impédance doit être relevé.

L'impédance est une généralisation de la loi d'Ohm pour un courant alternatif (équation (54)) et est un nombre complexe noté  $Z$  tel que  $Z = \text{Re}(Z) + j * \text{Im}(Z)$ . La partie réelle de  $Z$  est dite résistive et la partie imaginaire est dite réactive.

Les données obtenues sont les valeurs de la partie réelle et de la partie imaginaire correspondante. Elles sont représentées dans un repère orthonormé : l'opposé de la partie imaginaire ( $-\text{Im}(Z)$ ) en fonction de la partie réelle ( $\text{Re}(Z)$ ). Le diagramme obtenu est nommé le diagramme de Nyquist.

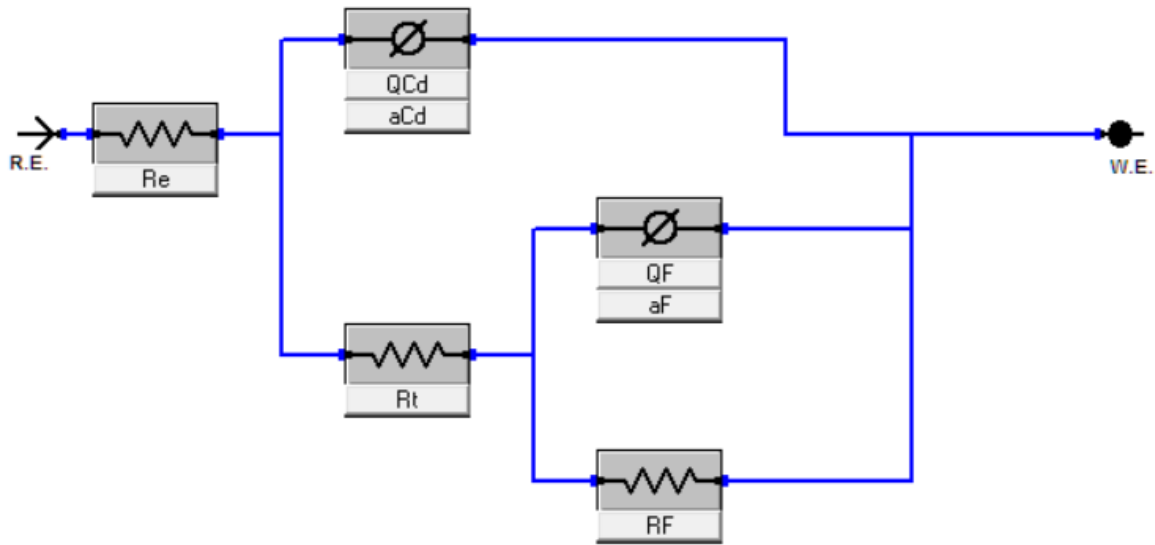


Figure 185. Circuit équivalent choisi pour la simulation des mesures d'impédance.

Les résultats expérimentaux sont analysés en utilisant un circuit électrique équivalent illustré sur la Figure 185. Il est composé des 5 éléments suivants :

- La résistance d'entrée, nommée « $R_e$ » ; correspond à la résistance de l'électrolyte en  $\Omega.cm^2$ .
- La résistance de transfert, ou la résistance de transfert de charge « $R_t$ » ; correspond au transfert de charge en  $\Omega.cm^2$ .
- Un élément  $CPE_{Cd}$ , composé de « $Q_{Cd}$ » en  $F.cm^{-2}.s^{\alpha_{Cd}-1}$  (s pour secondes) et d'une constante de phase « $\alpha_{Cd}$ » sans unité qui représente la contribution de la capacité de double couche électrochimique.
- La résistance faradique « $R_F$ » en  $\Omega.cm^2$ .
- Un deuxième élément  $CPE_F$ , composé de « $Q_F$ » en  $F.cm^{-2}.s^{\alpha_F-1}$  et d'une constante de phase « $\alpha_F$ ». Le couple  $R_F-CPE_F$  est attribué au processus redox qui se déroule avec les produits de corrosion, hydro-oxyde, accumulés à la surface de l'acier ( $Fe^{2+} \leftrightarrow Fe^{3+} + e^-$ ).

L'impédance équivalente du circuit de la Figure 185 s'écrit sous la forme du nombre complexe suivant :

$$Z(\omega) = \text{Re}[Z(\omega)] + j \cdot \text{Im}[Z(\omega)] \quad (57)$$

$$\text{Partie réelle:} \quad \text{Re}[Z(\omega)] = R_e + \frac{A \cdot C + B \cdot D}{C^2 + D^2} \quad (58)$$

$$\text{Partie imaginaire:} \quad \text{Im}[Z(\omega)] = \frac{B \cdot C - A \cdot D}{C^2 + D^2} \quad (59)$$

$$w \text{ en radians et } f \text{ en Hz} \quad \omega = 2\pi f \quad (60)$$

$$A = R_t + R_F + R_t R_F Q_F \omega^{\alpha_F} \cos \frac{\pi}{2} \alpha_F \quad (61)$$

$$B = R_t R_F Q_F \omega^{\alpha_F} \sin \frac{\pi}{2} \alpha_F \quad (62)$$

$$C = 1 + R_F Q_F \omega^{\alpha_F} \cos \frac{\pi}{2} \alpha_F + (R_F + R_t) Q_{Cd} \omega^{\alpha_{Cd}} \cos \frac{\pi}{2} \alpha_{Cd} + R_t R_F Q_{Cd} Q_F \omega^{(\alpha_F + \alpha_{Cd})} \cos \frac{\pi}{2} (\alpha_F + \alpha_{Cd}) \quad (63)$$

$$D = R_F Q_F \omega^{\alpha_F} \sin \frac{\pi}{2} \alpha_F + (R_F + R_t) Q_{Cd} \omega^{\alpha_{Cd}} \sin \frac{\pi}{2} \alpha_{Cd} + R_t R_F Q_{Cd} Q_F \omega^{(\alpha_F + \alpha_{Cd})} \sin \frac{\pi}{2} (\alpha_F + \alpha_{Cd}) \quad (64)$$

Le fitting (ajustement de paramètres) des 7 paramètres de l'impédance  $Z(\omega)$  est effectué sous un logiciel développé au laboratoire LISE de l'UPMC Paris, nommé Simad. Les constantes de phase  $\alpha_F$  et  $\alpha_{Cd}$  sont limitées entre 0,5 et 1. Par cette expression, A, B, C et D sont des nombres réels, l'ajustement de paramètres s'effectue sans faire appel à l'opération de nombre complexe bien que logiciel Simad manipule le nombre complexe. Alors, le calcul est facilement exportable pour d'autre logiciel.

La résistance de polarisation est égale à la somme des deux résistances du circuit, la résistance de transfert  $R_t$  et la faradique  $R_F$  :

$$R_p = R_t + R_F \quad (65)$$

Le courant de corrosion est déduit de la résistance de polarisation et des constantes anodiques et cathodiques de Tafel du système par la seconde relation de Stern Geary suivante :

$$I_{\text{corr}} = \left( \frac{1}{b_a - b_c} \right) \cdot \left( \frac{1}{R_p} \right) \quad (53)$$

### C-III-1.2.1. Montmorillonite

#### C-III-1.2.1.1. Spectre d'impédance

Les deux diagrammes de Nyquist représentés dans la Figure 26 montrent la réponse de l'impédance du système électrochimique acier-montmorillonite. Il a la forme d'un demi-cercle aplati. Les points expérimentaux correspondent à des fréquences où l'impédance est mesurée sur le graphe. On remarque que plus le temps de contact entre la barre et son milieu est élevé, plus on a besoin de mesurer l'impédance à des basses fréquences. Autrement dit, les constantes de temps impliquées dans le système électrochimique augmentent.

À partir de ce diagramme, et avec un fitting approprié, on peut estimer la valeur des différents éléments électrochimiques composant le système (Résistance et CPE).

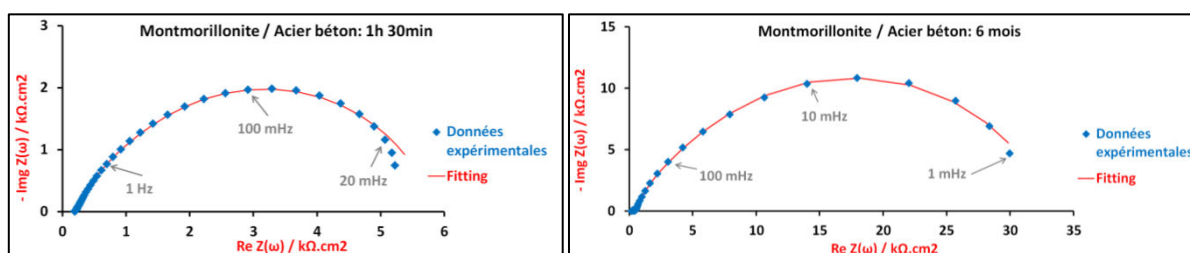


Figure 186. Diagrammes de Nyquist dans le cas de la Montmorillonite. Mesure après 1h30 de contact et après 6 mois.

#### C-III-1.2.1.2. Variation de la résistance de l'électrolyte

La variation de  $R_e$  en fonction du temps de contact est représentée dans la Figure 187. Elle diminue légèrement jusqu'aux 17 jours, de 250 à 200  $\Omega.cm^2$  puis commence à croître jusqu'à atteindre 500  $\Omega.cm^2$  après 6 mois de contact. Cette augmentation est probablement due à une baisse de la conductivité du milieu. Ceci peut être expliqué par

une baisse de la teneur en eau de la pâte de montmorillonite au voisinage de la barre d'acier à une consommation d'eau par les interactions électrochimiques en cours ou bien par la formation d'une croûte à la surface de l'acier peu riche en  $H_2O$ . Il est important de noter également que la densité de courant de corrosion diminue, dans ce système acier - montmorillonite avec le temps ce qui corrobore la diminution de l'électrolyte disponible pour la réaction électrochimique.

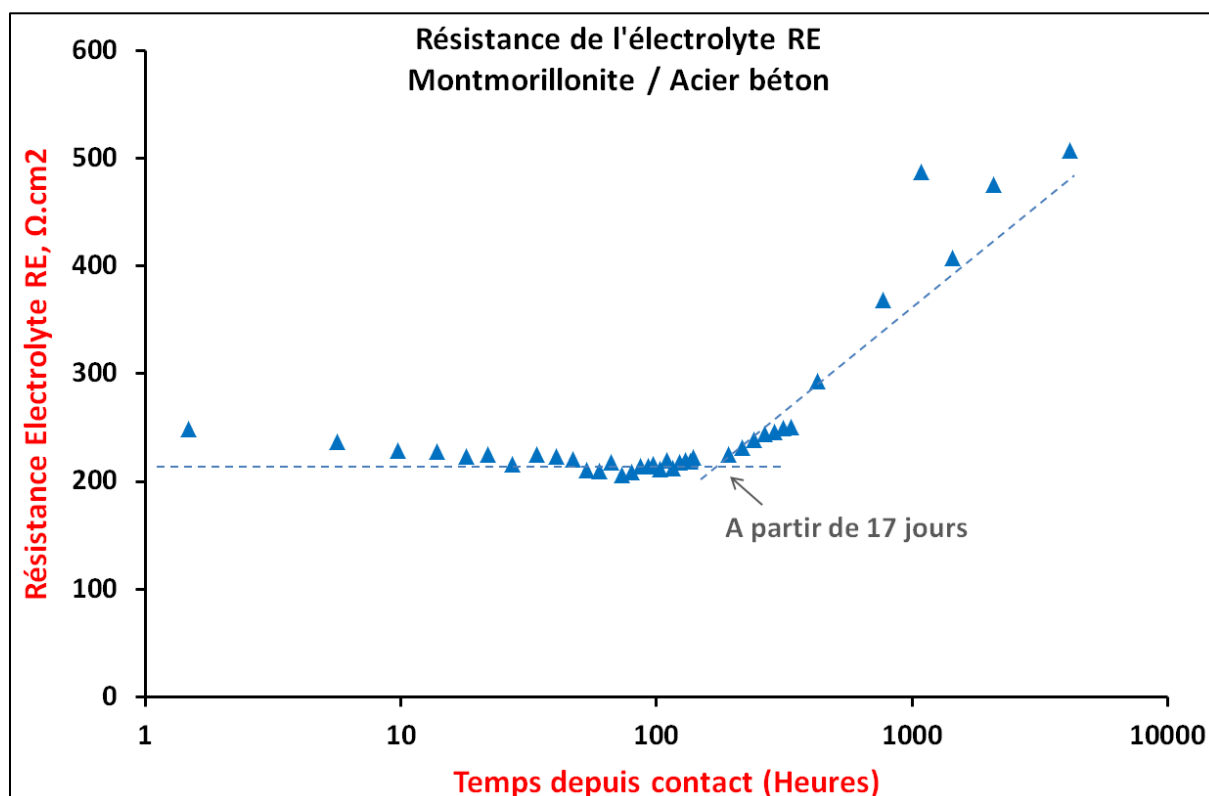


Figure 187. Variation de la résistance de l'électrolyte. Cas de la Montmorillonite

#### C-III-1.2.1.3. Variation des résistances du circuit $R_t$ et $R_F$

La variation des 2 résistances composant le circuit ( $R_t$  et  $R_F$ ) est présentée dans la Figure 188. Les deux résistances  $R_t$  et  $R_F$  ont une valeur initiale de l'ordre de  $3.3 \text{ k}\Omega.cm^2$  et  $2.2 \text{ k}\Omega.cm^2$  respectivement. Elles ne varient pas pendant les premières 40h et  $R_t$  reste supérieure à  $R_F$ . La résistance faradique  $R_F$  commence à croître jusqu'à atteindre  $22 \text{ k}\Omega.cm^2$ . La résistance de transfert  $R_t$  décroît légèrement après 30h jusqu'à environ  $780 \text{ }\Omega.cm^2$  puis croît tout en restant inférieure à la résistance faradique  $R_F$ , et atteint environ  $12.5 \text{ k}\Omega.cm^2$ .

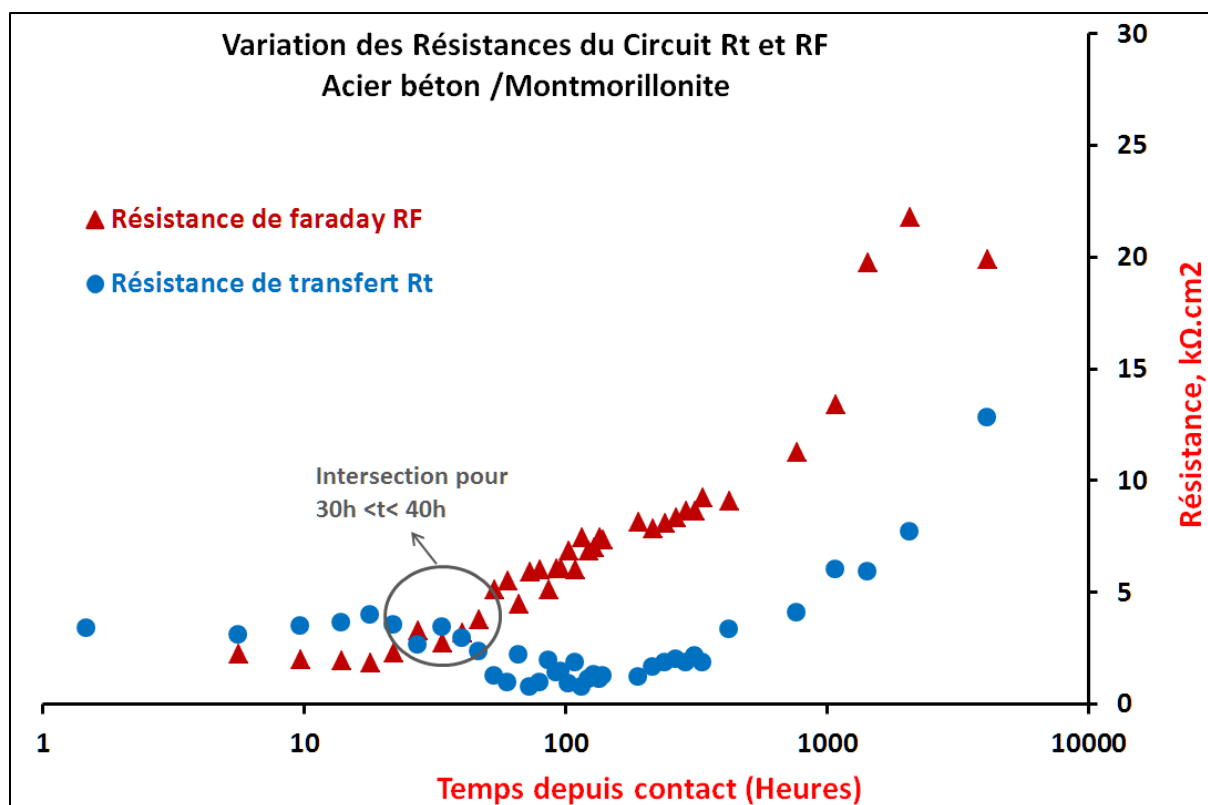


Figure 188. Variation des résistances  $R_t$  et  $R_F$  Cas de la Montmorillonite

#### C-III-1.2.1.4. Variation de la résistance de polarisation et de la densité du courant de corrosion

La variation de la résistance de polarisation ainsi que celle de la densité du courant de corrosion  $J_{\text{corr}}$  correspondant sont présentées dans la Figure 189. La résistance de polarisation  $R_p$  croît pendant 3 mois et atteint un palier de l'ordre de  $30 \text{ k}\Omega \cdot \text{cm}^2$ . Inversement proportionnel, la densité du courant de corrosion  $J_{\text{corr}}$  décroît et atteint un palier de l'ordre de  $0.3 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$ . Dans ce calcul, le coefficient de Stern - Geary (équation (53)) est déterminé avec  $b_a$  et  $b_c$  estimés par voltammétrie pour chaque temps du contact. En effet, au cas où la vitesse de dissolution anodique est contrôlée par la dissolution chimique de l'oxyde, c'est bien  $R_p$  et non  $R_t$  qui évalue mieux la vitesse de corrosion [190]. La valeur de  $J_{\text{corr}}$  initiale et celle stationnaire ainsi que sa variation avec le temps sont en bon accord avec les résultats de voltammétrie (C-III-1.1.1.3 page 260), bien qu'elle soit légèrement plus petite pour sa valeur stationnaire.

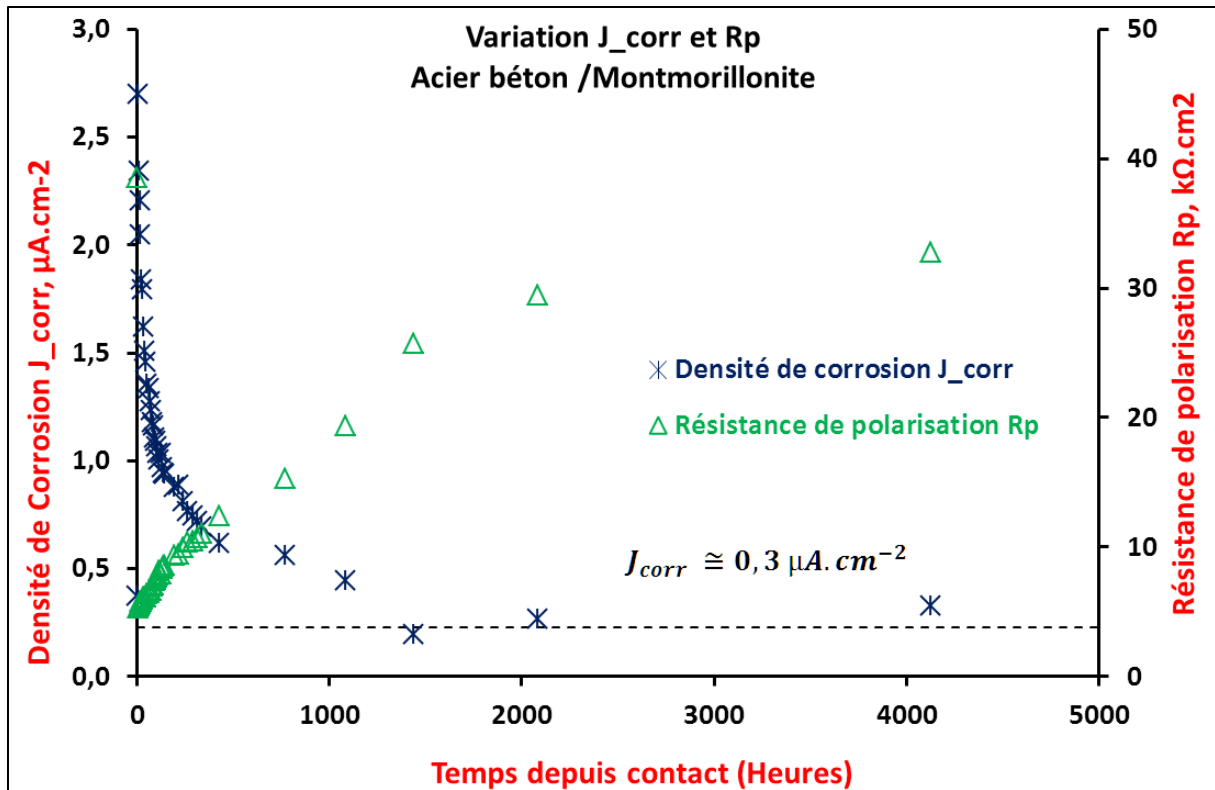


Figure 189. Variation de la résistance de polarisation et du courant de corrosion. Cas de la Montmorillonite

#### C-III-1.2.1.5. Variation des constantes de phases $\alpha_{Cd}$ et $\alpha_F$

La variation des constantes de phase  $\alpha_{Cd}$  et  $\alpha_F$  correspondant aux  $CPE_{Cd}$  et  $CPE_F$  respectivement, est présentée dans la Figure 190. Les constantes varient entre 0.7 et 1. Parallèlement aux résistances du circuit (C-III-1.2.1.3), elles demeurent constantes pendant les premières 30h aux alentours de 0.8, et  $\alpha_F$  reste supérieure à  $\alpha_{Cd}$ .

La constante  $\alpha_F$  décroît légèrement jusqu'à 0.78 et devient inférieure à  $\alpha_{Cd}$ . Les deux constants croît pendant 1 mois jusqu'aux 0.9. Ceci peut représenter une corrosion plus homogène sur toute la surface de contact entre la barre d'acier et la montmorillonite. Puis une décroissance simultanée des constantes au-delà du 45<sup>ème</sup> jour. Nous allons rechercher son origine plus loin dans le paragraphe C-III-1.2.1.7.

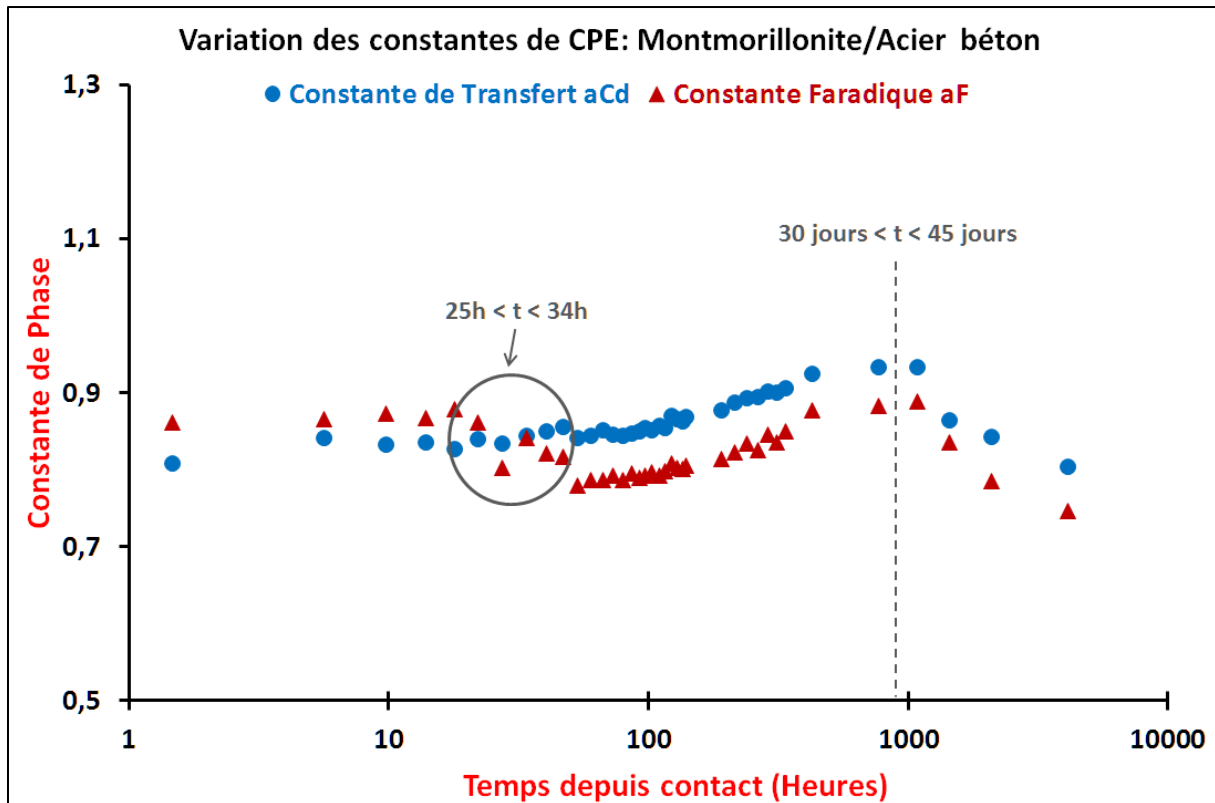


Figure 190. Variation des constantes de phase. Cas de la Montmorillonite

#### C-III-1.2.1.6. Variation des capacités effectives $C_d$ et $C_F$

Pour comparer les capacités nous avons calculé la capacité effective pour chaque CPE à l'aide de la formule de Brug et al. [191] :

$$C_{\text{eff}} = Q^{1/\alpha} (R_e^{-1} + R^{-1})^{(\alpha-1)/\alpha} \quad (66)$$

La variation des capacités effectives de double couche et faradique est représentée dans la Figure 191. La capacité de double couche  $C_d$  augmente de façon continue pendant un mois, se stabilise, puis décroît au-delà de 40 jours. La capacité faradique  $C_F$  augmente également au début de l'essai, atteint un maximum vers 18 heures du contact et atteint le minimum au 4<sup>ème</sup> jour. Elle croît de nouveau jusqu'au moment où  $C_d$  commence à diminuer.

L'augmentation de la capacité de double couche peut être due à l'accroissement de la rugosité de surface induite par la corrosion alors que celle de la capacité faradique à une compétition avec l'accumulation du produit de corrosion et sa stabilisation avec le temps. La diminution des deux capacités sera due à l'apparition de l'impédance à hautes fréquences décrite dans le paragraphe suivant.



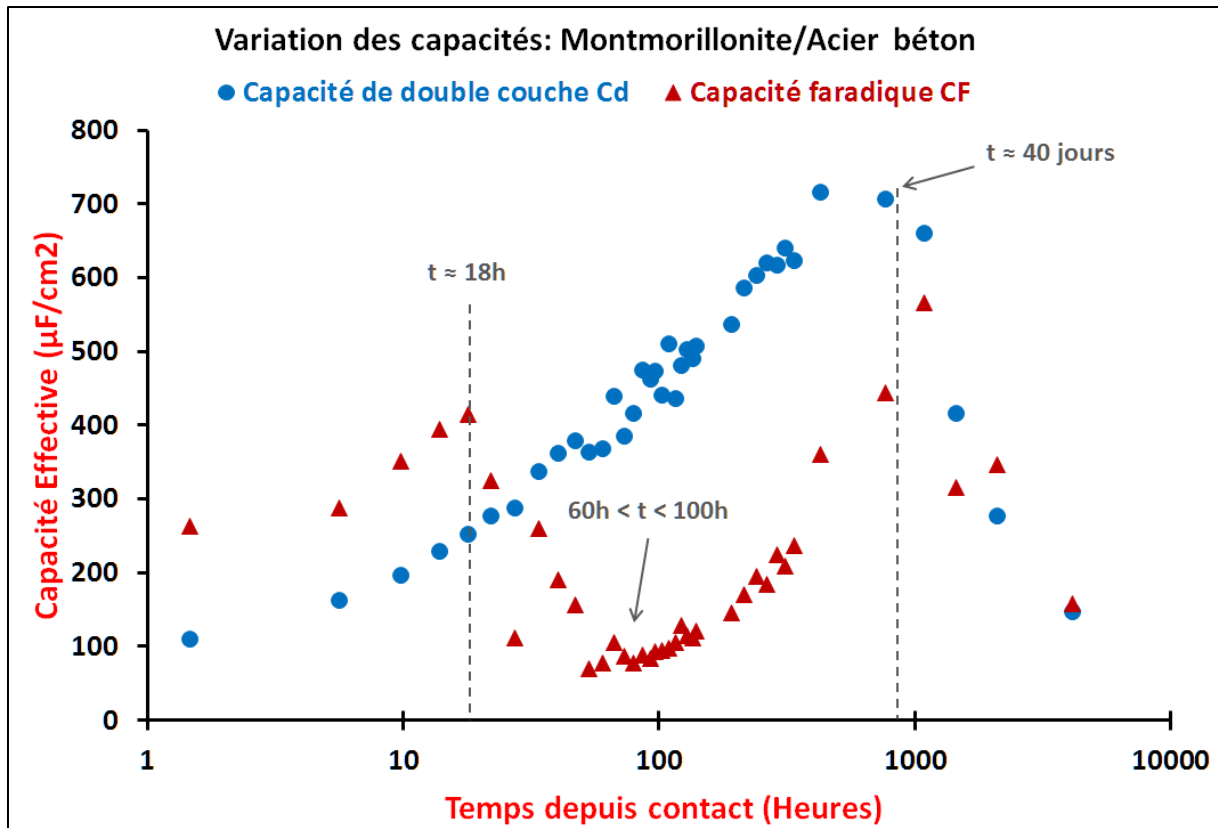


Figure 191. Variation des capacités. Cas de la Montmorillonite

#### C-III-1.2.1.7. Apparition de petites boucles à hautes fréquences HF

On remarque qu'à partir de 80 jours de contact entre la barre d'acier et la montmorillonite, une petite boucle commence à se former aux hautes fréquences, HF. La Figure 193 présente un zoom sur cette boucle « HF ». Un circuit simple R-CPE (Figure 192) simule bien les points expérimentaux obtenus à HF.

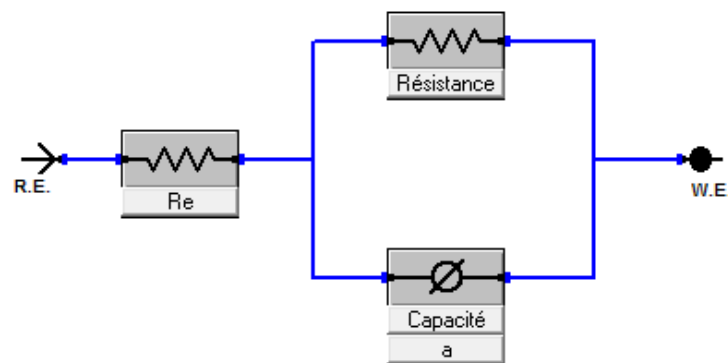


Figure 192. Circuit R-CPE

La capacité  $Q$  obtenue est de l'ordre de  $2.6E^{-5} \text{ F.s}^{\alpha-1}$  et la constante de phase «  $\alpha$  » égale à 0.7.

La résistance  $R$  est égale à  $204 \Omega.\text{cm}^2$  et la résistance de l'électrolyte égale à  $196 \Omega.\text{cm}^2$ . On peut alors calculer la capacité effective selon l'équation (66). Elle est égale à  $0.04 \mu\text{F}.\text{cm}^{-2}$ . Cette capacité est celle d'un film de barrière par produit de corrosion peu conducteur et compact qui s'est formé sur la barre d'acier. Or la capacité d'un condensateur plane peut être calculée à partir de la formule suivante :

$$C = \epsilon_0 * \epsilon_r * \frac{A}{e} \quad (67)$$

Avec  $\epsilon_0$  la permittivité du vide égale à  $8.8542E^{-12} \text{ F.m}^{-1}$  et  $\epsilon_r$  la permittivité relative du produit, «  $A$  » la surface de contact et  $e$  l'épaisseur du film. Nous avons considéré  $\epsilon_r = 33$  d'après la thèse de Zakri [192]. On peut alors évaluer l'épaisseur du film. Elle est égale à 703 nm.

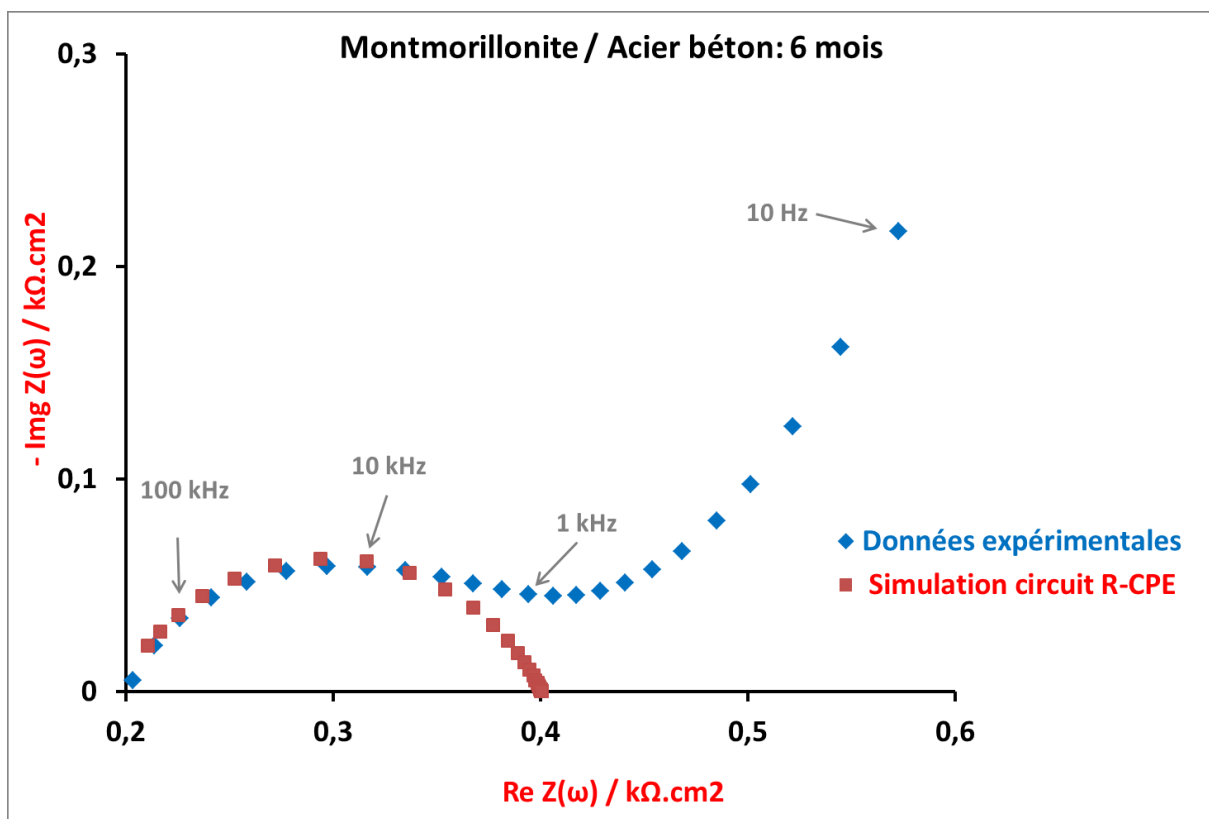


Figure 193. Simulation de boucles à Hautes Fréquences. Montmorillonite/acier après 6 mois de contact.

L'augmentation de  $R_e$  observée sur la Figure 187 peut être attribuée à ce film barrière. Au début, une épaisseur plus fine et la résistance plus faible rendent cette boucle peu visible. Aussi, les variations de  $R_t$ ,  $R_F$ ,  $\alpha_{Cd}$ ,  $\alpha_F$ ,  $C_d$  et  $C_F$  au-delà du 40ème jour seront dues à la formation d'une couche de barrière. La présence de ce film fait croître  $R_t$  et  $R_F$  par son effet barrière et baisse la valeur de  $C_d$  et  $C_F$  par l'effet de masque. La formation de ce film induit une hétérogénéité de surface car c'est un film poreux donc provoque la diminution de  $\alpha_{Cd}$  et  $\alpha_F$ .

### C-III-1.2.2. Kaolinite

#### C-III-1.2.2.1. Variation de la résistance de l'électrolyte

La variation de  $R_e$  en fonction du temps de contact est représentée dans la Figure 194. Elle est quasi constante tout au long de l'essai, égale à  $2.3 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ . Elle croît légèrement à partir de 3 mois jusqu'à  $2.8 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$  après 6 mois de contact. Cette augmentation est similaire à celle observée dans le cas de la montmorillonite mais beaucoup plus faible en valeur relative.

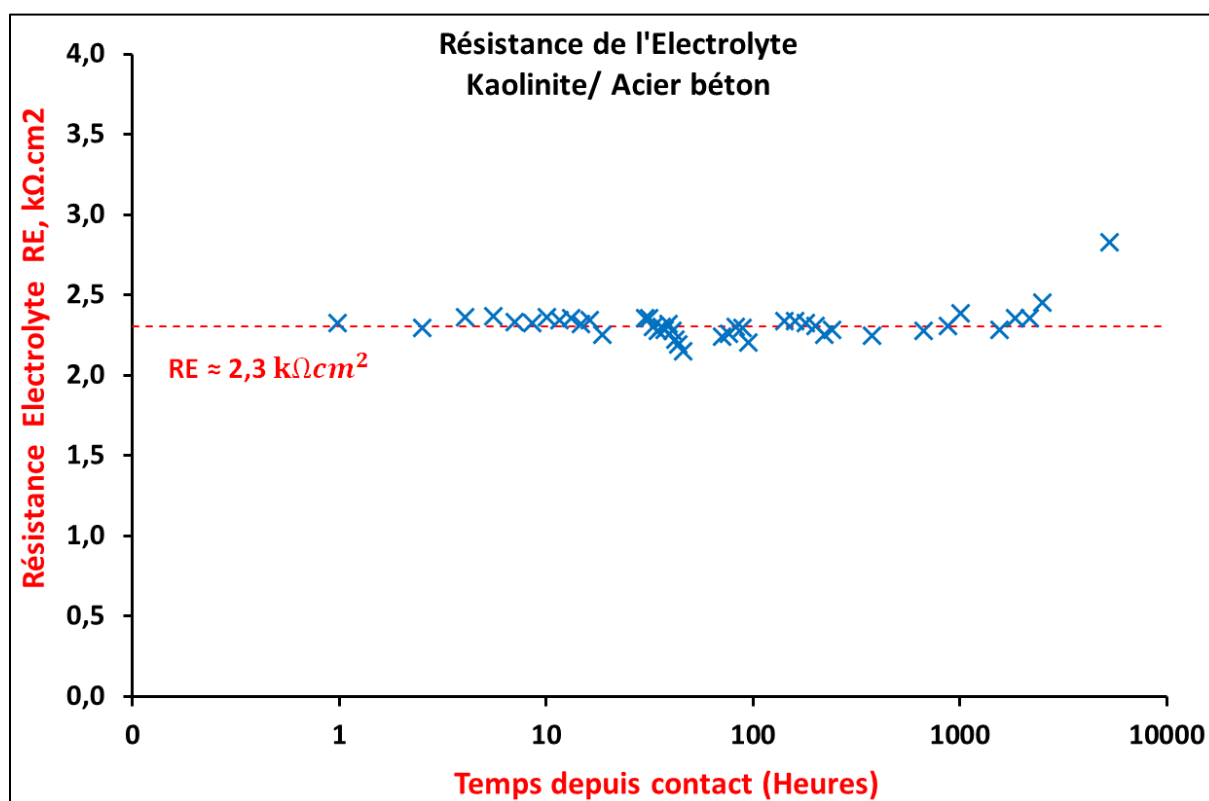


Figure 194. Variation de la résistance de l'électrolyte. Cas de la kaolinite

La valeur de résistance d'électrolyte est beaucoup plus grande que le cas de montmorillonite, presque un ordre de grandeur. Cette mauvaise conduction ionique peut être attribuée au fait que la pâte de kaolinite est préparée avec la teneur en eau beaucoup plus faible (Tableau 18).

*C-III-1.2.2.2. Variation des résistances  $R_t$  et  $R_F$*

La variation des 2 résistances composant le circuit ( $R_t$  et  $R_F$ ) est présentée dans la Figure 195. Les deux résistances  $R_t$  et  $R_F$  ont une valeur initiale de l'ordre de  $210 \Omega.cm^2$  et  $380 \Omega.cm^2$  respectivement. La résistance faradique  $R_F$  croît d'une façon constante avec le temps de contact. Elle atteint  $2.8 k\Omega.cm^2$  après 6 mois de contact.

La résistance de transfert  $R_t$  varie d'une façon très aléatoire dans un nuage de point entre 0 et  $1k\Omega.cm^2$ . Elle reste toujours inférieure à la résistance faradique  $R_F$ .

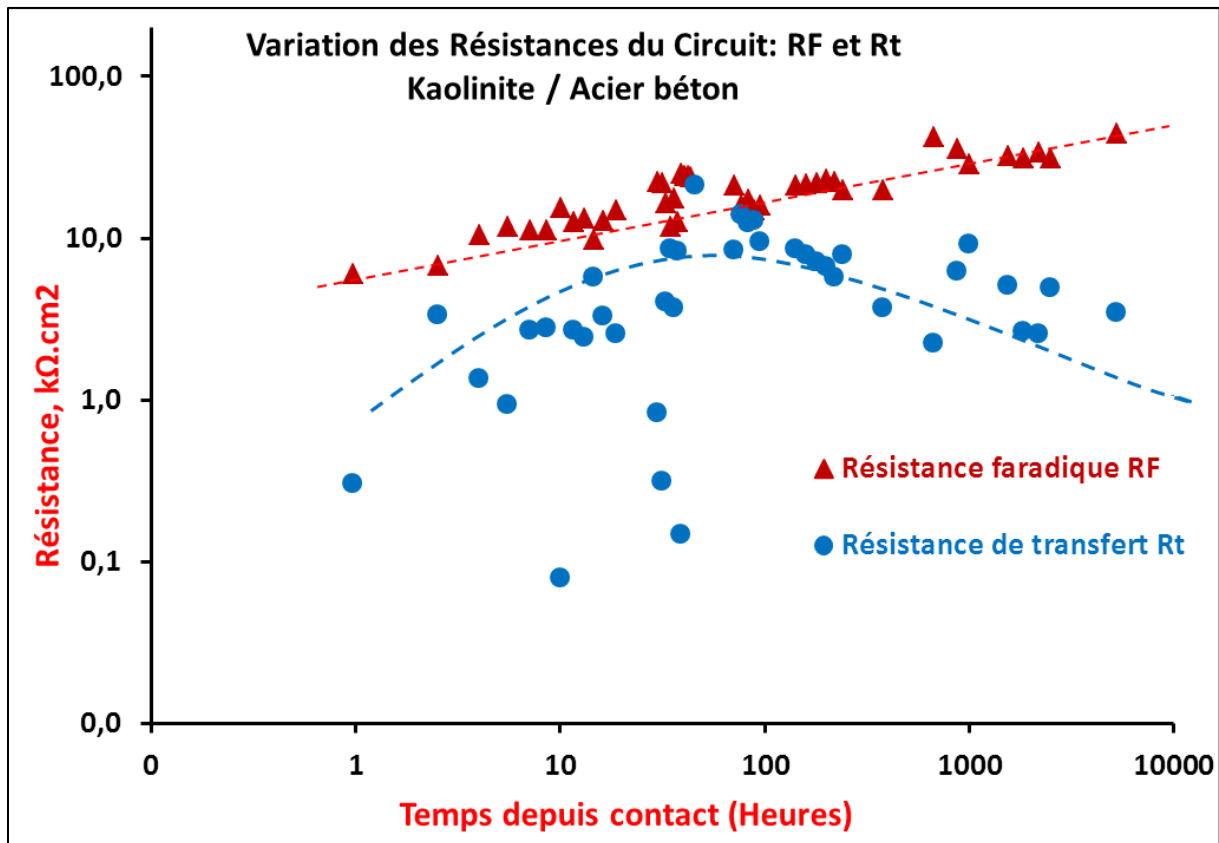


Figure 195. Variation des résistances  $R_F$  et  $R_T$ . Cas de la Kaolinite

C-III-1.2.2.3. Variation de la résistance de polarisation et de la densité du courant de corrosion

La variation de la résistance de polarisation ainsi que celle de la densité du courant de corrosion correspondante sont présentées dans la Figure 196. La résistance de polarisation  $R_p$  croît pendant 3 mois et atteint un palier de l'ordre de  $30 \text{ k}\Omega \cdot \text{cm}^2$ . La densité du courant de corrosion  $J_{\text{corr}}$  décroît et atteint un palier de l'ordre de  $0.2 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$ .

Cette variation de la densité du courant de corrosion est différente de celle trouvée par les mesures de voltammétrie (paragraphe C-III-1.1.2.2). La densité du courant de corrosion est nettement plus faible, et on n'observe pas une augmentation brutale de  $J_{\text{corr}}$  après 800 heures du contact acier / kaolinite.

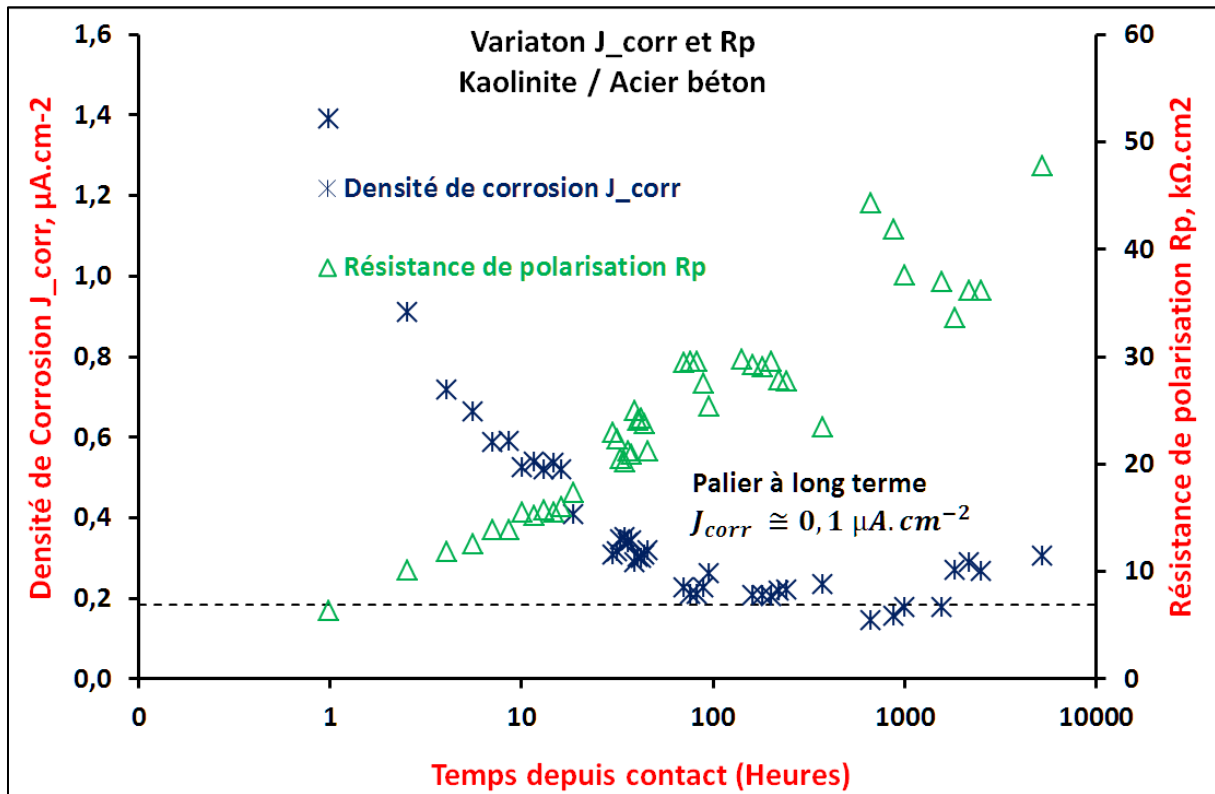


Figure 196. Variation de la résistance de polarisation et du courant de corrosion. Cas de la Kaolinite

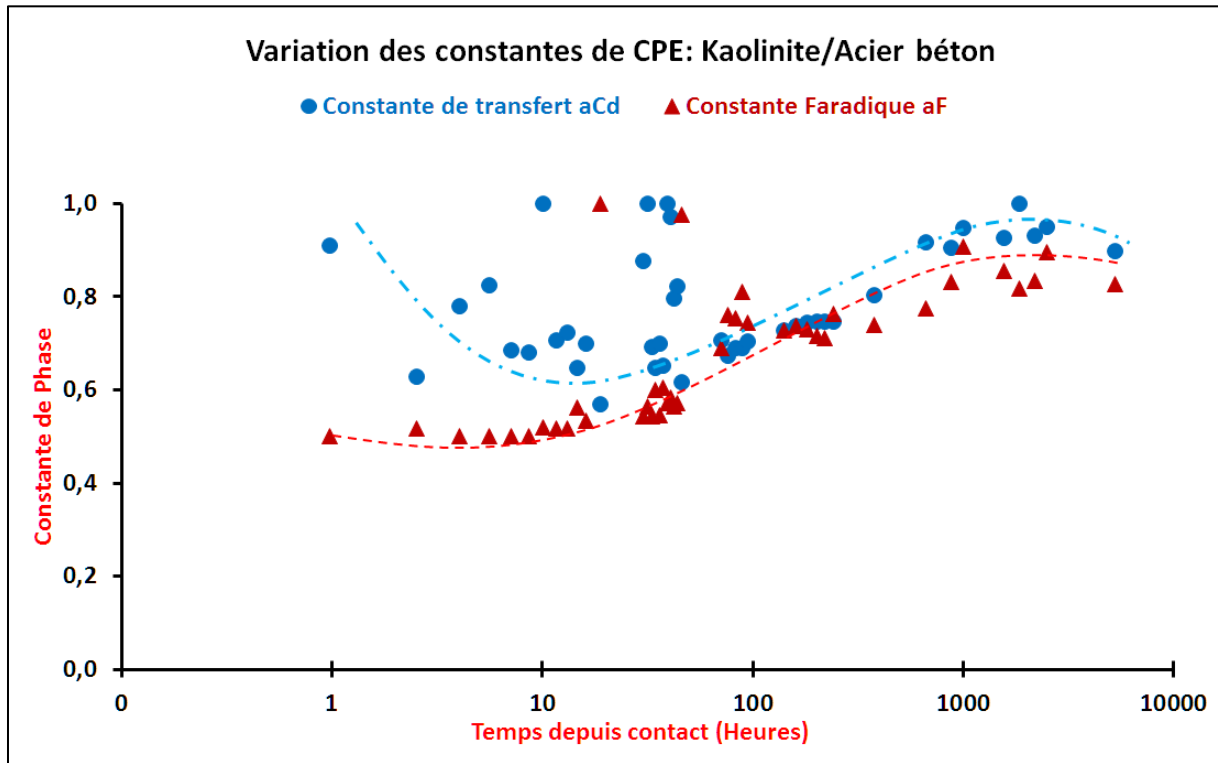
C-III-1.2.2.4. Variation des constantes de phases  $\alpha_{Cd}$  et  $\alpha_F$ 


Figure 197. Variation des constantes de phase. Cas de la Kaolinite

La variation des constantes de phase  $\alpha_{Cd}$  et  $\alpha_F$  est présentée dans la Figure 197. Les constantes varient entre 0,5 et 1. La constante  $\alpha_F$  croît de 0,5 à 0,9. Cette augmentation peut représenter une homogénéisation du produit de corrosion. Par contre, la constante  $\alpha_{Cd}$ , varie d'une façon aléatoire au début du contact puis croît d'une façon similaire à  $\alpha_F$  tout en restant supérieure à celle-ci.

 C-III-1.2.2.5. Variation des capacités effectives  $C_d$  et  $C_F$ 

La variation des capacités effectives de double couche et faradique est représentée dans la Figure 198. La capacité de double couche  $C_d$  croît progressivement, malgré une dispersion importante initialement, d'une centaine de  $\mu\text{F}\cdot\text{cm}^{-2}$  à quelques  $\text{mF}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Cette grande capacité finale devrait indiquer que la rugosité de surface de l'électrode est fortement augmentée. La capacité faradique  $C_F$  varie comme  $C_d$ , la valeur similaire au début du contact, mais devient clairement plus faible au bout d'un demi à un jour du contact.

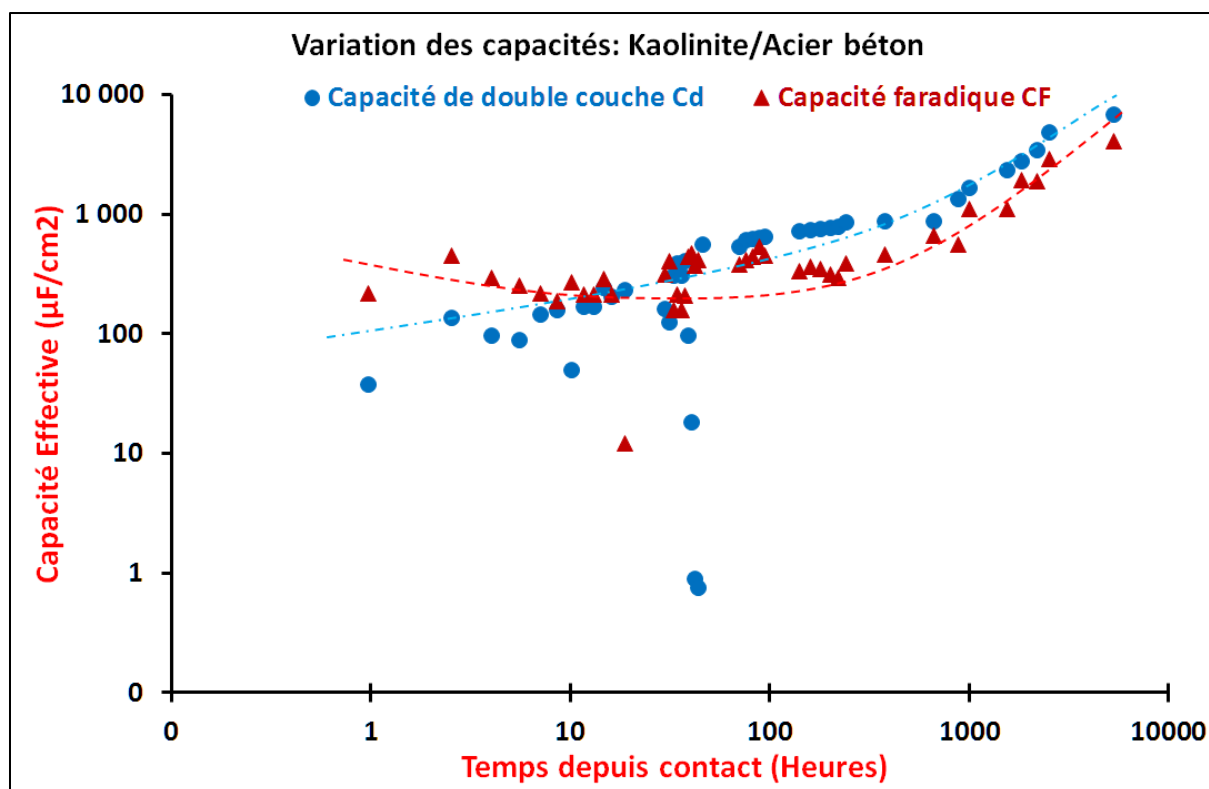


Figure 198. Variation des capacités effectives. Cas de la Kaolinite

### C-III-1.2.3. Limon

#### C-III-1.2.3.1. Variation de la résistance de l'électrolyte

La variation de  $R_e$  en fonction du temps de contact est représentée dans la Figure 199. Elle croît légèrement avec le temps de 3 à 3.6  $\text{k}\Omega \cdot \text{cm}^2$ . Sa variation est similaire à celle de la kaolinite (Figure 194).

La résistance d'électrolyte est la plus grande parmi les trois argiles testées, et c'est ce milieu qui a été préparé avec le moins d'eau.

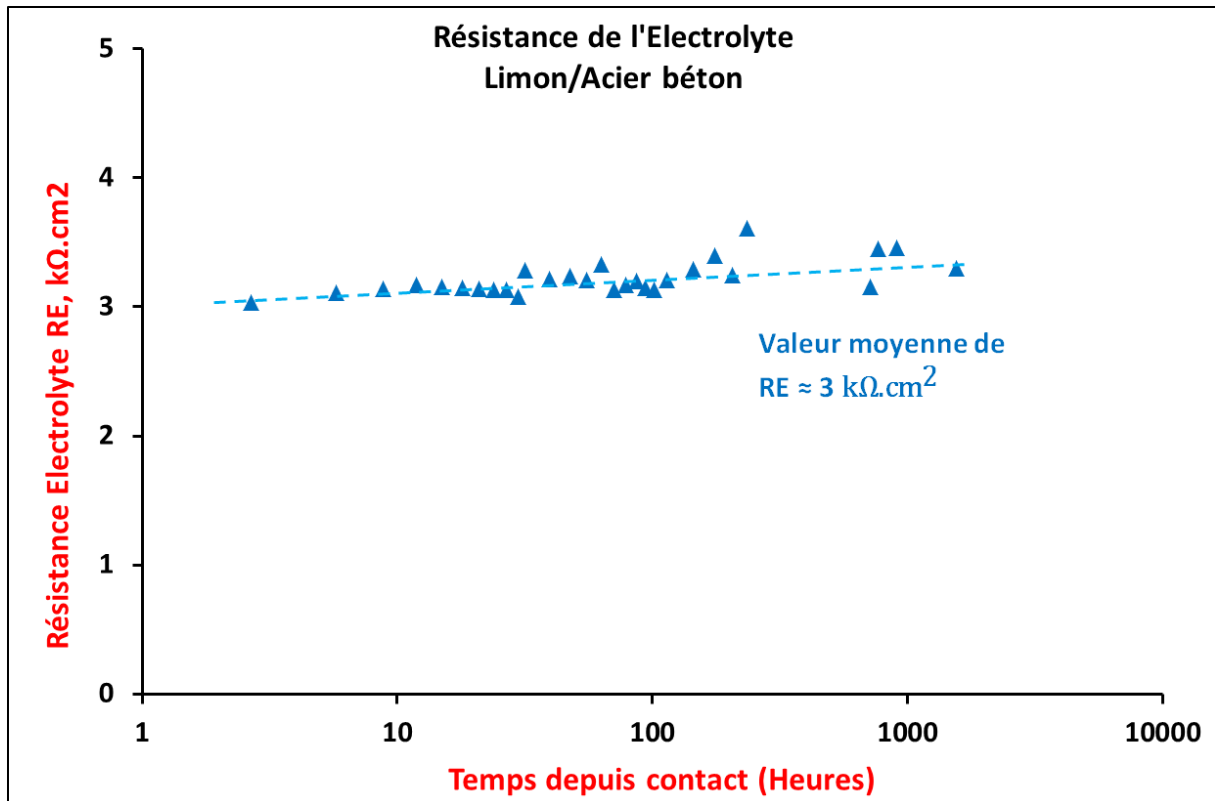


Figure 199. Variation de la résistance de l'électrolyte. Cas du Limon

#### C-III-1.2.3.2. Variation des résistances $R_t$ et $R_F$

La variation des deux résistances  $R_t$  et  $R_F$  est présentée dans la Figure 200. Les deux résistances  $R_T$  et  $R_F$  ont une valeur initiale de l'ordre de  $4.8 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$  et  $12.8 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$  respectivement. La résistance de transfert  $R_T$  reste faible en comparaison à la résistance faradique  $R_F$ . Elle est quasi constante aux alentours de  $4.7 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ . La résistance faradique  $R_F$  croît d'une façon constante avec le temps de contact pendant 3 mois. Elle atteint  $31 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ . Sa variation est ensuite fluctuante et varie entre  $30$  et  $60 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ .



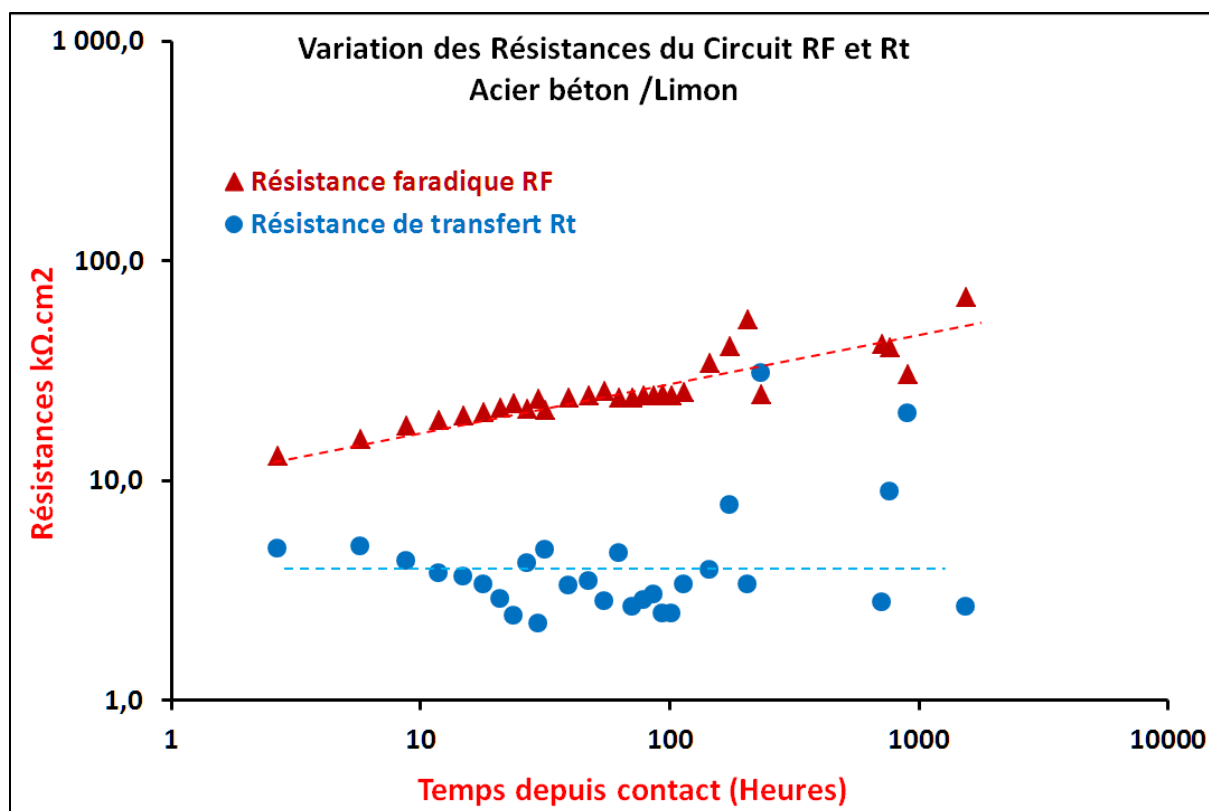


Figure 200. Variation des résistances  $R_t$  et  $R_F$  Cas du Limon

#### C-III-1.2.3.3. Variation de la résistance de polarisation et de la densité du courant de corrosion

La variation de la résistance de polarisation ainsi que celle de la densité du courant de corrosion correspondante sont présentées dans la Figure 201. La résistance de polarisation  $R_p$  croît pendant 3 mois et atteint un palier de l'ordre de 50 kΩ.cm<sup>2</sup>.

La variation de  $J_{\text{corr}}$  est similaire à celle observée par voltammétrie, en effet, on peut constater un ralentissement de corrosion pendant les premières 500 heures de l'essai alors que par la voltammétrie ce ralentissement s'est limité à une centaine d'heures. La densité de courant du palier est environ quatre fois supérieure par l'estimation de voltammétrie.

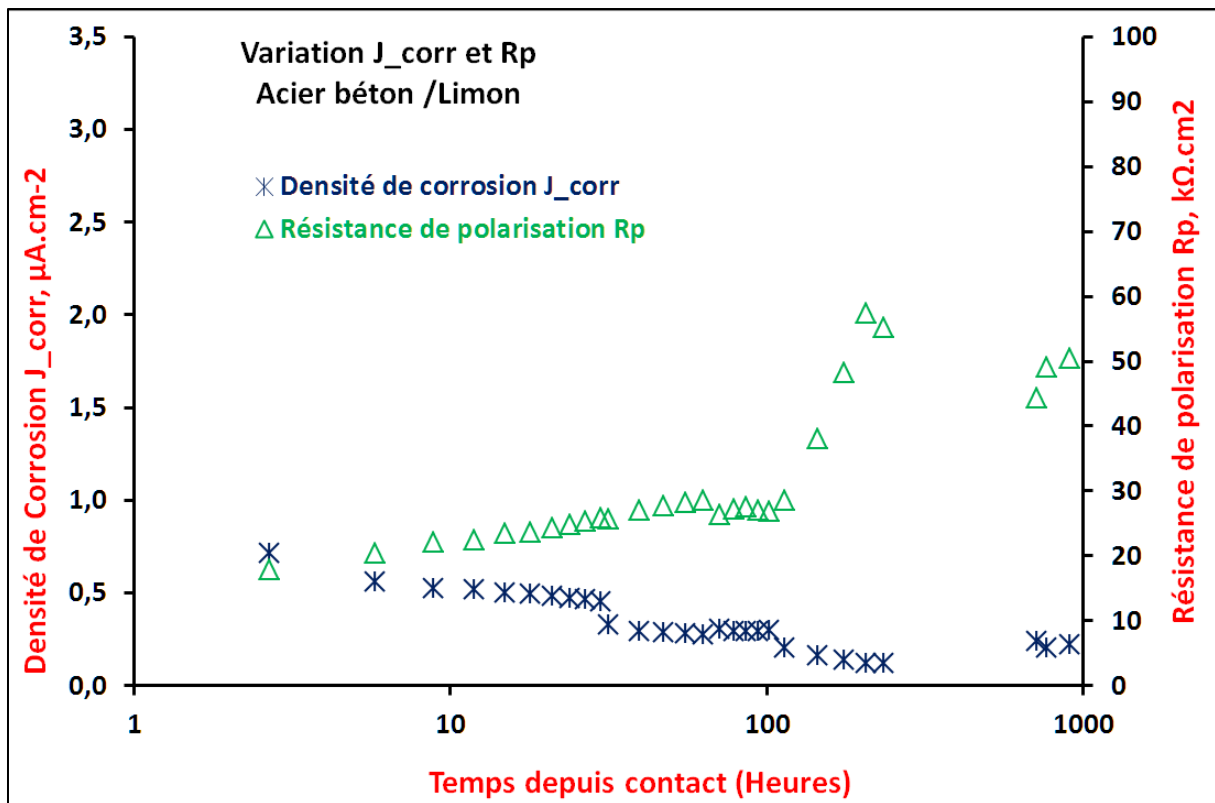


Figure 201. Variation de la résistance de polarisation et du courant de corrosion. Cas du Limon

#### C-III-1.2.3.4. Variation des constantes de phases $\alpha_{Cd}$ et $\alpha_F$

La variation des constantes  $\alpha_{Cd}$  et  $\alpha_F$  est présentée dans la Figure 202. Elles varient entre 0.7 et 1 d'une façon très similaire. Elles augmentent exponentiellement (linéaire en plan semi-logarithmique). La constante  $\alpha_F$  croît de 0.7 à 0.988 et  $\alpha_{Cd}$  croît de 0.748 à 1. Cette augmentation de  $\alpha_{Cd}$  et  $\alpha_F$  semble indiquer que l'état de surface et les vitesses de réaction semblent devenir plus homogènes avec le temps.

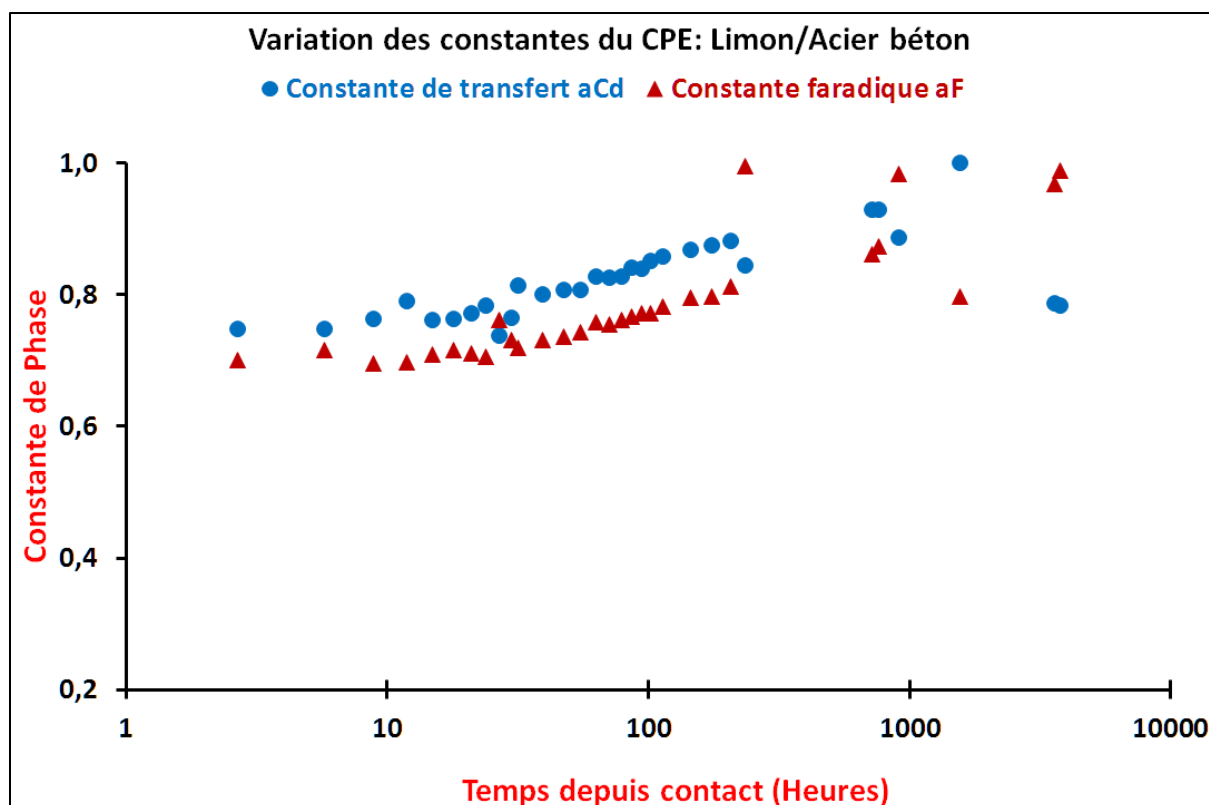


Figure 202. Variation des constantes de phase. Cas du Limon

#### C-III-1.2.3.5. Variation des capacités effectives

La variation des capacités est représentée dans la Figure 203. Contrairement au cas de la kaolinite et de la montmorillonite, la capacité faradique  $C_F$  est inférieure à la capacité de double couche tout au long de l'essai. Ils varient d'une façon similaire. Elles sont très faibles au début de l'essai et varient pour les premiers trois jours d'environ  $60 \mu\text{F}\cdot\text{cm}^{-2}$  à  $180 \mu\text{F}\cdot\text{cm}^{-2}$  pour  $C_d$  et  $120 \mu\text{F}\cdot\text{cm}^{-2}$  pour  $C_F$ .

Après 10 jours de contact entre la barre d'acier et le limon, les deux capacités augmentent rapidement et atteignent environ à  $1 \text{ mF}\cdot\text{cm}^{-2}$  pour  $C_d$  et  $2.7 \text{ mF}\cdot\text{cm}^{-2}$  pour  $C_F$ . L'augmentation de  $C_F$  peut être due à l'accumulation de la couche de corrosion à la surface de la barre quant à celle de  $C_d$  ; elle peut être associée à une augmentation de la surface de l'électrode, par exemple une rugosité plus importante due à la corrosion et/ou suite à la formation de piqûres profondes.

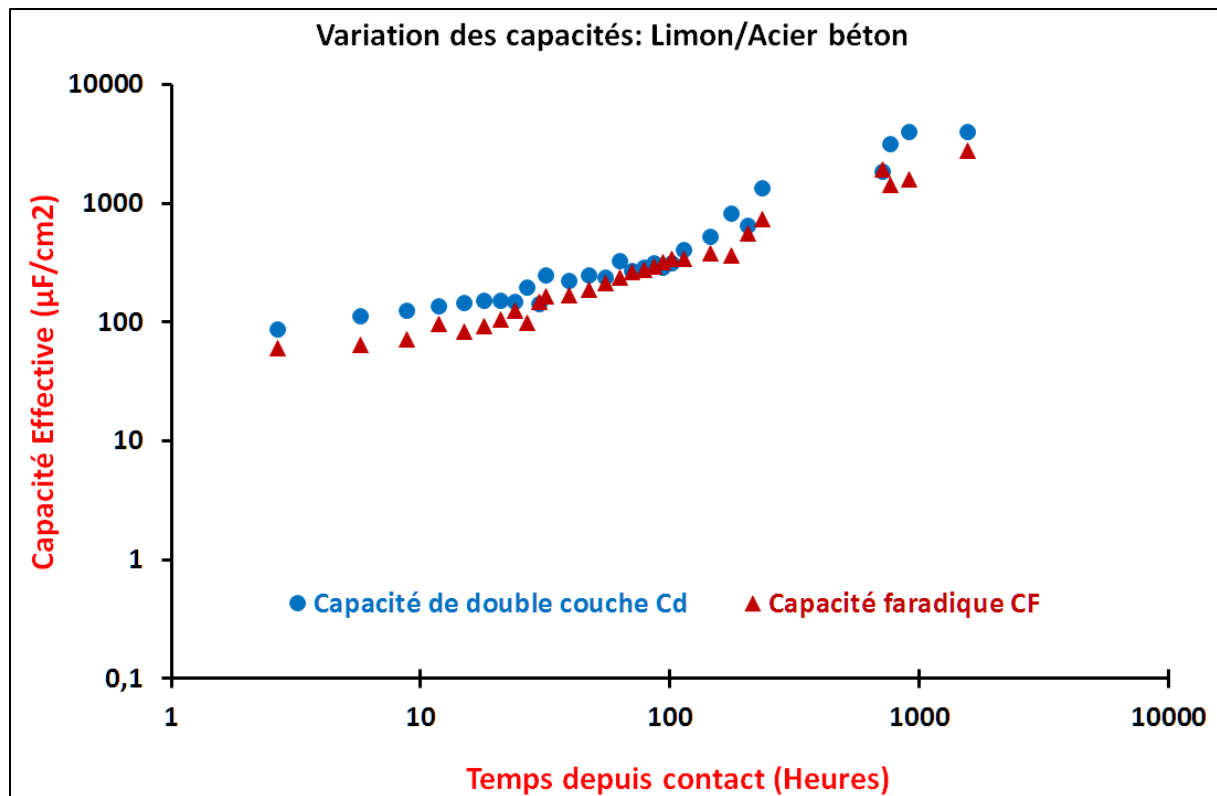


Figure 203. Variation des capacités. Cas du Limon

#### C-III-1.2.3.6. Comportement après 5 mois de contact avec le limon

Après 5 mois de contact entre la barre d'acier et le limon, la réponse du système aux mesures d'impédance change et présente uniquement une petite boucle dans le diagramme de Nyquist. On a effectué plusieurs mesures pour vérifier que ceci n'est pas un artefact de l'appareil, et les différentes mesures données la même réponse. C'est pourquoi la variation de la densité de corrosion présentée sur la Figure 201 s'arrête au bout de 1000 h de contact. La Figure 204 représente le diagramme de Nyquist après 5 mois de contact.

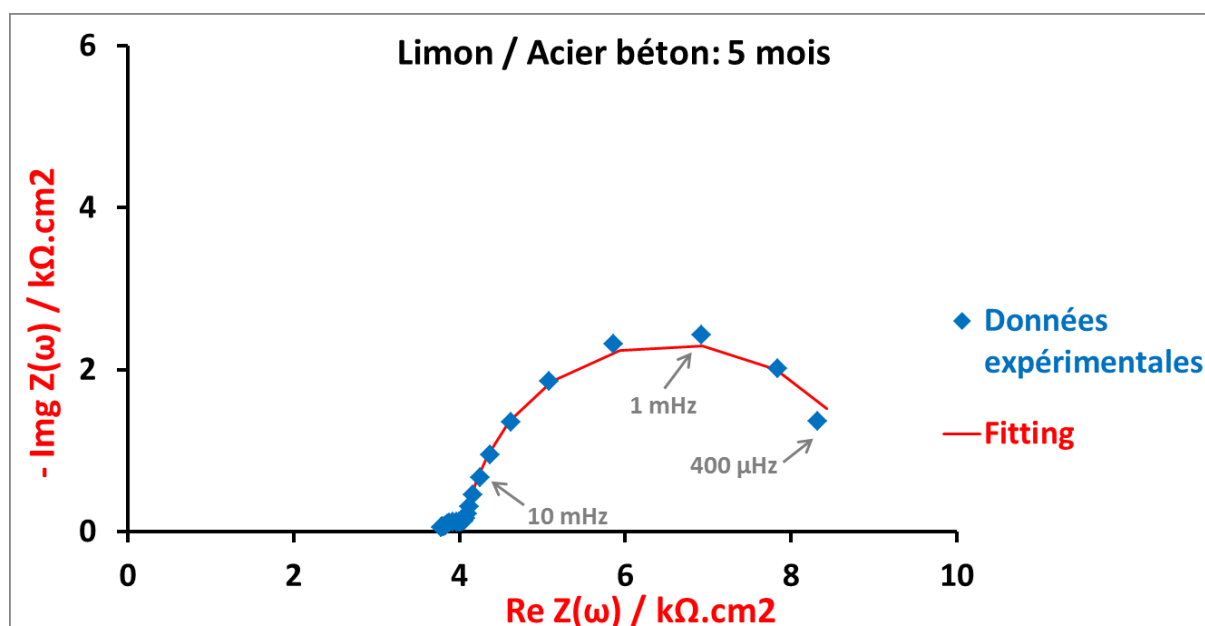


Figure 204. Diagramme de Nyquist après 5 mois de contact entre acier et limon

La réponse est alors simulée avec un circuit R-CPE simple (Figure 192). La résistance  $R$  est égale à  $5 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$  et la résistance de l'électrolyte égale à  $3.5 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ . La capacité  $Q$  obtenue est de l'ordre de  $22 \text{ mFcm}^{-2}\cdot\text{s}^{-0.05}$  et la constante de phase «  $\alpha$  » égale à 0.95. La capacité effective correspondante est alors égale à  $C_{\text{eff}} = 26 \text{ mF}\cdot\text{cm}^{-2}$ .

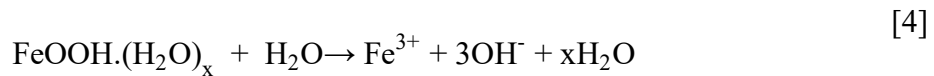
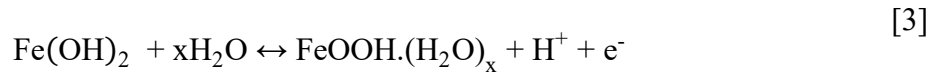
$R_p$  est  $5 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ . Avec  $J_{\text{corr}}$  évalué à  $3.5 \text{ mA}\cdot\text{cm}^{-2}$  selon la voltammétrie, le produit  $R_p \cdot J_{\text{corr}} = 18 \text{ mV}$ , la valeur souvent trouvée comme le coefficient de Stern-Geary ( $= \frac{1}{b_a - b_c}$ ) [184]. Pour  $R_t \cdot J_{\text{corr}} = 1.4 \text{ mV}$ , cette petite valeur corrobore un processus redox rapide conduisant  $C_F$  grande.

### C-III-1.3. Discussion des Résultats

#### C-III-1.3.1. Processus de corrosion

L'interaction de différents types d'argile en contact avec une barre d'acier lisse a été analysée par deux méthodes électrochimiques : la voltammétrie autour de EOC et les mesures de l'impédance électrochimique. Le spectre d'impédance relevé présente, dans tous les cas, deux boucles capacitatives excepté le cas de la montmorillonite au temps de contact long. Le diagramme avec deux boucles capacitatives sur la corrosion d'acier en contact avec l'argile peut être expliqué par le processus de corrosion suivant.

Pour le processus anodique :



Pour le processus cathodique :



Les étapes 1, 3 et 5 sont électrochimiques avec transfert de charge alors que les étapes 2 et 4 sont chimiques sans transfert de charge. L'étape 3 est réversible qui fait apparaître un comportement capacitif. La vitesse de corrosion est régie par l'égalité de la formation d'électrons (étape 1 et 3) et leur consommation (étape 5). Les résultats montrent que la quantité de  $\text{FeOOH} \cdot (\text{H}_2\text{O})_x$  (une magnétite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ou tout autre oxyde trivalent) sera formée en quantité importante car  $C_F$  est grande.

Pour faciliter la discussion, le film passif formé sera appelé un hydro-oxyde. La vitesse de réaction anodique sera alors en grande partie contrôlée par l'étape 4 et l'hydro-oxyde dissous sera complété par les étapes 1 à 3.

Dans les trois milieux étudiés,  $b_c$  n'est jamais proche de zéro, ce qui exclut une cinétique de la réduction du milieu entièrement contrôlée par la diffusion convective. Or, la densité de courant de corrosion  $J_{\text{corr}}$  devrait être plus petite en présence des argiles que celle pour une électrode immergée dans un électrolyte, quelques dizaines de  $\mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$ . La présence de particules solides, argiles en occurrence, doit diminuer la densité de courant limite de diffusion, mais elle est toujours supérieure à  $J_{\text{corr}}$ . Alors, les voltammogrammes ne montraient pas un processus cathodique contrôlé par la diffusion convective, donc le processus d'activation régit en majeure partie l'étape 5.

La branche anodique ne montre pas non plus la densité de courant indépendant de potentiel ( $b_a = 0$ ) alors que cette réaction est chimique. Selon Seo et Sato [193], l'hydroxyde dopé par anions peut dépendre du potentiel de l'électrode. Nous pensons que c'est effectivement le cas ici. Dans ce mécanisme de corrosion, la vitesse de corrosion, c'est-à-dire  $J_{\text{corr}}$  est, comme nous l'avons signalé plus haut, plus étroitement corrélée à  $R_p$  que  $R_t$ .

Le potentiel libre de corrosion est déterminé par  $J_a + J_c = 0$ . Aussi, si la vitesse de réaction anodique diminue avec le temps, c'est-à-dire l'étape 4 ralentit, EOC doit se déplacer vers le potentiel plus anodique. La stabilisation de l'hydro-oxyde avec le temps conduit donc EOC qui se déplace vers des valeurs plus anodiques. De même, l'étape 4 se déroule sur l'hydro-oxyde, et non sur le métal nu, peu disponible dans le métal passivé. La stabilisation de l'oxyde va alors faire diminuer la densité de courant cathodique  $J_c$ . EOC se déplace alors vers des valeurs plus négatives.

#### C-III-1.3.2. Densité de courant de corrosion $J_{\text{corr}}$

Les densités de courant de corrosion  $J_{\text{corr}}$  estimées par voltammétrie pour les trois couples barreau d'acier - argile sont regroupées sur la Figure 205.

Sur cette figure, on constate que la valeur minimale de  $J_{\text{corr}}$  observée est similaire pour les trois milieux bien que pour la kaolinite, il est environ deux fois plus grand. En revanche, on observe une augmentation de  $J_{\text{corr}}$  après 4 jours pour le limon et un mois pour la kaolinite est observée. Pour la montmorillonite, un tel phénomène n'a pas été décelé pendant six mois de l'essai.

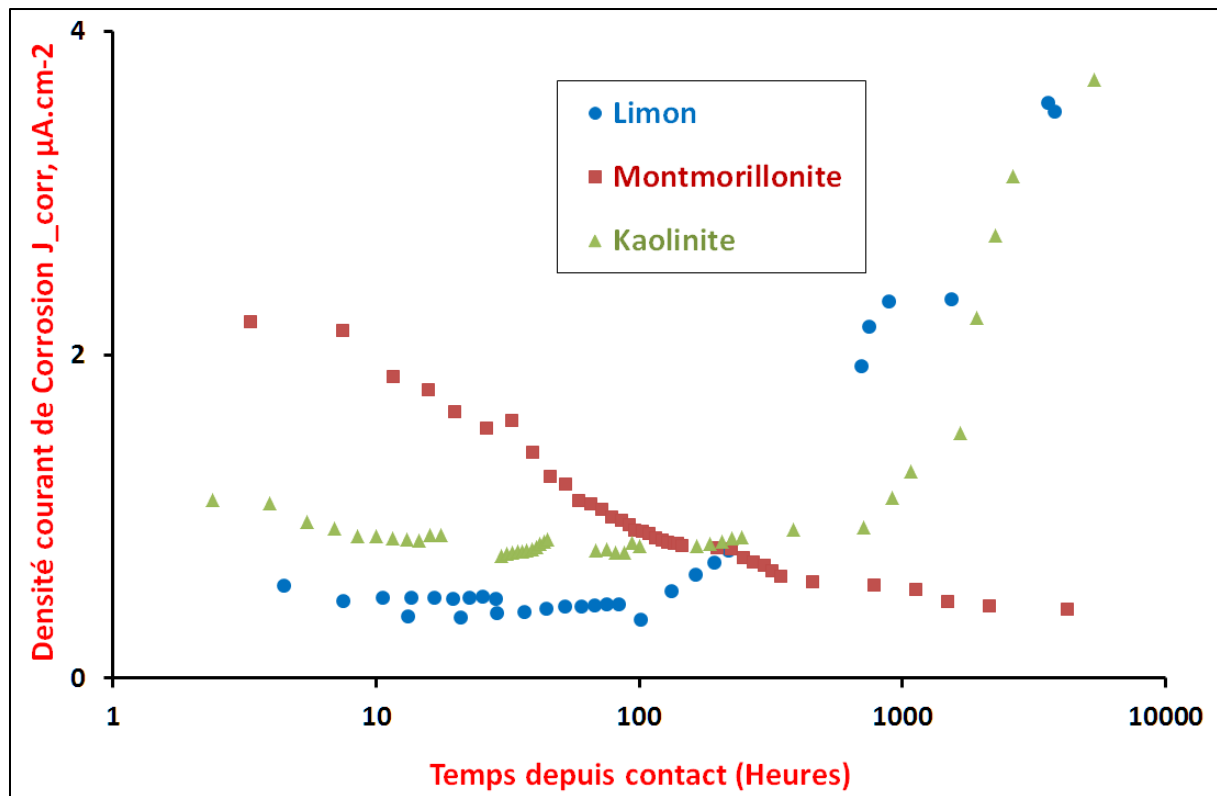


Figure 205.  $J_{corr}(t)$  ; trois systèmes superposés.

$J_{corr}$  au début du contact avec les sols examinés peut-être classé en ordre suivant Montmorillonite >> kaolinite > limon. Or, ce classement correspond à la quantité d'eau ajoutée lors de la préparation de l'échantillon. La teneur en eau initiale semble jouer un rôle important à la cinétique de corrosion de la barre d'acier pendant les premiers jours. Le moment où l'accélération de corrosion observée, quant à elle, se classe à l'inverse de  $J_{corr}$  initial. Le nombre d'essais et la durée de suivi sont insuffisants pour conclure avec certitude, mais il semble bien que la teneur en eau joue en rôle déterminant à la fois cinétique et la qualité de couche passive en hydro-oxyde.

### C-III-1.3.3. Capacité effective

La corrosion peut induire une augmentation de la surface réelle de l'électrode par une augmentation de la rugosité de surface. Pour vérifier si la variation du courant est liée à l'aire de l'électrode ou la cinétique de corrosion, nous avons comparé sur la Figure 206 la capacité de double couche. La Figure 206 regroupe la variation de la capacité effective présentée pour chaque couple acier - argile dans les paragraphes précédents.



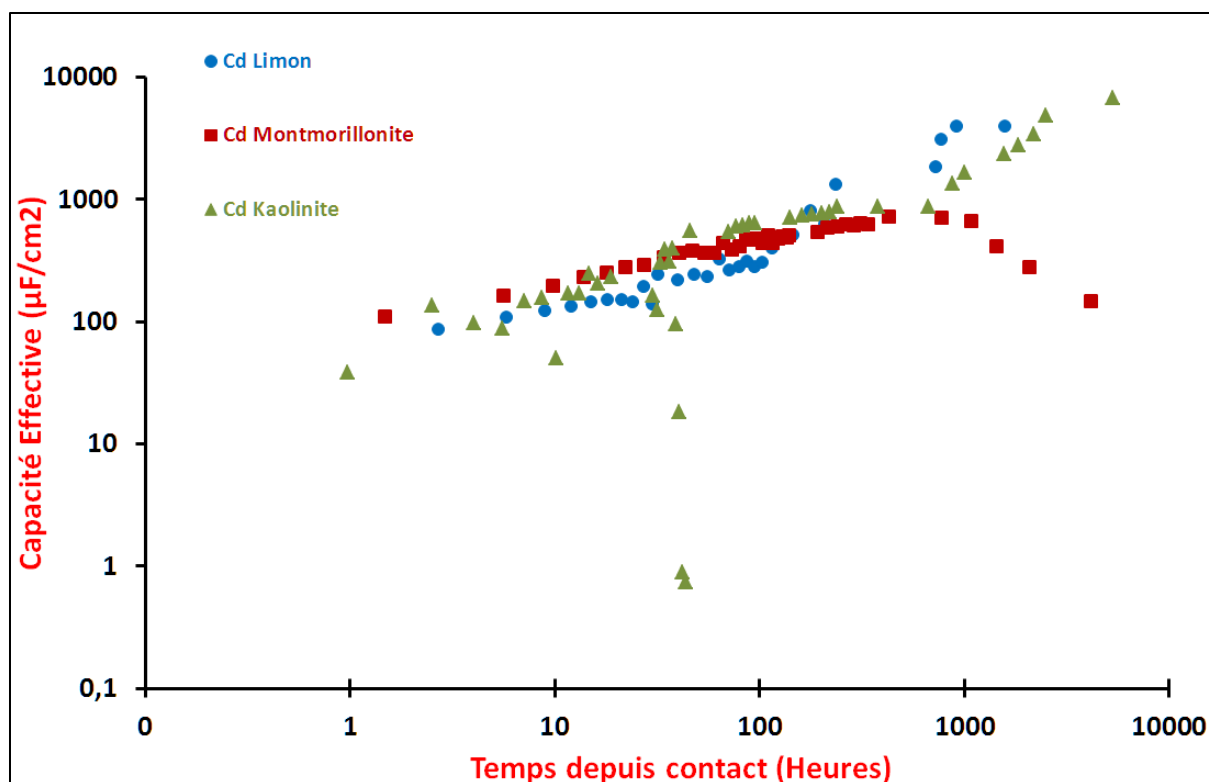


Figure 206. Capacité de double couche ; trois systèmes superposés.

On peut constater sur cette figure que les trois  $C_d$  sont similaires dans leur valeur que dans leur évolution avec le temps, jusqu'à une centaine d'heures du contact de l'acier / argile. Ils croissent linéairement dans le plan semi-logarithmique, c'est à dire leur augmentation suivent la loi exponentielle. Une certaine accélération de leur augmentation est observée lorsque  $J_{\text{corr}}$  augmente rapidement excepté dans le cas de la montmorillonite. Pour cette dernière argile, en effet on a observé une formation d'un film protecteur et relativement fin. La diminution continue de  $J_{\text{corr}}$  ainsi que  $C_d$  dans ce dernier milieu peut donc être expliquée par une formation de cette couche barrière.

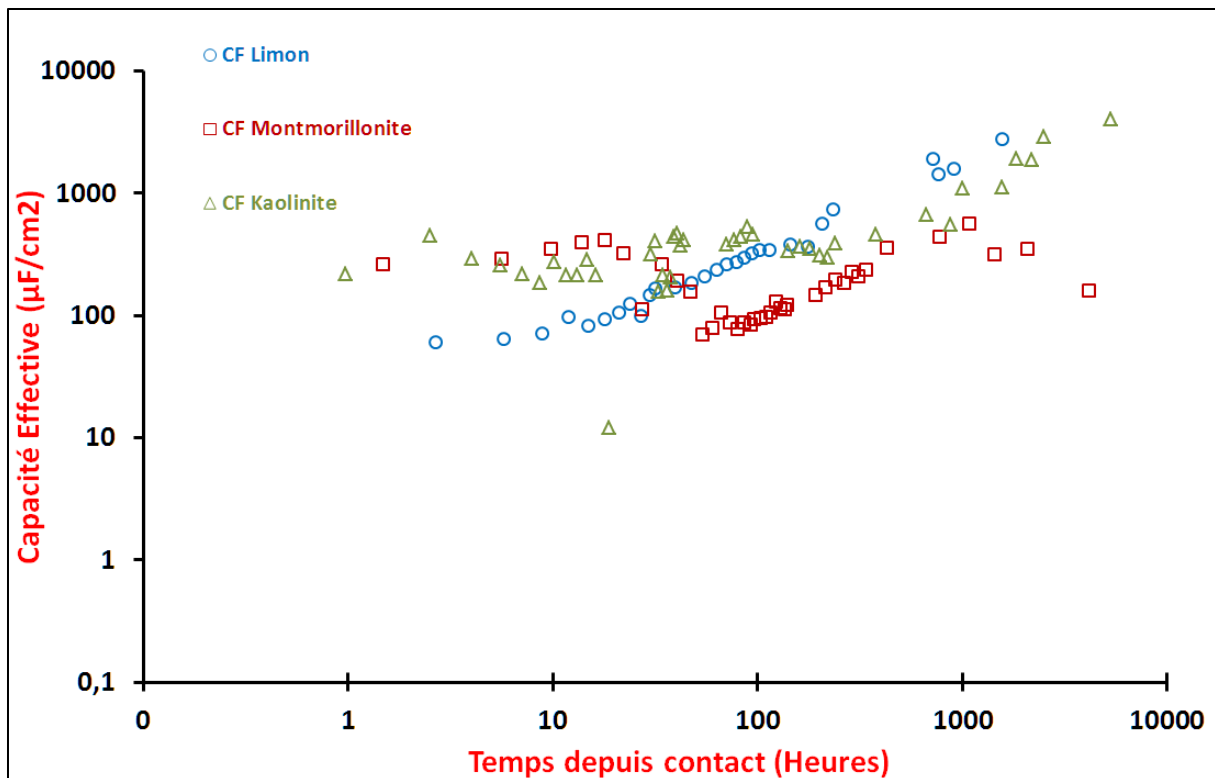


Figure 207. Capacité faradique ; trois systèmes superposés.

La Figure 207 présente la capacité faradique  $C_F$  pour les trois couples acier / argile examinés. Cette capacité donne une information sur le processus redox de l'étape 3. Plus la quantité de l'oxyde hydraté disponible pour la réaction réversible est importante, plus grande sera la valeur de  $C_F$ . Jusqu'à environ 10 heures du contact,  $C_F$  reste stable. Celui du système acier / limon est environ cinq fois faible initialement mais croît ensuite pour atteindre la valeur similaire aux deux autres milieux. Alors, au début, il y aura moins de l'hydro-oxyde dans ce milieu dont la teneur en eau est plus faible. Les étapes 1 et/ou 2 dans ce milieu seraient plus lentes. Cependant,  $C_F$  croît après cette période initiale et continue d'augmenter par la suite.

Pour la kaolinite, la valeur  $C_F$  reste stable jusqu'à environ 200 heures puis  $C_F$  augmente. Or,  $J_{\text{corr}}$  augmente aussi au-delà de ce laps de temps. Il y a donc une forte corrélation entre  $C_F$  et  $J_{\text{corr}}$  pour l'électrode d'acier en contact avec le limon.

Avec le limon, la valeur de  $C_F$  indique une augmentation continue de l'hydro-oxyde accumulé à la surface et une augmentation de  $J_{\text{corr}}$  déterminé par voltammétrie, après 200 heures du contact. La variation de  $C_F$  pour l'interface acier / montmorillonite est plus complexe. De plus nous avons constaté une diminution de  $J_{\text{corr}}$  au début du contact alors

que  $C_F$  varie peu dans ces trois systèmes. Nous allons chercher une explication de cette apparente contradiction avec la réactivité du produit de corrosion.

#### C-III-1.3.4. Résistance faradique

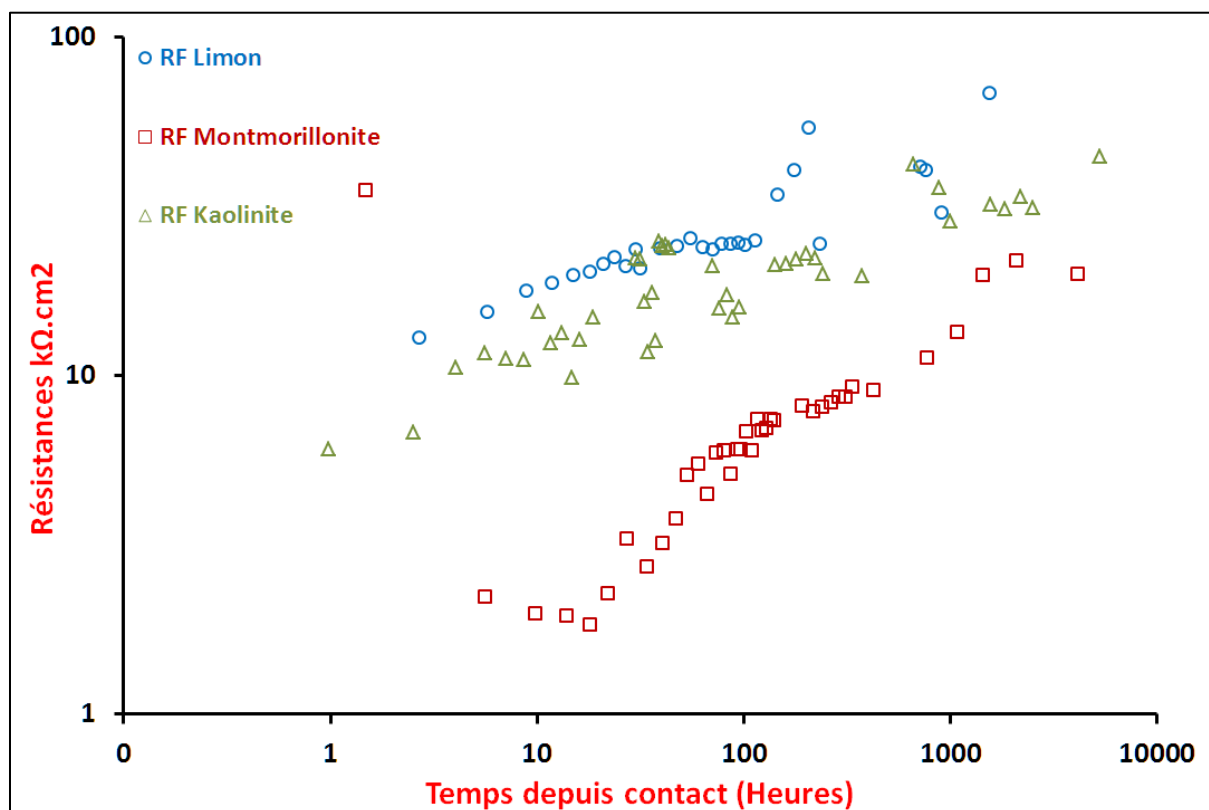


Figure 208. Résistance faradique ; trois systèmes superposés.

La Figure 208 présente la variation de  $R_F$  en fonction du temps pour les trois systèmes examinés avec différentes argiles. On peut constater que  $R_F$  est fortement corrélé avec  $J_{\text{corr}}$ , plus  $R_F$  est grande, plus forte sera la densité de courant de corrosion. Or, on constate que l'augmentation de  $R_F$  est rapide entre 24 et 100 heures pour la montmorillonite. C'est justement cette période que  $C_F$  diminue. La diminution de la réactivité rapide de l'hydroxyde conduit alors la quantité de cette espèce disponible plus faible pour la réaction redox de l'étape 3.

Pour le limon et la kaolinite, la variation de  $R_F$  et  $J_{\text{corr}}$  semble moins bien corrélée lorsqu'on a observé une augmentation  $J_{\text{corr}}$  après 200 heures pour le limon et 800 pour la kaolinite. Or, comme nous avons indiqué plus haut, la vitesse de corrosion dépend à la fois le processus anodique et celui cathodique. Le potentiel de corrosion est défini par l'égalité

de ces deux densités de courant en valeur absolue. Nous allons alors examiner la variation de EOC, mesuré juste avant le début de la voltammétrie.

### C-III-1.3.5. Variation de EOC et $E_{\text{corr}}$

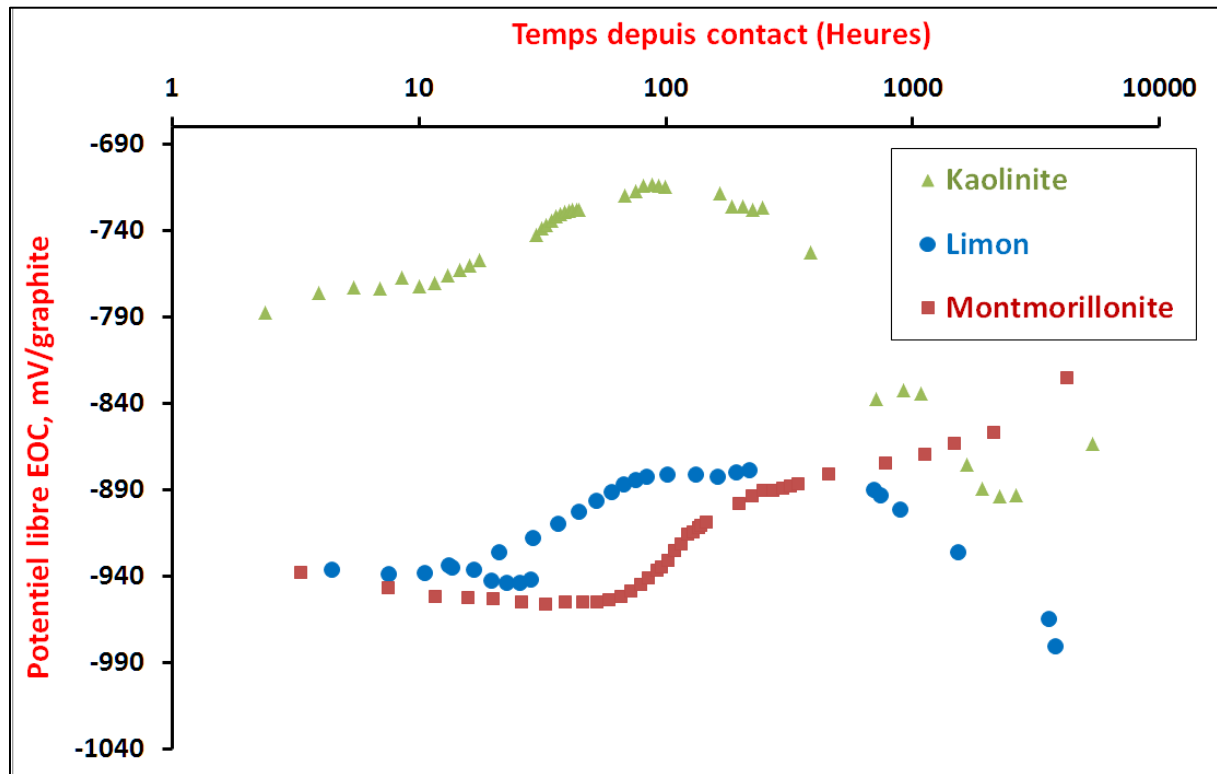


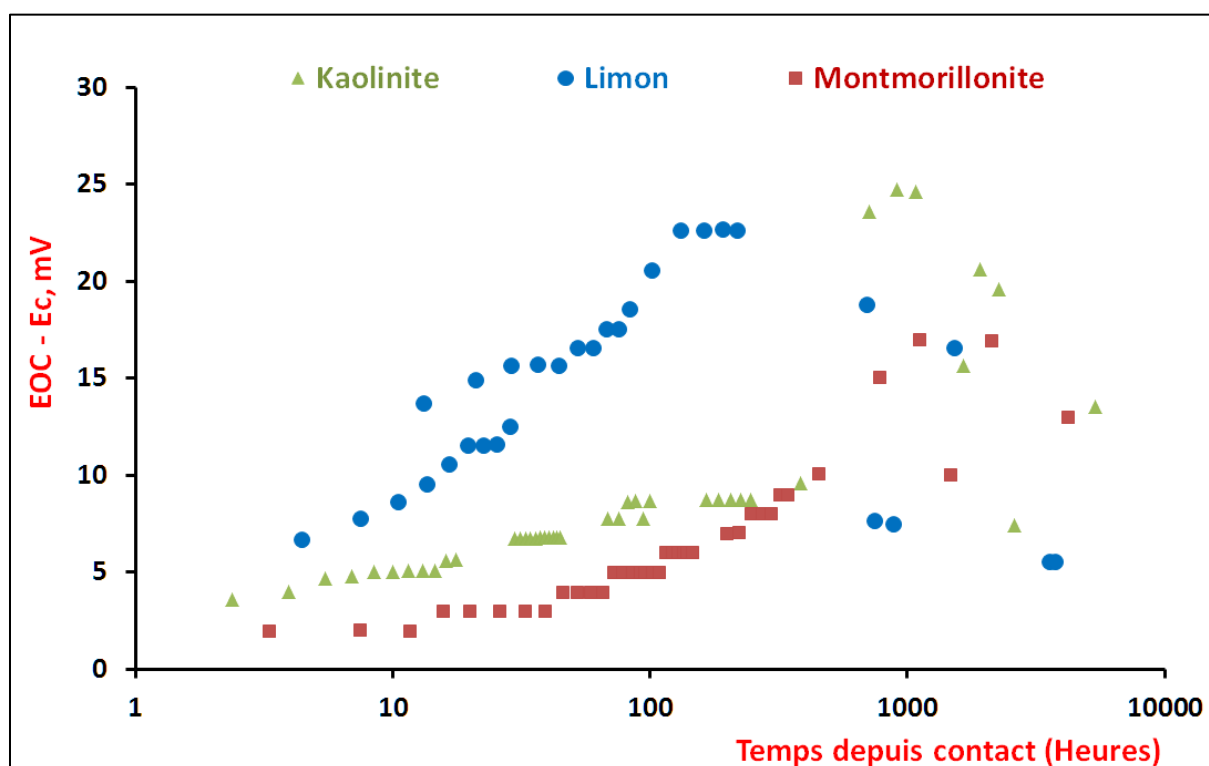
Figure 209. EOC(t) ; trois systèmes superposés.

La Figure 209 montre l'évolution de EOC. L'allure de ces courbes sont similaire bien que l'échelle de temps ne soit pas la même. D'abord, EOC reste pratiquement constant avant son déplacement vers les potentiels plus anodiques puis atteint un maximum. Pour le limon et la kaolinite où l'augmentation de  $J_{\text{corr}}$  est observée, EOC déplace vers des potentiels plus cathodiques alors que pour la montmorillonite, EOC continue de devenir plus en plus anodique.

$J_{\text{corr}}$  diminue légèrement pour le limon et la kaolinite, alors les processus anodique et cathodique ralentissent un peu dans ces deux milieux. En revanche, une nette diminution de  $J_{\text{corr}}$  est observée pour la montmorillonite alors que EOC reste stable. Par conséquent, dans cette argile, juste après le contact de l'acier avec argile, le couplage de EOC et  $J_{\text{corr}}$  indique que les deux processus diminuent rapidement. Par la suite, le potentiel EOC devient plus anodique et  $J_{\text{corr}}$  ne diminue que peu. Le processus anodique devrait donc

continuer de diminuer alors que le processus cathodique s'accélère modérément. Enfin, pour le limon et la kaolinite, on a noté une augmentation de  $J_{\text{corr}}$  correspondant à l'accélération rapide du processus anodique. Globalement, la dissolution anodique de l'acier et la réduction cathodique de  $\text{O}_2$  diminuent légèrement après en contact avec les argiles. Ensuite, la densité de courant cathodique augmente lentement alors que celle anodique continue de décroître. Enfin, d'après l'analyse de voltammogramme, le courant anodique augmente après un certain laps de temps, le processus anodique s'accélère de façon assez significative. Une lente transformation d'un hydro-oxyde de fer va donc conduire une accélération du courant.

On a constaté un écart entre EOC, le potentiel libre de corrosion et  $E_{\text{corr}}$  déterminé par le courant global nul sur le tracé voltammétrique. Nous allons voir un peu plus près l'origine de cet écart et sa conséquence sur l'estimation de  $J_{\text{corr}}$ .



De plus, l'écart est minimum pour la montmorillonite où la vitesse de corrosion est la plus rapide au début du contact, comme on peut le constater sur la Figure 205. En effet, plus  $J_{\text{corr}}$  est faible, plus l'écart ( $E_{\text{OC}}-E_{\text{corr}}$ ) est grand.

La vitesse de balayage de potentiel est relativement lente,  $1 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ , et le balayage entre le potentiel le plus cathodique à celui plus anodique se complète en 100 s. Est-ce que la stabilité de la couche d'hydro-oxyde, donc la constante de temps de relaxation est compatible avec la vitesse de balayage ? Nous allons vérifier ce point sur le paragraphe suivant.

### C-III-1.3.6. Constante de temps $R_F\cdot C_F$ et coefficient de Stern-Geary B

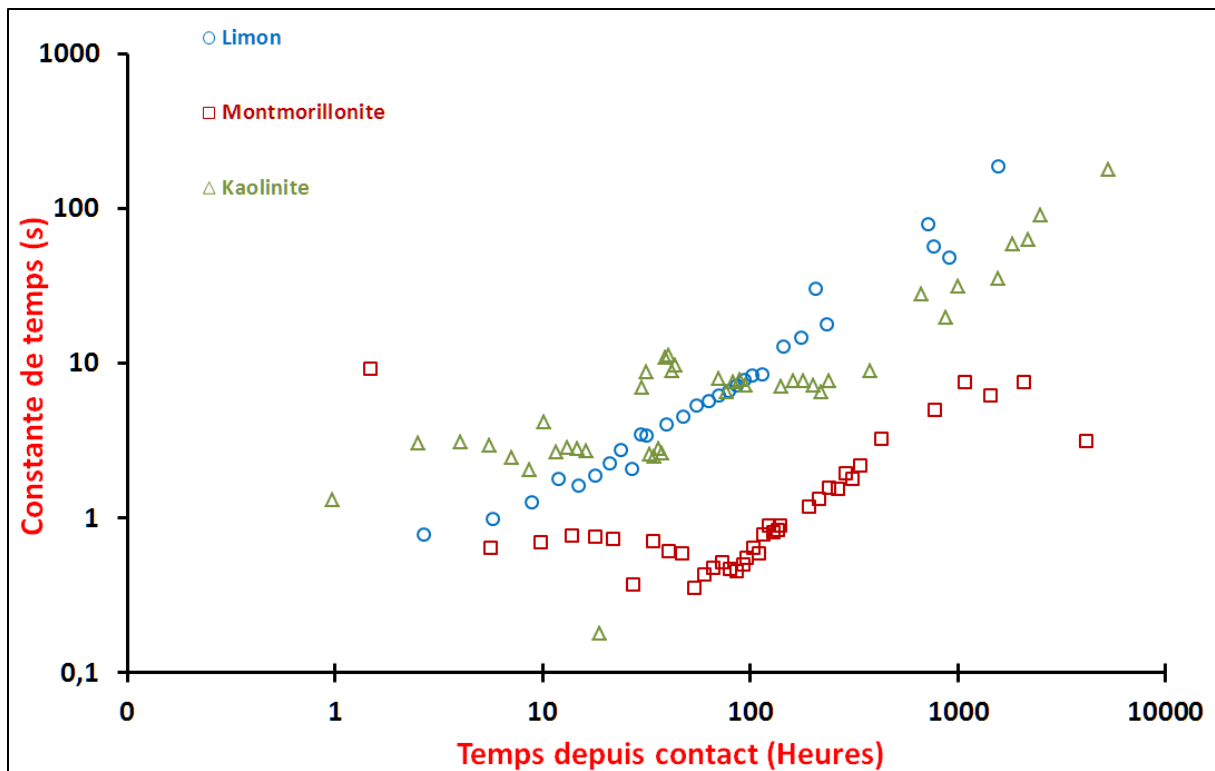


Figure 211. Constante de temps faradique  $R_F\cdot C_F$  effective

La Figure 211 montre la variation de la constante de temps de boucle capacitive en basse fréquence ; le produit  $R_F\cdot C_F$ . En comparant les figures Figure 210 et Figure 211, on constate que l'écart de potentiel ( $E_{\text{OC}}-E_{\text{corr}}$ ) augmente quand la constante de temps de la relaxation faradique croît. Pour l'acier / montmorillonite, la constante de temps ne passe pas 10 secondes, et l'écart de potentiel est le plus petit. Or, le temps de balayage de potentiel, entre les deux extrémités étant 100 s alors la constante de temps de relaxation

$R_F \cdot C_F$  dépassant 100 s n'apparaît que plus de 1000 s pour l'acier en contact avec la kaolinite, et 500 s pour le limon. La corrélation entre les données de la Figure 210 et Figure 211 semble être faible.

La densité de courant pour la charge  $J$  pour une capacité  $C$  ( $F \cdot cm^{-2}$ ) par une vitesse de balayage de potentiel de  $dE/dt$  ( $V \cdot s^{-1}$ ) peut être calculée par :

$$J = C \cdot \frac{dE}{dt} \quad (68)$$

Avec  $C_F = 1 \text{ mF} \cdot \text{cm}^{-2}$  et  $dE/dt = 1 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$ , on aura  $J = 1 \text{ } \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$ . Aussi,  $J_{\text{corr}}$  évalué par voltammétrie sera surévaluer par ce courant de charge de capacité. C'est justement cet ordre de grandeur que nous avons constaté une augmentation de  $J_{\text{corr}}$  par voltammétrie dans le cas de la kaolinite et le limon. Les données de voltammogramme sont donc biaisées par ce courant de charge de  $C_F$ . Par conséquent, c'est la mesure d'impédance qui fournit  $J_{\text{corr}}$  plus fiable.

Cependant, la vitesse de corrosion par mesure d'impédance nécessite un coefficient de Stern-Geary  $B$  [184]. Or,  $b_a$  et  $b_c$  nécessaire pour l'évaluation de  $J_{\text{corr}}$  (équation (53)) ont été déterminés par la voltammétrie, Donc ces deux paramètres seront également affectés de cet artéfact de mesure. La figure suivante donne la valeur de  $B$  pour différentes argiles en fonction du temps de contact.

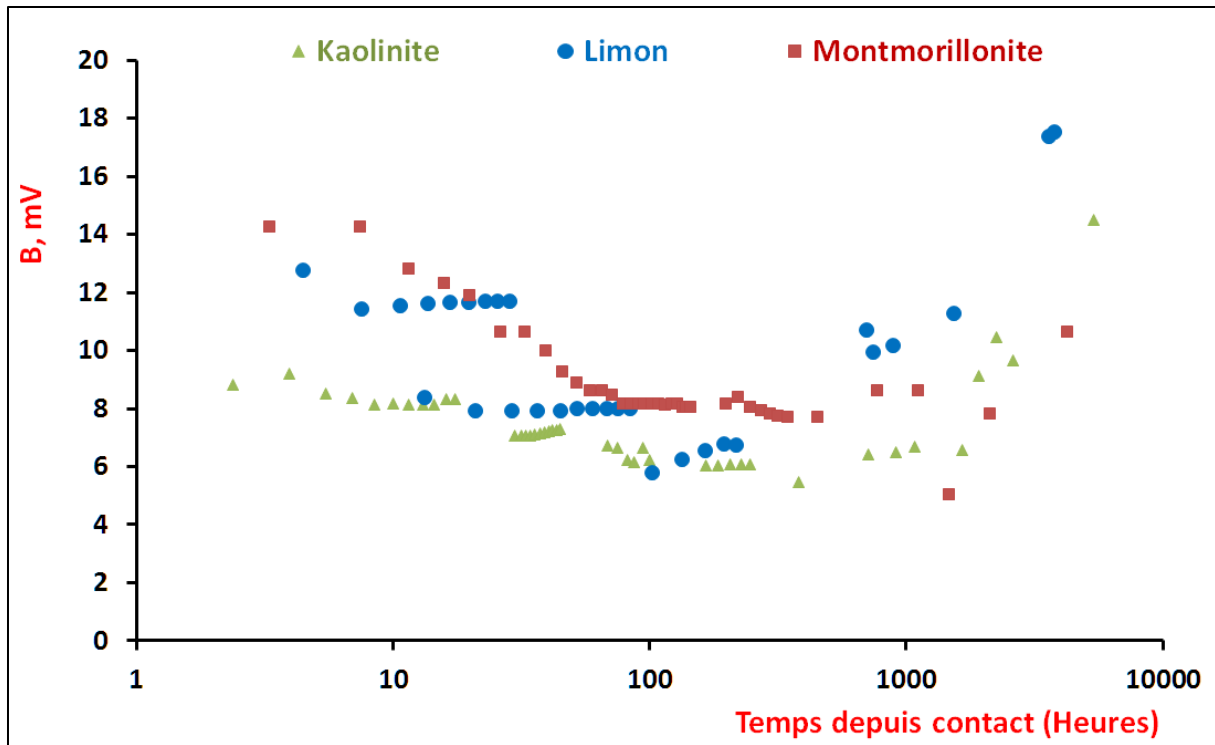


Figure 212. Coefficient de Stern-Geary  $B$  pour les trois systèmes.

Nous constatons sur cette figure que  $B$  varie entre 6 et 15 mV en éliminant les valeurs extrêmes observées. Pour la montmorillonite,  $B$  est particulièrement faible autour du temps de contact de 100 heures. A part ce cas particulier,  $B$  est comprise entre 5 et 20 mV. Donc peu d'incidence sur l'évaluation de  $J_{\text{corr}}$  par l'erreur commise sur la valeur de  $B$ . De même, la présence du courant de charge positif fait augmenter, en valeur absolue,  $b_c$  et fait diminuer  $b_a$ . L'incertitude sur l'estimation de la vitesse de corrosion  $J_{\text{corr}}$  est alors tout à fait acceptable pour un système aussi difficile.

En ce qui concerne la résistance d'électrolyte, sa valeur au début de l'essai est de 250, 2300 et 3100  $\Omega \cdot \text{cm}^2$  respectivement pour la montmorillonite, la kaolinite et le limon. Ces valeurs ne suivent pas les conductivités mesurées pour les différentes argiles (Tableau 18). En effet, la résistance d'électrolyte de la cellule cylindrique se calcule par l'équation suivante :

$$R_e = \frac{\frac{1}{K} \cdot \ln\left(\frac{R_2}{R_1}\right)}{2 \cdot \pi \cdot h} \quad (69)$$

où  $K$ ,  $R_2$ ,  $R_1$  et  $h$  représentent respectivement la conductivité du milieu, le rayon de l'électrode, la position où l'électrode de référence est placée et la hauteur du cylindre.



Dans la cellule utilisée dans cette étude, nous allons assimiler la hauteur  $h$  à la partie du cylindre en contact avec l'argile, soit 5 cm. Avec  $R_1 = 0.5$  cm,  $R_2 = 2.5$  cm, on évalue la résistance d'électrolyte respectivement de 300, 1100 et 1080  $\Omega \cdot \text{cm}^2$  respectivement pour la montmorillonite, la kaolinite et le limon. La valeur expérimentale pour la montmorillonite est plus petite que celle calculée, ce qui sera dû du fait que nous n'avons pas tenu compte des parties haute et basse du cylindre où le barreau de fer est isolé électriquement avec un ruban. Pour les deux autres argiles, les valeurs expérimentales sont plus grandes. Il devait avoir alors une transformation structurale de la pâte par vieillissement avant la première mesure de l'impédance.

#### C-III-1.3.7. Vitesse de corrosion

La variation de la vitesse de corrosion pour les trois types d'argiles évaluée à partir des données de mesure d'impédance est représentée dans la Figure 213. On remarque une variation similaire pour la kaolinite et le limon. Elle varie de 15  $\mu\text{m}/\text{an}$  à environ 2  $\mu\text{m}/\text{an}$ . La montmorillonite a une vitesse de corrosion plus élevée au début du contact. Sa vitesse de corrosion décroît de 25  $\mu\text{m}/\text{an}$  à environ 3  $\mu\text{m}/\text{an}$ .

Nous pouvons conclure que le type d'argile utilisé n'a pas une influence significative sur la vitesse de corrosion d'une barre d'acier en contact avec un sol argileux. La montmorillonite peut jouer le rôle d'un protecteur en développant une couche barrière à la surface de la barre.

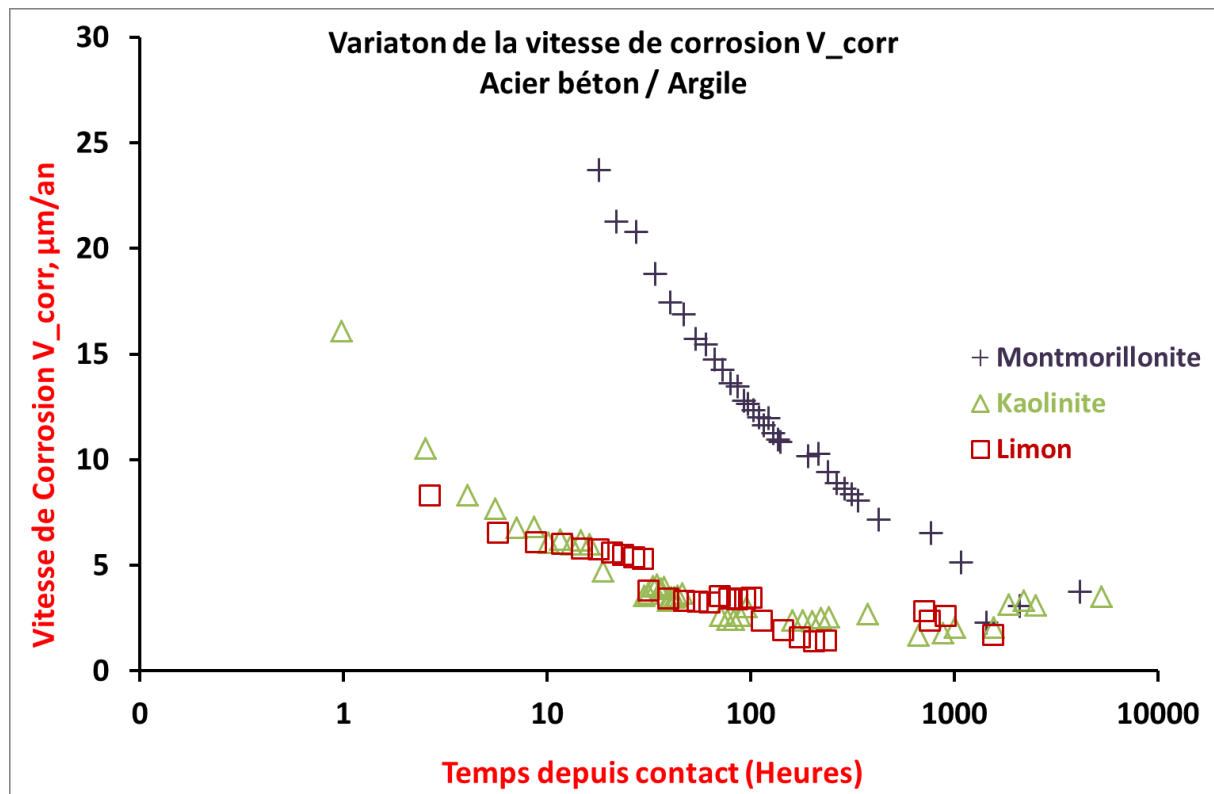


Figure 213. Variation des vitesses de corrosion des différentes familles d'argile

### C-III-2. Résultats de l'analyse macroscopique

En parallèle avec l'analyse électrochimique, nous avons entrepris la caractérisation macroscopique de la corrosion des aciers mis en contact d'une part avec un mortier de ciment servant de référence et d'autre part avec un béton à base de terre crue.

Rappelons qu'à chaque échéance une éprouvette de chaque matériau est prélevée et l'acier en est extrait. La Figure 214 montre un aperçu de l'état des barres d'acier après 428 jours d'exposition aux conditions hygrothermiques imposées. On remarque les dépôts de surface sur les barres d'acier composés d'un mélange de produits de corrosion et de matériaux des bétons.



**Figure 214. État des barres d'acier après 428 jours de maturation dans une chambre climatique**

Afin de suivre la perte de masse par corrosion des barres d'acier à différentes échéances, il est nécessaire de les nettoyer sans perte d'acier non attaqué. Différentes techniques sont en général utilisées : brossage mécanique, ponçage à la toile ou dissolution chimique des produits de corrosion.

Dans notre cas, nous avons tout d'abord tenté le ponçage à l'aide de la toile émeri. Nous nous sommes rendu compte que ce n'était pas efficace pour enlever tout le dépôt sans altérer la barre saine. Nous avons alors tenté la dissolution chimique à l'aide de l'acide chloridrique à faible concentration en lui ajoutant un inhibiteur de corrosion l'hexamine  $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ . Cette technique aussi peut se révéler peu concluante car elle attaquait aussi la barre en profondeur.

Finalement nous avons utilisé une combinaison de ces deux techniques, d'une part en ponçant délicatement la barre à l'aide de la toile sans la rayer, et d'autre part en la rinçant brièvement à l'aide d'une solution d'acide très diluée. La Figure 215 présente une barre après traitement.



*Figure 215. État de surface d'une barre d'acier nettoyée*

Une fois la barre traitée, on procède à sa pesée pour évaluer la perte de masse en fonction du temps de cure. À partir de la perte de masse et de la surface de contact, nous pouvons estimer la vitesse de corrosion à l'aide de la relation suivante :

$$V_{\text{corr}} \left( \frac{\text{cm}}{\text{an}} \right) = \frac{\Delta m}{A * \rho * t_{\text{corr}}} \quad (70)$$

Avec :

- $\Delta m$ : perte de masse en g
- A: surface de contact acier-sol en  $\text{cm}^2$
- $\rho$ : densité du métal en  $\text{g}/\text{cm}^3$
- $t_{\text{corr}}$ : temps de contact acier-sol en an

La Figure 216 présente la variation de la perte de masse (axe des ordonnées à droite) et la vitesse de corrosion (axe des ordonnées à gauche) en fonction du temps de cure dans le cas du béton de terre. On remarque une dispersion importante des points de mesure. Une valeur moyenne grossière de la vitesse de corrosion peut être autour de  $6 \mu\text{m}/\text{an}$ , valeur supérieure à celle estimée à l'aide des analyses électrochimiques.

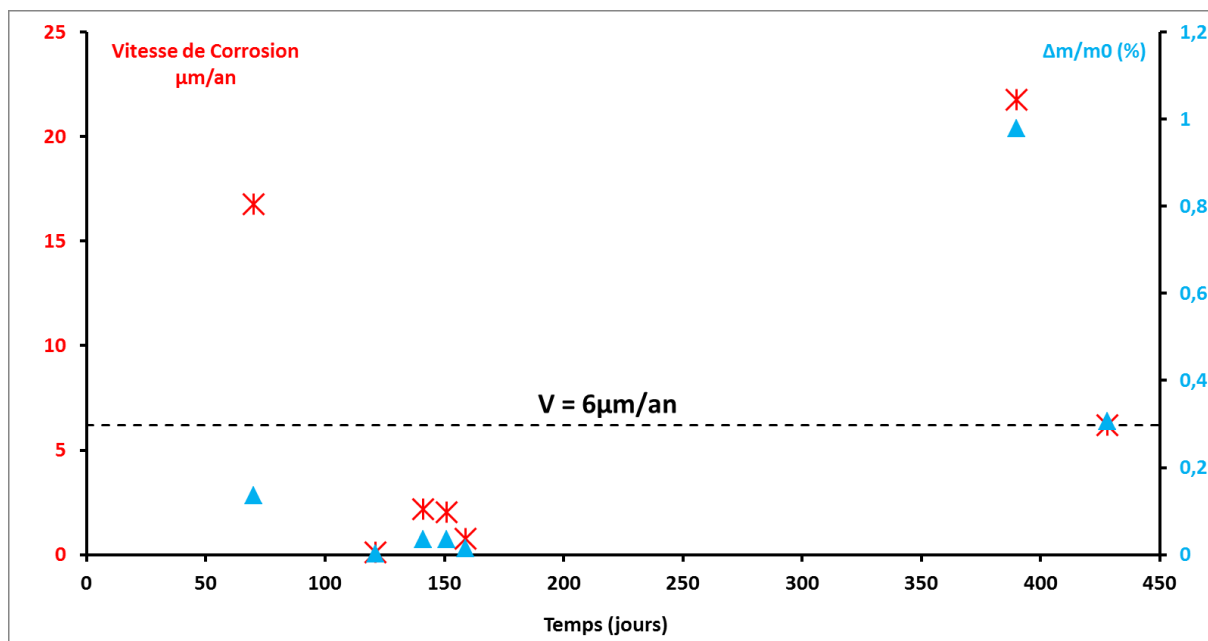


Figure 216. Variation de la vitesse de corrosion d'une barre d'acier placée dans un béton de terre en fonction du temps de contact. Résultats de l'analyse macroscopique.

## CONCLUSION DE LA PARTIE -C-

Dans cette partie nous avons étudié les interactions entre trois familles d'argile et de l'acier en adoptant une analyse électrochimique.

L'interaction de différents types d'argile en contact avec une barre d'acier lisse a été analysée par deux méthodes électrochimiques : la voltammétrie autour de EOC et les mesures de l'impédance électrochimique afin de prévoir la vitesse de corrosion et de tenter de comprendre le processus électrochimique mis en place.

Les résultats montrent qu'un film passif, nommé hydro-oxyde, est formé en quantité importante sous forme de  $\text{FeOOH} \cdot (\text{H}_2\text{O})_x$ .

Dans ce mécanisme de corrosion, la vitesse de corrosion est plus étroitement corrélée à la résistance de polarisation qu'au processus de transfert de charge. De même, la teneur en eau joue un rôle déterminant à la fois dans la cinétique et la qualité de couche passive en hydro-oxyde.

La corrosion peut induire une augmentation de la surface réelle de l'électrode par une augmentation de la rugosité de surface. Globalement, la dissolution anodique de l'acier et la réduction cathodique de  $\text{O}_2$  diminuent légèrement après un certain temps de contact avec les argiles.

La variation de la vitesse de corrosion pour les trois types d'argiles évaluée à partir des données de mesure d'impédance montre une variation similaire pour la kaolinite et le limon. Elle varie de  $15 \mu\text{m}/\text{an}$  à environ  $2 \mu\text{m}/\text{an}$ . La montmorillonite a une vitesse de corrosion plus élevée au début du contact. Sa vitesse de corrosion décroît de  $25 \mu\text{m}/\text{an}$  à environ  $3 \mu\text{m}/\text{an}$ . Le type d'argile utilisé n'a pas une influence significative sur la vitesse de corrosion d'une barre d'acier en contact avec un sol argileux. La montmorillonite peut jouer le rôle d'un protecteur en développant une couche barrière à la surface de la barre.



## CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans ce travail de thèse, nous avons tenté de traiter trois problématiques rencontrées dans les constructions utilisant des bétons à base de terre crue : (i) la compréhension des interactions physico-chimiques entre la terre crue et les liants ajoutés, (ii) la caractérisation des mécanismes du retrait et de la fissuration dus à la dessiccation, et la façon de les minimiser, (iii) l'armement du béton à base de terre afin de l'utiliser dans les éléments de structure nécessitant une résistance à la traction.

Concernant le premier point, nous avons montré que la variation de la conductivité électrique CE d'un sol traité aux liants en fonction du temps de maturation traduit les différentes phases d'évolution des interactions sol-liants depuis la phase d'échange cationique pour la chaux et l'hydratation du ciment, jusqu'à la formation des ponts de liants dus aux réactions pouzzolaniques.

La CE est un paramètre plus pertinent que le pH pour suivre les réactions chimiques qui se passent entre l'argile et le liant hydraulique. Le pH pourrait être un paramètre significatif seulement dans le cas des argiles gonflantes et réactives.

Par ailleurs, à court terme le traitement à la chaux impose la valeur de référence du pH et de la CE. En revanche, à long terme, les mélanges traités au ciment et à la chaux rejoignent le comportement de ceux traités uniquement au ciment.

Nous avons mis en évidence aussi l'effet du phasage du traitement avec des liants. En effet, le traitement préalable avec du ciment suivi d'un traitement à la chaux ne présente aucun gain en résistance. Par ailleurs, le traitement préalable avec de la chaux favorise la carbonatation qui entraîne la formation de la calcite préjudiciable à la résistance du matériau. Nous conseillons donc de traiter le sol avec de la chaux et du ciment simultanément.



Dans la seconde partie consacrée à l'étude des mécanismes de la fissuration par dessiccation de l'argile, nous avons montré que le séchage d'un sol argileux induit un retrait global homogène mais une déformation locale hétérogène, responsable de l'apparition des fissures.

L'ajout des renforts au sein de l'échantillon de sol argileux a permis de réduire le pourcentage de fissuration d'un facteur d'environ 10. Le type de renfort ajouté peut influencer la cinétique d'apparition des fissures.

L'apparition de la fissuration est la conséquence de la rupture du sol atteint par traction. Nous avons alors interprété les succions déduites des courbes de rétention en termes de contraintes capillaires. La succion au moment de l'apparition de la fissure augmente avec l'ajout des renforts, par conséquent une partie de la contrainte générée par la dessiccation est transmise aux renforts, ce qui rend le sol plus résistant à la traction. Par ailleurs nous avons montré qu'on pouvait localiser la fissuration à l'aide d'inclusion introduite lors du coulage.

Le traitement du sol avec des liants n'a pas permis de minimiser de manière significative la densité de fissuration. En revanche, l'ajout des granulats de béton recyclé a permis de réduire le retrait global et améliore la résistance à la compression simple. L'ajout d'un superplastifiant, réducteur d'eau de gâchage, réduit l'apparition de fissures en augmentant le retrait global de l'échantillon et en réduisant la déformation locale au sein de l'échantillon.

L'interaction de différents types d'argile en contact avec l'acier traitée dans la troisième partie du manuscrit, a été analysée avec deux méthodes électrochimiques : la voltammétrie autour de EOC et les mesures de l'impédance électrochimique afin de prévoir la vitesse de corrosion et de tenter de comprendre le processus électrochimique mis en place. Les résultats montrent qu'un film passif, nommé hydro-oxyde, est formé en quantité importante sous forme de  $\text{FeOOH} \cdot (\text{H}_2\text{O})_x$ .

Dans ce mécanisme de corrosion, la vitesse de corrosion est plus étroitement corrélée à la résistance de polarisation qu'au processus de transfert de charge. De même, la teneur en eau joue un rôle déterminant à la fois cinétique et aussi sur la qualité de la couche passive en hydro-oxyde.

La variation de la vitesse de corrosion pour les trois types d'argiles évaluée à partir des données de mesure d'impédance montre une variation similaire pour la kaolinite et le limon. Elle varie de 15  $\mu\text{m}/\text{an}$  à environ 2 $\mu\text{m}/\text{an}$ . La montmorillonite a une vitesse de corrosion plus élevée au début du contact. Sa vitesse de corrosion décroît de 25  $\mu\text{m}/\text{an}$  à environ 3  $\mu\text{m}/\text{an}$ . Le type d'argile utilisé n'a pas une influence significative sur la vitesse de corrosion d'une barre d'acier en contact avec un sol argileux. La montmorillonite peut jouer le rôle d'un protecteur en développant une couche barrière à la surface de la barre.



## Quelques perspectives...

Concernant l'analyse de la fissuration, il serait intéressant d'arriver à quantifier d'une manière plus précise les efforts internes générés par la dessiccation, et les corrélés d'une manière plus précise à la succion. Dans ce sens, l'adaptation aux bétons à base de terre crue de l'essai à l'anneau (Ring Test), habituellement utilisé pour la caractérisation de la fissuration des mortiers de ciment, est une bonne approche que nous avons commencé à mettre en place au laboratoire.

Concernant les interactions argiles-acier, il serait intéressant d'étudier ces interactions dans des conditions plus agressives afin de se rapprocher des conditions réelles d'une construction en béton de terre crue soumise à des agents agressifs tel que les chlorures (problématique rencontrée dans les constructions en béton de ciment classique).

Concernant les interactions physico-chimiques liées au traitement aux liants, la diffractométrie Rayons-X constitue un excellent traceur des éléments résultant de ces interactions. Cependant, la complexité de leur identification nécessite une maîtrise approfondie de l'outil. D'où la nécessité de confirmer à l'aide de plusieurs essais la reproductibilité des observations.



## Références Bibliographiques

- [1] CRAterre, «CRAterre,» [En ligne]. Available: <http://craterre.org/>.
- [2] Q. Bui, S. Hans, J. Morel et A. Do, «First exploratory study on dynamic characteristics of rammed earth buildings,» *Engineering Structures*, vol. 33, n° 112, pp. 3690-3695, 2011.
- [3] Q. Bui, J. Morel, S. Hans et P. Walker, «Effect of moisture content on the mechanical characteristics of rammed earth,» *Construction and Building Materials*, vol. 54, pp. 163-169, 2014.
- [4] D. Gallipoli, A. Bruno, C. Perlot et J. Mendes, «Terre crue compactée à haute pression et méthodes de stabilisation: propriétés mécaniques, hydriques et durabilité,» chez *Constructions en terre crue: avancées scientifiques*, Chambéry, 2016.
- [5] A. Laborel-Préneron, J. Aubert, C. Magniont et A. Bertron, «propriétés mécaniques et hygrothermiques de briques biosourcées à base de terre crue pour des constructions durables,» chez *Constructions en terre crue: avancées scientifiques*, Chambéry, 2016.
- [6] T. Phung, M. Le Guern et M. Boutouil, «Influence des fibres et de la teneur en eau sur les performances mécaniques de la bauge,» chez *Constructions en terre crue: avancées scientifiques*, Chambéry, 2016.
- [7] F. fouchal, F. Gouny, P. Maillard, L. Ulmet et S. Rossignol, «Experimental evaluation of hydric performances of masonry walls made of earth bricks,

- geopolymer and wooden frame,» *Construction and Building Materials*, vol. 87, pp. 234-2343, 2015.
- [8] D. Medjelekh, L. Ulmet et F. Dubois, «Effet du comportement thermo-hydrrique de l'enveloppe hygroscopique sur le confort thermique de l'habitat: cas de la terre et de la paille,» chez *CIFQ*, Reims, 2013.
- [9] L. Soudani, A. Fabbri, M. Woloszyn, A. Grillet et J. Morel, «Evaluation énergétique de murs en pisé à partir de mesures sur site,» chez *Constructions en terre crue: avancées scientifiques*, Chambéry, 2016.
- [10] R. Nabouch, Q. Bui, N. Prime, P. Perrotin, O. Plé, C. Poinard, T. Goldin et J. Plassiard, «Performance parasismique de murs en pisé: évaluation par la poussée progressive,» chez *Constructions en terre crue: avancées scientifiques*, Chambéry, 2016.
- [11] S. Caillère, S. Henin et M. Rautureau, *Minéralogie des argiles : Classification et nomenclature (Tome 2)*, vol. 2, Paris: Masson, 1982.
- [12] A. Bouchet, A. Meunier et P. Sardini, *Minéraux argileux : structure cristalline, identification par diffraction de rayons X*, Pau: Elf Exploration, 2000.
- [13] M. Gautier, «Interactions entre argile ammonie et molécules organiques dans le contexte du stockage des déchets.,» Thèse de doctorat Université d'Orléans, 2008.
- [14] A. Lasledj, «Traitement des sols argileux à la chaux: processus physico-chimique et propriétés géotechniques,» Thèse de l'Université d'Orléans, Orléans, 2009.

- [15] S. Caillère, S. Henin et M. Rautureau, *Minéralogie des argiles : structure et propriétés* (Tome 1), Paris: Masson, 1982.
- [16] C. Fontaine, *Cristallochimie, Minéralogie et Origine des Argiles*, Poitiers, 2014 c.
- [17] K. L. Konana, «Interactions entre des matériaux argileux et un milieu basique riche en calcium,» Thèse de l'Université de Limoges, Limoges, 2006.
- [18] A. Hibouche, "Sols traités aux liants. Performances hydro-mécaniques et hygrothermiques. Applications en BTP," Le Havre, 2013.
- [19] «U.S. Department of Transportation Highway Administration,» 2009. [En ligne]. Available: <http://www.fhwa.dot.gov/>.
- [20] L. Saussaye, *Traitement des sols aux liants hydrauliques: aspects géotechniques et physico-chimiques des perturbations de la solidification*, Caen: Thèse de l'Université de Caen Basse Normandie, 2012.
- [21] N. Cabane, «Sols traités à la chaux et aux liants hydrauliques: contribution à l'identification et à l'analyse des éléments perturbateurs de la stabilisation.,» Thèse de l'Ecole National Supérieur des Mines, Saint étienne, 2004.
- [22] S. Diamond et E. Kinter, «Mechanisms of soil-lime stabilization,» *Highway Research Record*, n° 192, pp. 83-102, 1965.
- [23] J. Eades et R. Grim, «A quick test to determine lime requirements for soil stabilization.,» *Highway Research Record*, n° 1139, pp. 61-72, 1966.



- [24] J. Locat, H. Tremblay et S. Lerouel, «Mechanical and hydraulic behavior of a soft inorganic clay treated with lime,» *Canadian Geotechnical Journal*, vol. 33, n° 14, pp. 654-669, 1996.
- [25] S. Khattab, «Etude multi-échelles d'un sol argileux plastique traité à la chaux,» Thèse de l'Université d'Orléans, Orléans, 2002.
- [26] J. Locat, B. André et M. Choquette, «Laboratory investigations on the lime stabilization of sensitive clays: shear strength development,» *Canadian Geotechnical Journal*, vol. 27, pp. 294-304, 1990.
- [27] F. Bell, «Lime stabilization of clay minerals and soil,» *Engineering Geology*, vol. 42, n° 14, pp. 223-237, 1996.
- [28] G. Hill et D. D.T., «Lime fixation in clayey soils,» *Highway Research Board Bulletin*, n° 1262, pp. 20-32, 1960.
- [29] H. Clara et R. Handy, «Characteristics of lime retention by montmorillonitic clays,» *Highway Research Record*, n° 129, pp. 55-69, 1963.
- [30] J. Eades et R. Grim, «Reaction of hydrate lime with pure clay minerals in soil stabilization,» *Highway Research Board Bulletin*, n° 1262, pp. 51-63, 1960.
- [31] W. Ormsby et E. Kinter, «Strength development and reaction products in lime-montmorillonite-water systems.,» *Public Roads*, vol. 37, n° 14, pp. 136-148, 1973.
- [32] J. Cabrera et C. Nwakanma, «Pozzolanic activity and mechanism of reactions of red tropical soil-lime systems.,» *Transportation Research Record*, n° 1702, pp. 199-207, 1979.

- [33] M. Arabi et W. S., «Microstructural development in cured soil-lime composites.,» *Journal of material science*, vol. 21, pp. 497-503, 1986.
- [34] S. Wild, M. Arabi et G. Leng-Ward, «Soil-lime reaction and microstructure development at elevated temperature.,» *Clay Minerals.*, vol. 21, pp. 279-292, 1986.
- [35] A. Basma et E. Tuncer, «Effect of lime on volume change and compressibility of expansive clays.,» *Transportation research record*, n° %11295, pp. 52-61, 1990.
- [36] G. Rajasekaran et R. S. Narasimha, «The microstructure of lime-stabilization marine clay.,» *Ocean Engineering.*, vol. 24, n° %19, pp. 867-878, 1997.
- [37] M. Arabi et S. Wild, «Property changes induced in clay soils when using lime stabilization.,» *Municipal Engineer*, vol. 6, pp. 85-99, 1989.
- [38] GTS Guide Technique, «Traitement des sols à la chaux et/ou liants hydrauliques,» LCPC-SETRA, 2000.
- [39] S. Rao et P. Shivananda, «Role of curing temperature in progress of lime-soil reactions.,» *Geotechnical and Geological Engineering*, vol. 23, n° %11, pp. 79-85, 2005.
- [40] D. Boardman, S. Glendinning et C. Rogers, «Development of stabilization and solidification in lime-clay mixes,» *Géotechnique*, pp. 533-543, 2001.
- [41] H. Houben et H. Guillaud, EAG-CRATERre: Traité de construction en terre, Editions Parenthèses, 2006.

- [42] S. Ola, «The potentials of lime stabilization of lateritic soils.,» *Engineering Geology*, vol. 11, pp. 305-317, 1977.
- [43] Y. Guney, D. sari, M. Cetin et M. Tuncan, «Impact of cyclic wetting-drying on swelling behavior of lime-stabilized soil,» *Building and Environment*, vol. 42, pp. 681-688, 2007.
- [44] A. Delfault, «Traitement à la chaux vive et au ciment des argiles plastiques du Sparnacien et de la région parisienne: étude de laboratoire,» *LCPC*, n° 1169, pp. 16-20, 1990.
- [45] M. Afès et G. Didier, «Stabilization of expansive soils: the case of clay in the area of Mila (Algeria),» *Bulletin of Engineering Geological Environment*, vol. 59, n° 11, pp. 75-83, 2000.
- [46] Z. Nalbantoglu et E. Tuncer, «Compressibility and hydraulic conductivity of chemically treated expansive clay,» *Canadian Geotechnical Journal*, vol. 38, pp. 154-160, 2001.
- [47] A. Al-Rawas, A. Hago et H. Al-Sarmi, «Effect of lime, cement and Sarooj (artificial pozzolan) on the swelling potential of an expansive soil from Oman.,» *Building and Environment*, vol. 40, n° 15, pp. 681-687, 2005.
- [48] N. Attoh-Okine, «Lime treatment of laterite soils and gravels,» *Construction and Building Materials*, vol. 9, n° 15, pp. 283-287, 1995.
- [49] N. Maubec, «Approche multi-échelle du traitement des sols à la chaux. Eudes des interactions avec les argiles,» Thèse de l'Université de Nantes, Nantes, 2010.

- [50] W. Bragg, «The Reflection of X-rays by Crystals.,» *Nature*, vol. 91, n° 1477, 1913 c.
- [51] C. Fontaine, «LA DIFFRACTION DES RAYONS X APPLIQUEE A LA CARACTERISATION DES ARGILES,» Cours de l'Université de Poitiers, 2014.
- [52] W. Bragg et W. Bragg, «The reflection of X-Rays by Crystals,» chez *Proceedings of the Royal Society of London*, A88, Londres, 1913.
- [53] W. Bragg, «The structure of some crystals as indicated by their diffraction of X-rays.,» chez *Proceedings of the Royal Society of London*, Londres, 1913 b.
- [54] J. Biarez et J. Favre, «Parameters filling and statistical analysis of data in soils mechanics.,» chez *2nd I.C.A.S.P. Aachen*, 1975.
- [55] X. Wei, Etude micro-macro de la fissuration des argiles soumises à la dessiccation. Phd Thesis, Paris: Ecole Centrale de Paris, 2014.
- [56] T. Hammad, «Comportement des sédiments marins de grande profondeur: approche multiéchelle,» Thèse de l'Ecole Centrale de Paris, Paris, 2010.
- [57] Lafarge Ciments, «Fiche produit technique CEM I 52.5 N CE CP2 NF,» Le Havre, 2011.
- [58] K. Terzaghi, R. Peck et G. Mesri, *Soil mechanics in engineering practice*, 3e éd., New York: John Wiley and Sons, 1996.
- [59] J. Kodikara, S. Barbour and D. Fredlund, "Desiccation craking in soils," in *Asian conference on unsaturated soils*, Rotterdam, 2000.

- [60] J. Mitchell and K. Soga, *Fundamentals of soil behaviour*, 3e ed., New Jersey: John Wiley and Sons, 2005, p. 577.
- [61] J. Eid, S. Taibi, J. M. Fleureau et M. Hattab, «Drying, cracks and shrinkage evolution of a natural silt intended for a new earth building material. Impact of reinforcement,» *Construction and Building Materials*, vol. 86, pp. 120-132, 2015.
- [62] F. Mathieu, F. Hild et S. Roux, «Fatigue crack propagation law measured from integrated digital image correlation: the example of Ti35 thin sheets.,» *Procedia Engineering*, vol. 10, pp. 1091-1096, 2011.
- [63] B. Pan, K. Qian et H. A. A. Xie, «Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review.,» *Measurement Science Technologie*, vol. 20, 2009.
- [64] T. Chu, W. Ranson, M. Sutton et W. Peters, «Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics,» *Experimental Mechanics*, vol. 25, n° 13, pp. 232-244, 1985.
- [65] H. Bruck, S. McNeill, M. Sutton et W. Peters III, «Digital image correlation using Newton-Raphson method of partial differential correction,» *Experimental Mechanics*, vol. 29, n° 13, pp. 261-267, 1989.
- [66] E. Verhulp, B. Rietbergen et R. Huiskes, «A three-dimensional digital image correlation techniques for strain measurements in microstructure.,» *J. biomech.*, vol. 37, n° 19, pp. 1313-1320, 2003.
- [67] S. Marcelo, A. Alvis, K. Sewon, R. Enrique and Z. Marcin, "Exploring desiccation cracks in soils using a 2D profile laser device," *Acta Geotechnica*, 2013.

- [68] X. Wein, M. Hattab, P. Bompard et J.-M. Fleureau, «Highlighting some mechanisms of crack formation and propagation in clays on drying-path,» *Géotechnique*, 2015.
- [69] A. Amarasiri, J. Kodikara and S. Costa, "DP-LOG: un langage logique data-parallel," in *Actes des 6e journée francophones de programmation logique et programmation par contraintes JFPLC'97*, Orléans, 1997.
- [70] A. Amarasiri, J. Kodikara and S. Costa, "Numerical modelling of desiccation cracking," *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, vol. 35, no. 1, pp. 82-96, 1994.
- [71] N. Lecocq and N. Vandewalle, "Dynamics of crack opening in a onedimensional desiccation experiment," *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, vol. 321, pp. 431-441, 2003.
- [72] H. Peron, T. Hueckel, L. Laloui and L. Hu, "Fundamentals of desiccation cracking of fined grained soils: experimental characterisation and mechanisms identification," *Canadian Geotechnical Journal*, vol. 46, no. 1, pp. 1177-1201, 2009.
- [73] F. Mbemba, "Evaluation de la dessiccation, du retrait et de la fissuration de matériaux silteux peu plastiques," Montréal, 2010.
- [74] S. Costa, J. Kodikara et I. Thusyanthan, «Modelling of Desiccation Crack Development in Clay Soils,» chez *The 12th International Conference of International Association for Computer Methods and Advances in Geomechanics*, Goa, India, 2008.

- [75] H. Péron, «Desiccation cracking of soils,» Doctoral Dissertation, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2008.
- [76] A. Corte et A. Higashi, «Experimental research on desiccation cracks in soil.,» Corps of Engineers, Wilmette, Illinois, U.S.A., 1960.
- [77] C.-S. Tang, B. Shi, C. Liu, W.-B. Suo et L. Gao, «Experimental characterization of shrinkage and desiccation cracking in thin clay layer,» *Applied Clay Science*, vol. 52, n° 11-2, pp. 69-77, 2011.
- [78] A. Krishnaya, Z. Eisenstein et N. Morgenstern, «Behavior of compacted soil in tension,» *J. Geotech. Eng. Div.*, vol. 100, pp. 1051-1061, 1974.
- [79] G. Leonards et J. Narain, «Flexibility of clay and cracking of earth dams,» *J. Soil Mech. Found. Div.*, vol. 89, pp. 47-98, 1963.
- [80] G. Avila, «Study of shrinkage and cracking of clays-Application to clay in Bogota.,» Doctoral Dissertation, Spain, 2004.
- [81] D. Croney et J. Coleman, «Soil structure in relation to soil suction,» *Journal of soil science*, vol. 5, n° 11, pp. 75-84, 1954.
- [82] J. Fleureau, S. Kheirbek-Saoud, R. Soemitro and S. Taibi, "Behavior of clayey soils on drying-wetting paths,," *Canadian Geotechnical Journal*, vol. 30, no. 2, pp. 287-296, 1993.
- [83] H. Shin et J. Santamarina, «Desiccation cracks in saturated fine-grained soils: particle-level phenomena and effective-stress analysis.,» *Géotechnique*, vol. 61, n° 11, pp. 961-972, 2011.

- [84] J. Kodikara et S. Costa, «Desiccation cracking in clayey soils: Mechanisms and modelling. Multiphysical Testing of Soils and Shales.,» *Springer Series in Geomechanics and Geoengineering*, pp. 21-32, 2013.
- [85] S. Costa, J. Kodikara et B. Shannon, «Salient factors controlling desiccation cracking of clay in laboratory experiments,» *Géotechnique*, vol. 63, pp. 18-29, 2013.
- [86] S. Costa, «Study of desiccation cracking and fracture properties of clay soils,» PhD Dissertation, Monash University, 2009.
- [87] A. Griffith, «The phenomena of Rupture and Flow in Solids,» *Trans. Royal Soc. of London*, vol. A, n° 1221, pp. 163-198, 1921.
- [88] H. Nahlawi et J. Kodikara, «Laboratory experiments on desiccation cracking of thin soil layers,» *Journal of Geotech. Geol. Engng*, vol. 24, n° 16, pp. 1641-1664, 2006.
- [89] P. Morris, J. Graham et D. Williams, «Cracking in drying soils,» *Canadian Geotechnical Journal*, vol. 29, pp. 262-277, 1992.
- [90] C. Tang and Y. Cui, "Experiment evidence on the temperature dependence of desiccation cracking behavior of clayey soils," *Engineering Geology*, vol. 114, pp. 261-266, 2010.
- [91] C. Tang, B. Shi, C. Liu, L. Zhao et B. Wang, «Influencing factors of geometrical structure of surface shrinkage cracks in clayey soils,» *Engineering Geology*, vol. 101, pp. 204-217, 2008.



- [92] H. Vogel, H. Hoffmann et K. Roth, «Studies of crack dynamics in clay soil: I. Experimental methods, results, and morphological quantification,» *Geoderma*, vol. 125, n° 13-4, pp. 203-211, 2005.
- [93] R. Cauley et T. Kennedy, «Improved tensile strength for cement-treated bases and sub-bases,» Center of Highway Res., Texas, 1972.
- [94] P. Prat et Z. Bazant, «Tangential stiffness of elastic materials with system of growing or closing cracks,» *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 45, n° 14, pp. 611-636, 1997.
- [95] P. Prat, A. Ledesma et L. Cabeza, «Drying and cracking of soils: numerical modeling,» chez *8th international conference on numerical models in geomechanics NUMOG VIII*, Rome, Italy, 2002.
- [96] V. Gribniak, K. Gintaris et D. Bacinskas, «Shrinkage in reinforced concrete structures: a computational aspect,» *Journal of civil engineering and management*, vol. 14, n° 11, pp. 49-60, 2008.
- [97] «The Concrete Portal,» [En ligne]. Available: [http://www.theconcreteportal.com/dimen\\_shrink.html](http://www.theconcreteportal.com/dimen_shrink.html). [Accès le 2016].
- [98] I. Jaoudi, «Etude numérique et expérimentale du retrait endogène de la pâte de ciment au jeune âge,» Thèse de doctorat de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Lausanne, 2008.
- [99] T. Nawa et T. Horita, «Autogenous shrinkage of high-performance concrete,» chez *Proceeding of the international Workshop on Microstructure and Durability to predict Service Life of concrete Structures*, Sapporo, Japan, 2004.

- [100] K. Silliman et C. Newston, «Effect of misting rate on concrete shrinkage,» chez *Proceedings of HPC: Build Fast, Build to Last- Concrete Bridge Conference*, Reno, Nevada, 2006.
- [101] K. Sakata et T. Shimomura, «Recent progress in research on and evaluation of concrete creep and shrinkage in Japan,» *Journal of Advanced Concrete Technology*, vol. 2, n° 12, pp. 133-140, 2004.
- [102] P. Chowdhary et R. K. Sharma, «Effect of relative humidity on creep-shrinkage behaviour of composite tall buildings,» *Latin American Journal of Solids and Structures*, vol. 10, n° 13, 2013.
- [103] I. Soroka, *Portland Cement Paste and Concrete*, Macmillan Education UK, 1979.
- [104] R. L'Hermite, «Volume changes of concrete,» chez *Fourth International symposium on chemistry of cement*, Washington D.C., 1960.
- [105] R. V. Silva, J. de Brito et R. K. Dhir, «Prediction of the shrinkage behavior of recycled aggregate concrete: a review,» *Construction and Building Materials*, vol. 77, pp. 327-339, 2015.
- [106] V. Corinaldesi et G. Moriconi, «Influence of mineral additions on the performance of 100% recycled aggregate concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 23, n° 18, pp. 2869-2876, 2009.
- [107] D. Morgan, «Possible mechanisms of influence of admixtures on drying shrinkage and creep in cement paste and concrete,» *Matériaux et constructions*, vol. 7, n° 140, 1974.

- [108] G. Avila, A. Ledesma et A. Lloret, «One-dimensional cracking model in clayey soils,» chez *18th International Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering*, Paris, 2013.
- [109] H. Vogel, H. Hoffmann et K. Roth, «Studies of crack dynamics in clay soil ii. a physically based model for crack formation,» *Geoderma*, vol. 125, n° 13-4, pp. 213-223, 2005.
- [110] J. Sima, M. Jiang et C. Zhou, «Numerical simulation of desiccation cracking in a thin clay layer using 3D discrete element modeling,» *Computers and Geotechnics*, vol. 56, pp. 168-180, 2014.
- [111] Y. Gui, Z. Zhao, J. Kodikara, H. H. Bui et S. Yang, «Numerical modelling of laboratory soil desiccation cracking using UDEC with a mix-mode cohesive fracture model,» *Engineering Geology*, vol. 202, pp. 14-23, 2016.
- [112] Sika France, «Notice technique Sika Viscocrete Tempo 10,» Le Bourget, France, 2013.
- [113] A. Beukers, Lightness. The inevitable renaissance of minimum energy structure, Rotterdam: v. Hinte, 1998.
- [114] M. A. Sutton, W. J. Wolters, W. H. Peters, W. F. Ranson and S. R. McNeill, "Determination of displacements using an improved digital," *Image and Vision Computing*, vol. 1, no. 3, pp. 133-139, 1983.
- [115] J.-F. Daïan, «Porométrie au mercure. Le modèle XDQ,» 2007.

- [116] J. M. Kanema, J. Eid et S. Taibi, «En révision: Shrinkage of earth concrete amended with recycled aggregate and superplasticizer: impact on mechanical properties and crack.,» *Journal of Materials & Design*, 2016.
- [117] J. Festa et G. Dreux, Nouveau guide du béton et ses constituants, 8e éd., Eyrolles, Éd., Paris, 1998.
- [118] X. Wei, M. Hattab, J. M. Fleureau et R. Hu, «Micro-macro-experimental study of two clayey materials on drying paths,» *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, vol. 72, n° %13-4, pp. 495-508, 2013.
- [119] Lerm, «le site documentaire du Lerm,» 2009. [En ligne]. Available: <http://doc.lerm.fr/lhydratation-du-ciment-portland/>.
- [120] J. Jasiczak, P. Szymański et P. Nowotarski, «Computerised evaluation of the early age of shrinkage in concrete,» *Automation in Construction*, vol. 49, n° %1A, pp. 40-50, 2015.
- [121] P. Acker et F.-J. Ulm, «Creep and shrinkage of concrete; physical origins and practical measurements,» *Nuclear Engineering and Design*, vol. 203, n° %12-3, pp. 143-158, 2001.
- [122] S. A. Al-Saleh, «Comparison of theoretical and experimental shrinkage in concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 72, pp. 326-332, 2014.
- [123] S. A. Al-Saleh et R. Z. Al-Zaid, «Effects of drying conditions, admixtures and specimen size on shrinkage strains,» *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n° %110, pp. 1985-1991, 2006.

- [124] K. Sakata, «A study on moisture diffusion in drying and drying shrinkage of concrete,» *Cement and Concrete Research*, vol. 13, n° 12, pp. 216-224, 1983.
- [125] I. Adam, K. Sakata et T. Ayano, «Influence of coarse aggregate on the shrinkage of normal and high-strength concretes,» *Journal of the Faculty of Environmental Science and Technology*, vol. 6, n° 11, pp. 41-45, February 2001.
- [126] Z. P. Bažant, «Prediction of concrete creep and shrinkage: past, present and future,» *Nuclear Engineering and Design*, vol. 203, n° 11, pp. 27-38, 2003.
- [127] G. Pickett, «Effect of aggregate on shrinkage of concrete and hypothesis concerning shrinkage,» *Journal of the American Concrete Institute*, vol. 27, n° 15, 1956.
- [128] C.-L. Hwang et J. Young, «Drying shrinkage of portland cement pastes I. Microcracking during drying,» *Cement and Concrete Research*, vol. 14, n° 14, pp. 585-594, 1984.
- [129] F. Wittmann et P. Roelfstra, «Total deformation of loaded drying concrete,» *Cement and Concrete Research*, vol. 10, n° 15, pp. 601-610, 1980.
- [130] F. Ascher, «Actu Environnement,» 9 février 2007. [En ligne]. Available: [http://www.actu-environnement.com/ae/news/bilan\\_ecologique\\_acier\\_construction\\_2252.php4](http://www.actu-environnement.com/ae/news/bilan_ecologique_acier_construction_2252.php4).
- [131] S. Audisio et G. Béranger, *Anticorrosion et Durabilité dans le bâtiment, le génie civil et les ouvrages industriels*, Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2010.

- [132] S. Touzain, Etude de la structure des dépôts calcomagnésiens formés en présence d'écoulements. Application à la protection cathodique en milieu marin, Université La Rochelle: Thèse de doctorat, 1996.
- [133] «Concrete Corrosion,» Cefracor, [En ligne]. Available: <http://www.concretecorrosion.net>.
- [134] H. Helmholtz, «Studien über electrische Grenzschichten,» *Annalen der Physik*, vol. 243, n° 17, pp. 337-382, 1879.
- [135] R. Browne, «The performance of concrete structures in the marine environment,» chez *Symposium on Corrosion in the marine environment, International Corrosion Conference, Institute of Marine Engineers*, London, 1973.
- [136] Y. Liu et R. Weyers, Modeling the time to corrosion cracking of the cover concrete in chloride contaminated reinforced concrete structures, Blacksburg Virginia: PhD Dissertation, 1996.
- [137] P. Pascal, Nouveau traité de chimie minérale, vol. 17, Paris: Masson, 1967.
- [138] T. Misawa, K. Hashimoto et S. Shimodaira, «The mechanism of formation of iron oxide and oxyhydroxides in aqueous solutions at room temperature,» *Corrosion Science*, n° 14, pp. 131-149, 1974.
- [139] U. Schwertmann et R. Cornell, Iron oxydes in the laboratory, Weinheim: Wiley-VCH Verlag, 2000.
- [140] R. Cornell et U. Schwertmann, The iron oxides-structure, properties, occurrences and uses, 2e éd., Weinheim: Wiley-VCH Verlag, 2003.

- [141] D. Neff, *Apport des analogues archéologiques à l'estimation des vitesses moyennes et à l'étude des mécanismes de corrosion à très long terme des aciers non alliés dans les sols.*, Compiègne: Thèse, Université de Technologie de Compiègne, 2003.
- [142] e. Vega, *Altération des objets ferreux archéologiques du site de Glinet (Seine-maritime, France, XVIe siècle) Caractérisation des produits de corrosion et étude des mécanismes*, Belfort-Montbéliard: Thèse de Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2004.
- [143] K. Tuutti, «Corrosion of steel in concrete,» *Swedish Cement and Concrete*, Stockholm, 1982.
- [144] C. M. Hansson et S. Okulaja, «Corrosion of Reinforcing Steel in Cracked High Performance Concrete,» chez *Advances in Cement and Concrete Proceedings of Copper Mountain*, Urbana, 2003.
- [145] J. Baron et J. P. Ollivier, *Les bétons, bases et données pour leur formulation*, Paris: Eyrolles, 1996.
- [146] F. Miserque, B. Huet, G. Azou, D. Bendjaballah et V. L'Hostis, «X-ray photoelectron spectroscopy and electrochemical studies of mild steel FeE500 passivation in concrete simulated water,» *Journal de physique*, vol. 136, n° %1IV, pp. 89-97, 2006.
- [147] A. Nasser, *La corrosion des aciers dans le béton à l'état passif et par carbonatation: Prise en compte des courants galvaniques et des défauts d'interface acier-béton*, Toulouse: Thèse de l'Université de Toulouse III-Paul Sabatier, 2010.

- [148] M. Pourbaix, Atlas d'équilibres électrochimiques, Paris: Gauthiers-Villars & Cie, 1963.
- [149] «Diagramme de Pourbaix,» [En ligne]. Available: [www.pmt.usp.br/lpe/Corrosao/3\\_DiagPourbaix.pdf](http://www.pmt.usp.br/lpe/Corrosao/3_DiagPourbaix.pdf).
- [150] G. Taché, «Carbonatation et corrosion. Le béton et l'eau,» chez *Colloque international des Sciences de la construction*, 1985.
- [151] G. C., «La carbonatation du béton armé,» Division ST- Technical Facilities Management (ST/TFM), CERN, Genève, 1998.
- [152] E. Brühwiler et P. Mivelaz, «From corrosion of existing to durability of new concrete structures,» chez *IABSE Symposium*, Rio de Janeiro, 1999.
- [153] A. Gaudin, S. Gaboreau, E. Tinseau, D. Bartier, S. Petit, O. Grauby, F. Foct et D. Beaufort, «Mineralogical reactions in the Tournemire argillite after in-situ interaction with steels,» *Applied Clay Science*, vol. 43, pp. 196-207, 2009.
- [154] A. Romaine, Rôle des espèces sulfures dans la corrosion des aciers non alliés : Hétérogénéités de la couche de produits de corrosion et couplages galvaniques, La Rochelle: Thèse de l'Université de la Rochelle, 2014.
- [155] M. Jeannin, D. Calonnec, R. Sabot et P. Refait, «Role of a clay sediment deposit on the corrosion of carbon steel in 0.5 mol/L NaCl solutions,» *Corrosion Science*, n° 152, pp. 2026-2034, 2010.
- [156] L. Carlson, O. Karnland, V. M. Oversby, A. P. Rance, N. R. Smart, M. Snellman, M. Vahanen et L. O. Werme, «Experimental studies of the interactions



- between anaerobically corroding iron and bentonite.,» *Physics and Chemistry of the Earth*, n° %132, pp. 334-345, 2007.
- [157] G. De Combarieu, P. Barboux et Y. Minet, «Iron corrosion in Callovo-Oxfordian argillite: From experiments to thermodynamic/kinetic modeling,» *Physics and Chemistry of the Earth*, n° %132, pp. 346-358, 2007.
- [158] M. Jeannin, D. Calonnec, R. Sabot et P. Refait, «Role of a clay sediment deposit on the passivity of carbon steel in 0.1 mol dm<sup>-3</sup> NaHCO<sub>3</sub> solutions,» *Electrochimica Acta*, n° %156, pp. 1466-1475, 2011.
- [159] F. Martin, C. Bataillon et M. Schlegel, «Corrosion of iron and low alloyed steel within a water saturated brick of clay under anaerobic deep geological disposal conditions: an integrated experiment,» *Journal of Nuclear Materials*, n° %1379, pp. 80-90, 2008.
- [160] A. Dazères, A. Maillet, A. Gaudin, A. El Albani et P. Vieillard, «Ten years of toarcian argillite-Carbon steel in situ interaction,» *Procedia Earth and Planetary Science*, n° %17, pp. 195-198, 2013.
- [161] M. L. Schlegel, C. Bataillon, K. Benhamida, C. Blanc, D. Menuta et J.-L. Lacour, «Metal corrosion and argillite transformation at the water-saturated, high temperature iron/clay interface: A microscopic-scale study,» *Applied Geochemistry*, n° %123, pp. 2619-2633, 2008.
- [162] M. Schlegel, C. Bataillon, C. Blanc, D. Pret et E. Foy, «Anodic activation of Iron Corrosion in Clay Media under Water-Saturated Conditions at 90°C: Characterization of the corrosion interface.,» *Environ Science Technol.*, n° %144, pp. 1503-1508, 2010.

- [163] S. Necib Ammour, «Note technique Expérimentation MCO, Essai"Etat de corrosion/gravimétrie" installation et premiers résultats,» 2013.
- [164] F. Foct et J. Gras, «Semi-empirical model for carbon steel corrosion in long term geological nuclear waste disposal,» chez *Prediction of long term corrosion behaviour in Nuclear Wastes System*, Cadarache, France, 2003.
- [165] F. Papillon, M. Jullien et C. Bataillon, «Carbon steel in compacted clay : Two long term tests for corrosion prediction,» chez *Prediction of long term corrosion behaviour in Nuclear Wastes System*, Cadarache, France, 2003.
- [166] S. Köhler, F. Dufaud et E. Oelkers, «An experimental study of illite dissolution kinetics as a function of pH from 1.4 to 12.4 and temperature from 5 to 50°C.,» *Geochimica et Cosmochimica Acta*, vol. 67, pp. 3583-3594, 2003.
- [167] M. Saheb, D. Neff, L. Bellot-Gurlet et P. Dillmann, «Raman study of a,» *Journal of Raman Spectroscopy*, n° %142, 2011.
- [168] M. Saheb, D. Neff, P. Dillmann, H. Matthiesen et E. Foy, «Long-term corrosion behaviour of low-carbon steel in anoxic environment: Characterisation of archaeological artefacts,» *Journal of Nuclear Materials*, n° %1379, 2008.
- [169] B. Soerensen et D. Gregory, «In situ preservation of artifacts in Nydam Mose,» chez *Metal 98 conference on metals conservation*, Draguignan-Figanières, France, 1998.
- [170] W. Gerwin, W. Sharff et R. Baumhauer, «Corrosive decay of archaeological metal finds from different soils and effects of environmental pollution,» chez *Metal 98 conference on metals conservation*, Draguignan-Figanières, France, 1998.

- [171] F. Galliano, W. Gerwin et K. Menzel, «Monitoring of metal corrosion and soil solution at two excavation sites and in the laboratory,» chez *Metal 98 conference on metals conservation*, Draguignan-Figanières, France, 1998.
- [172] E. Angelini, E. Barberis, P. Ianco, F. Rosalbino et L. Ruatta, «Effect of burial in different soils on the decay of iron artefacts : Laboratory investigations,» chez *Metal 98 conference on metals conservation*, Draguignan-Figanières, France, 1998.
- [173] A. Novakova, T. Gendler, N. Manyurova et R. Turishcheva, «A Mössbauer spectroscopy study of the corrosion products formed at an iron surface in soil,» *Corrosion Science*, vol. 9, n° 139, pp. 1585-1594, 1997.
- [174] E. Pons, Corrosion à long terme du fer et des aciers non ou faiblement alliés dans les sols à dominante argileuse - Caractérisation physico-chimique et étude électrochimique d'analogues archéologiques, Compiègne: Thèse de l'Université de Technologie de Compiègne, 2002.
- [175] P. Dillmann, F. Mazaudier et S. Hoerle, «Advances in understanding atmospheric corrosion of iron - rust characterisation of ancient ferrous artefacts exposed to indoor atmospheric corrosion,» *Corrosion science*, vol. 46, n° 16, pp. 1404-1429, 2004.
- [176] A. Accary et B. Haijink, «La paléoméallurgie-outil de prévision,» chez *Journées de paléoméallurgie*, Compiègne, 1983.
- [177] B. Miller et N. Chapman, «Postcards from the past: Archeological and industrial analogs for deep repository materials,» *Radwaste Magazine*, pp. 32-42, 1995.

- [178] W. F., Etude de la corrosion de l'acier doux dans le béton, par des méthodes électrochimiques. Application au contrôle des ouvrages de génie civil, Paris: Thèse d'état de l'Université Paris-Sud, 1986.
- [179] ASTM, «Standard test Method for Half cell potentials of reinforcing steel in concrete ASTM C 876-91,» Annual Book of ASTM Standards vol.04.02, 1991.
- [180] R. T. 154-EMC, «Test methods for on-site corrosion rate measurement of steel reinforcement in concrete by means of the polarization resistance method,» Mater. Struct. 37, 2004.
- [181] L. Jiang, G. Huang, J. Xu, Y. Zhu et L. Mo, «Influence of chloride salt type on threshold level of reinforcement corrosion in simulated concrete pore solutions,» *Construction and Building Materials*, vol. 30, pp. 516-521, 2012.
- [182] Y. Hui, K. C. Kuang-Tsan et Y. Lietai, «Threshold chloride level and characteristics of reinforcement corrosion initiation in simulated concrete pore solutions,» *Construction and Building Materials*, vol. 26, n° 11, pp. 723-729, 2012.
- [183] P. Ghods, O. Isgor, G. MvRae et G. Gu, «Electrochemical investigation of chloride-induced depassivation of black steel rebar under simulated service conditions,» *Corrosion Science*, vol. 52, n° 15, pp. 1649-1659, 2010.
- [184] A. Stern et J. Geary, *J. Electrochem. Soc.*, vol. 104, pp. 56-63, 1957.
- [185] H. Takenouti, «Mesure d'impédance appliquée à l'électrochimie, niveau 1,» chez *Formation continue sur l'impédance électrochimique*, Paris, Laboratoire LISE, UPMC, 2014.

- [186] M. Keddam et O. T. H. Mattos, Contribution à l'étude du mécanisme de la dissolution anodique par analyse de l'impédance faradique, Paris: Thèse de doctorat d'état, Faculté de Sciences, 1968.
- [187] C. Gabrielli, régulation et analyse des systèmes à états stationnaires multiples. Application à l'identification des processus de passivation électrochimique du fer, Paris: Thèse d'état de l'Université de Paris VI, 1973.
- [188] D. John, P. Searson et J. Dawson, «Use of AC impedance technique in studies on steel in concrete in immersed conditions,» *British Corrosion Journal*, vol. 16, n° 12, pp. 102-106, 1981.
- [189] F. Wenger, Etude de la corrosion de l'acier doux dans le béton, par des méthodes électrochimiques. application au contrôle des ouvrages de génie civil, Paris: Thèse d'état de l'Université Paris-Sud, 1986.
- [190] I. Epelboin, C. Gabrielli, M. Keddam et H. Takenouti, «A-C impedance measurements applied to corrosion studies and corrosion rate determination,» chez *Electrochemical Corrosion Testing*, vol. STP 727, F. M. & U. Bertocci, Éd., Philadelphia, American Society for Testing and Materials, 1981, pp. 150-192.
- [191] G. Brug, A. van den eeden, M. Sluyters-Rehbach et J. Sluyters, *J. Electroanal. Chem.*, vol. 176, 1984.
- [192] T. Zakri, «Contribution à l'étude des propriétés diélectriques de matériaux poreux en vue de l'estimation de leur teneur en eau : modèles de mélange et résultats expérimentaux,» Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, Grenoble, 1997.

- [193] M. Seo et N. Sato, «Dissolution of Hydrous Metal Oxides in Acid Solutions,» *Boshoku Gijutsu*, vol. 24, pp. 399-402, 1975.
- [194] C. Fontaine, Protocoles de laboratoire pour l'analyse des Argiles, Poitiers: Formation, 2014 b.
- [195] F. Wittmann, «On the action of capillary pressure in fresh concrete,» *Cement and Concrete Research*, vol. 6, n° 11, pp. 49-56, 1976.
- [196] P. DELAGE et Y. CUI, L'eau dans les sols non saturés. Extrait de la collection: Techniques de l'Ingénieur C301, 2001.
- [197] M. Valcuende, F. Benito, C. Parra et I. Miñano, «Shrinkage of self-compacting concrete made with blast furnace slag as fine aggregate,» *Construction and Building Materials*, vol. 76, pp. 1-9, 2015.
- [198] M. Saito, M. Kawamura et S. Arakawa, «Role of aggregate in the shrinkage of ordinary portland and expansive cement concrete,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 13, n° 12, pp. 115-121, 1991.
- [199] R. Henkensiefken, D. Bentz, T. Nantung et J. Weiss, «Volume change and cracking in internally cured mixtures made with saturated lightweight aggregate under sealed conditions,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 31, n° 17, pp. 427-437, 2009.
- [200] J. Bisschop et J. van Mier, «Drying shrinkage microcracking in cement-based materials,» *HERON*, vol. 47, n° 13, pp. 163-184, 2002.

- [201] J. Bisschop et J. van Meir, «Effect of aggregates on drying shrinkage microcracking in cement-based composites,» *Materials and Structures*, vol. 35, pp. 453-461, 2002.
- [202] B. Bissonnette, P. Pierre et M. Pigeon, «Influence of key parameters on drying shrinkage of cementitious materials,» *Cement and Concrete Research*, vol. 29, n° 110, pp. 1655-1662, 1999.
- [203] A. Amarasiri et J. Kodikara, «Numerical modelling of a field desiccation test.,» *Géotechnique*, vol. 63, n° 111, pp. 983-986, 2013.
- [204] R. Auvray, S. Rosin-Paumier, A. Abdallah et F. Masrouri, «Quantification of soft soil cracking during suction cycles by image processing.,» *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 18, n° 11, pp. 11-32, 2014.
- [205] Z. Bazant et L. Cedolin, «Stability of Structures - Elastic, Inelastic, Fracture, and Damage Theories,» Oxford University Press, UK, 1991.
- [206] J. Bronswijk, «Shrinkage geometry of a heavy clay soil at various stresses,» *Soil Science Society of America*, vol. 54, pp. 1500-1502, 1990.
- [207] W. Cornelis, J. Corluy, H. Medina, J. Diaz, R. Hartmann, M. Meirvenne et M. Ruiz, «Measuring and modeling the soil shrinkage characteristic curve,» *Geoderma*, vol. 137, pp. 179-191, 2006.
- [208] C. Tang, B. Shi, C. Liu, L. Gao et I. Inyang, «Experimental investigation of the Desiccation Cracking Behavior of Soil Layers during Drying,» *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 23, n° 16, pp. 873-878, 2010.

- [209] C. Tang, Y. Cui, B. Shi, A. Tang et C. Liu, «Desiccation and cracking behavior of clay layer from slurry state under wetting-drying cycles,» *Geoderma*, vol. 166, pp. 111-118, 2012.
- [210] G. Irwin, «Fracture Dynamics, in Fracturing of Metals,» *Amer. Soc. of Metals*, 1948.
- [211] H. Trabelci, «Etude expérimentale et numérique du comportement des argiles soumises à des conditions de dessiccation,» Thèse à l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis, Tunis, 2014.
- [212] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet et P. Combrade, *Métallurgie: Du minéral au matériau*, 2e éd., Paris: Dunod, 2013.
- [213] M. Saheb, M. Descostes, D. Neff, H. Matthiesen, A. Michelin et P. Dillman, «Iron corrosion in an anoxic soil: Comparison between thermodynamic modelling and ferrous archaeological artefacts characterised along with the local in situ geochemical conditions.,» *Applied Geochemistry*, n° 125, pp. 1937-1948, 2010.
- [214] J. P. Broomfield, *Corrosion of Steel in Concrete: Understanding, Investigation and Repair*, Second Edition, CRC Press, 2006.
- [215] W. scharff et I. Huesmann, «Accelerated decay of metal soil finds due to soil pollution - first report,» chez *Metal 95 conference on metals conservation*, 1995.
- [216] A. J. Bard et L. R. Faulkner, *Electrochemical Methods: Fundamentals and applications*, New York: John Wiley & Sons, 2001.





# Annexes



## ANNEXE 1

### Modes d'utilisation de la terre en construction [18]

#### L'adobe

L'adobe est une brique de terre crue, façonnée à la main ou moulée à l'état plastique, puis séchée à l'air libre. Elle offre la possibilité d'édifier la quasi-totalité d'un bâtiment sans faire appel à d'autres matériaux, puisque des murs mais aussi des arcs, des voûtes et des coupoles peuvent être construits en brique. L'adobe est donc extrêmement économique, y compris dans les pays en développement, où les briques et la construction sont réalisées presque sans outils.



#### Le pisé

La technique du pisé consiste à construire des murs massifs en compactant de la terre humide et pulvérulente dans des coffrages. Le mur est décoffré immédiatement après que la terre a été damée.

Au printemps et à l'automne, la terre contient naturellement la bonne quantité d'eau pour être mise en œuvre ainsi. La simplicité avec laquelle le tas de terre est transformé en un mur solide et cohérent par simple compression semble magique. Cette technique est relativement longue à mettre en œuvre, ce qui fait du pisé un matériau haut de gamme dans les pays industrialisés.

Une fois décoffré, le mur présente une texture et une couleur unique appréciée par les architectes, et il est inutile de l'enduire.



### Terre paille

La technique terre-paille est une technique moderne réalisée sur une ossature en bois.

Le mélange utilisé comprend plus de paille que dans le torchis. Pour le préparer, on tamise la terre à 1,5 cm, puis on la jette dans la bétonnière avec de l'eau. Il est important de toujours remuer pour que l'argile reste en suspension. On sort la boue que l'on met dans une remorque dans laquelle on rajoute la paille (imprégnée d'eau). On laisse alors le mélange s'imprégner une nuit avant de l'utiliser. Il faut faire un coffrage entre les poteaux d'ossature et y tasser la terre-paille. Puis les banches sont retirées immédiatement. L'intervalle entre les poteaux peut être plus grand que dans le torchis et, comme on n'installe pas de tiges en bois, on utilise beaucoup moins de bois. La largeur moyenne d'un mur est de 28 cm pour un poids de 200/300 kg/m<sup>3</sup>.



### **Torchis**

Les maisons en torchis ou à colombage sont composées d'une structure porteuse en bois garnie de terre, le plus souvent mélangée à de la paille. Mise en œuvre à l'état plastique, la terre recouvre une structure en lattis de bois fixée entre des poteaux, appelés colombes. Cette association de terre et de bois se décline aujourd'hui dans de multiples systèmes constructifs contemporains. La structure en bois est en général extrêmement légère et rapide à monter, tandis que la terre constitue un excellent matériau de garnissage, facile à poser.



### **Blocs comprimés**

Les blocs de terre comprimée (BTC), sortes de pisé en briques, sont fabriqués dans des presses qui compriment de la terre humide et pulvérulente. Cette technique récente présente, comme celle des adobes, les avantages liés à la maçonnerie de briques. Si faire appel à une presse demande un investissement plus conséquent, les blocs obtenus sont immédiatement stockables, contrairement aux adobes qui doivent sécher sur des vastes aires de production avant de pouvoir être manipulés.



### **Bauge**

Dans sa forme la plus simple, un mur en bauge est construit en empilant des boules de terre malléables comme de la pâte à modeler. La version rurale française consiste à empiler à la fourche des paquets de terre plastique. Les murs épais obtenus, construits d'un seul bloc – on dit qu'ils sont monolithiques -, ressemblent aux murs en pisé. Dans la plupart des régions du monde, la construction en bauge est entièrement façonnée à la main, à la manière d'une sculpture géante.



## ANNEXE 2

### Protocole d'identification des argiles gonflantes à l'aide de la diffractométrie RX

Une argile gonflante gonfle selon son plan (001), donc dans le sens des feuillets. Pour cela, afin de déterminer si une argile est gonflante ou pas, il faut préparer une lame orientée et l'analyser par diffraction puis la saturer avec de l'éthylène glycol.

Pour confectionner une lame orientée (30 x 45 mm ou 30 x 30 mm), une masse sèche d'échantillon d'environ 10 mg et placée dans un cône eppendorf puis humecté par 1 à 2 mL d'eau osmosée. Selon l'échantillon, il peut être nécessaire de disperser la suspension par une agitation au vortex ou un traitement aux ultrasons, ce dernier étant généralement le plus efficace. La suspension est alors prélevée au moyen d'une pipette Pasteur ou d'une propipette munie d'un cône de 1 mL [194]. Le dépôt obtenu présente une orientation préférentielle des plans (001).

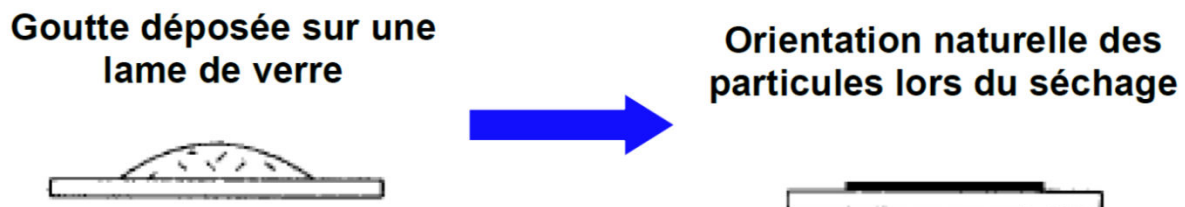


Figure 217. Réalisation d'une lame orientée. [49]

Il est préférable de réaliser la saturation au glycol ou à l'éthylène glycol sur la même lame que celle préalablement séchée à l'air et analysée par diffraction de rayons X. En effet, si l'on souhaite comparer rigoureusement les intensités des réflexions avant et après salvation, il est nécessaire d'avoir une masse de matière diffractante identique et dans le même état d'orientation [194].

La salvation peut être faite selon deux méthodes, en phases liquide ou vapeur :



- En phase vapeur : la lame orientée est placée dans un dessiccateur, contenant un réservoir d'éthylène glycol dans sa partie basse, et dans lequel on fait le vide (pompage pendant 20 à 45 minutes selon volume du dessiccateur). Après avoir arrêté le pompage, le système est fermé et l'échantillon laissé à glycoler pendant 1 nuit au-dessus d'une étuve, ce qui favorise le développement de la vapeur de glycol ou d'éthylène-glycol.
- En phase liquide, on utilise un spray le plus fin possible que l'on répand au-dessus de l'échantillon. ; on voit alors sa surface s'humecter progressivement au bout de  $\frac{1}{4}$  à  $\frac{1}{2}$  heure.

Les étapes de l'analyse sont les suivantes :

- Préparation de la lame orientée
- La lame est laissée séchée pendant 24h à l'air libre en la couvrant pour éviter tout dépôt de poussière.
- La lame est analysée par le diffractomètre.
- Solvation de la lame analysée à l'éthylène glycol.
- Analyse de la lame de nouveau.
- Comparaison des deux spectres.

Si l'argile analysée est gonflante, on observera un déplacement de la raie à bas angle comme présenté dans la Figure 218.

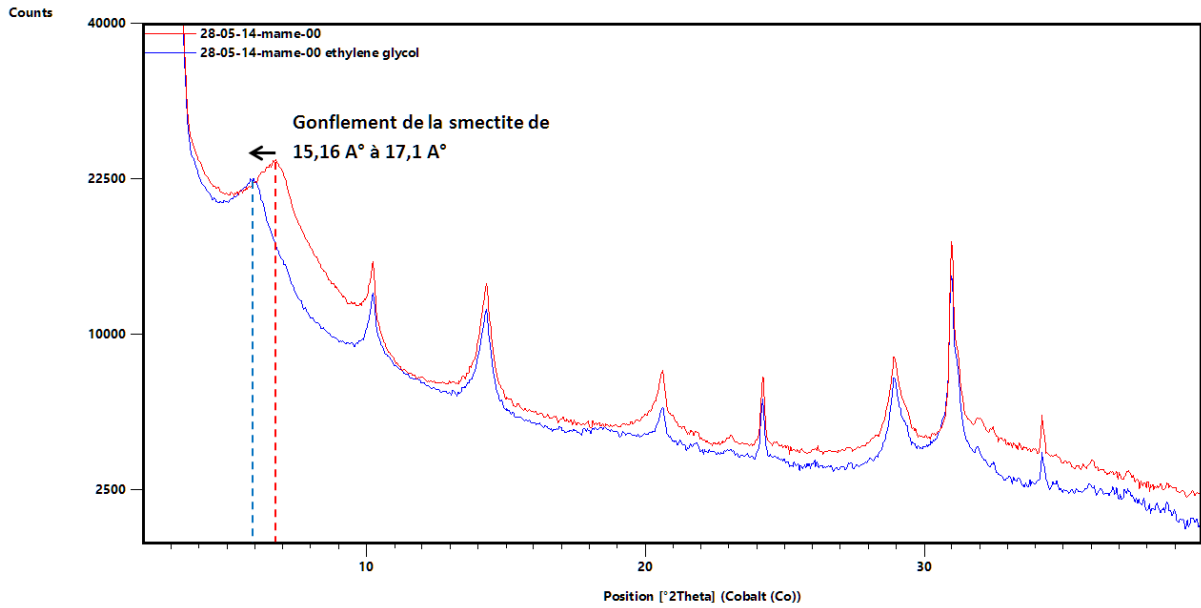


Figure 218. Exemple d'une argile gonflante. Cas d'une marne contenant de la smectite.

À partir de ce protocole d'identification des argiles gonflantes nous proposons un protocole pour l'identification des argiles réactives à proscrire dans la formulation d'un béton à base de terre crue sous forme du diagramme suivant :

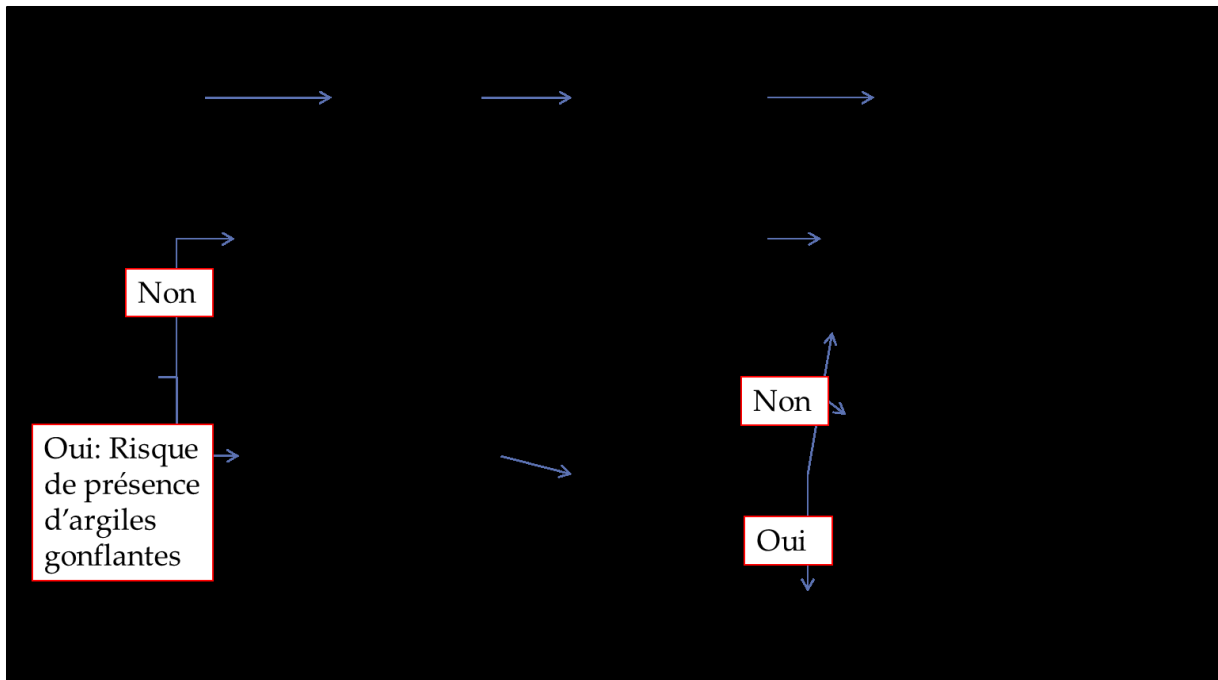


Figure 219. Protocole d'identification des argiles réactives à proscrire dans la formulation d'un béton à base de terre crue.



## ANNEXE 3

### Code sous Matlab pour l'identification des fissures

Le code est composé de trois Script :

- Script 1 nommé « bwsequence », il a comme rôle de lire les fichiers photos à traiter et de créer un fichier texte nommé résultat pour y sauvegarder les données. Il permet aussi de sauvegarder l'image des fissures avec le réseau final identifié sur l'image. A la fin il trace la variation de la densité en fonction du temps de séchage.
- Script 2 nommé « detection », il a comme rôle de faire le traitement des images, une à une, pour tirer les différents paramètres recherchés (densité de fissuration, orientation, longueur, largeur, seuil de détection...). Les résultats obtenus sont enregistrés dans le fichier résultat créé par le script « bwsequence ».
- Script 3 nommé « read\_image », son rôle est de lire une image, de la transformer en nuances de gris et de donner ses dimensions. Ce script est appelé dans le script « detection »

---

**Script « bwsequence »**


---

```

function [ ] = bwsequence()

close all; %fermer tous les fenêtres ouvertes.
cd photos; %ouvrir le dossier photos. Si notre dossier s'appelle
           autrement, on remplace le mot "photos" par le nom du
           dossier.
liste=ls; %lire les fichiers dans le dossier "photos" et les sauvegarder
          (les 2 premiers sont inutiles en général).
cd ..; %retourner au dossier précédent.
dim=size(liste); %dimension de la matrice contenant les noms des fichiers
                du dossier "photos", autrement dit le nombre des
                fichiers lus.
fid=fopen('résultats.txt','w+'); %ouvrir un nouveau fichier nommer
                                résultats (fid).
fed=fopen('long_larg_orient.txt','w+'); %ouvrir un nouveau fichier si on
                                        en a besoin, il faut le
                                        sauvegarder en mémoire sous
                                        un nom par exemple (fed).

%%création d'une matrice nulle pour chaque variable qu'on souhaite
sauvegarder :

dens=zeros(dim(1)-2,1);
orient_moy=zeros(dim(1)-2,1);
long=zeros(dim(1)-2,1);
orient_pond_moy=zeros(dim(1)-2,1);
seuillage=zeros(dim(1)-2,1);
num=zeros(dim(1)-2,1);
larg=zeros(dim(1)-2,1);
s=0;

%% Ecrire dans le fichier résultats (fid) le nom des colonnes dans un
tableau, ces colonnes contiennent les résultats qu'on veut sauvegarder.

fprintf(fid,'Numéro image ;Nombre de fissures;Densité;Orientation
moyenne;Orientation moyenne Pondérée;Seuillage\n');

n=0; %compteur des images contenues dans la matrice liste.

V=dim(1); % dim(1) est le nombre de fichier contenu dans le dossier
          "photos".

for a = 3:V
    %if (dim(2)>2) %conditions pour éliminer les 2 fichiers inutiles si
                  ils existent.
    %if (liste(a,dim(2)-3:dim(2)) =='.JPG') %conditions pour sélectionner
                                            le type des photos .JPG,
                                            .TIF, .GIF, etc...

    n=n+1;
    filnam=strcat('photos/',liste(a,:)); %ajoute au nom de l'image le
                                        préfixe photos/ pour que le
                                        programme la cherche dans le

```

dossier "photos".

```

%% appel à la fonction detection sobel et sauvegarde des valeurs :
[s,~,~,~,~,~,~,~] = detection(filnam);
long_larg_orient=zeros(s,3);
C=long_larg_orient;
[num(n,1),dens(n,1), orient_moy(n,1), orient_pond_moy(n,1),
  seuillage(n,1),~,~, C]=detection(filnam);

%% écrire les résultats dans le fichier résultats (fid) :
fprintf(fid,'%i; %f; %f; %f; %f; %f\n',str2double(liste(a,dim(2)
  7:dim(2)-4)) , num(n), dens(n), orient_moy(n), orient_pond_moy(n),
  seuillage(n));

B=C';
fprintf(fed,'Longueur %d;', n);

    for j=1:(num(n,1)-1)
        fprintf(fed,'%f;',B(1,j));
    end

j=j+1;
fprintf(fed,'%f\n',B(1,j));
fprintf(fed,'Orientation %d;', n);

    for j=1:(num(n,1)-1)
        fprintf(fed,'%f;',B(2,j));
    end

j=j+1;
fprintf(fed,'%f\n',B(2,j));
fprintf(fed,'Largeur %d;', n);

    for j=1:(num(n,1)-1)
        fprintf(fed,'%f;',B(3,j));
    end

j=j+1;
fprintf(fed,'%f\n',B(3,j));

%saveName correspond au nom du fichier image à sauvegarder
saveName = (['Originale et bords des fissures', num2str(n)]);

%sauvegarde de la figure actuelle (gcf) sous l'extension fig
saveas(gcf, saveName, 'fig');
saveas(figure(3), saveName, 'jpg'); %possibilité de choisir autres
    extension

%saveas(figure(3), saveName, 'eps');
%end % pour le premier if si on l'ajoute
%end % pour le deuxième if si on l'ajoute
end

%w=dlmread('teneur en eau.txt'); %lecture du fichier .txt teneur en eau
    si on souhaite tracer directement en
    fonction de la teneur en eau

plot(dens(1:n,1)) %représentation de la densité en fonction du nombre de
    photos

```

```

title('Densité')
xlabel('Temps')
ylabel('Densité')

fclose(fid);
fclose(fed);

end

```

---

### Script « detection »

---

```

function [num, dens, orient_moy, orient_pond_moy, threshold, long, larg,
         long_larg_Orientation]=detection(filnam)

    %% Définition des Paramètres %%

display=0;           %Affichage (1) ou non des figures
                    %intermédiaires.
clf;                 %fermer toute les figures ouvertes.

M='sobel';           %Choix de la méthode de détection (sobel,
                    %prewitt, roberts, log, canny).
sobel=1;             %sobel automatique (1) ou manuel.
sobel_threshold=0.08; %paramètre de seuillage (si manuel).
facteur_sobel=1.2;   %facteur pour augmenter le sobel spécialement
                    %pour la détection automatique.
RGB_num=3;           % 1=rouge, 2=vert, 3=bleu, Choix de la gamme
                    %de nuance de gris

param_majorlength=1000; %longueur de major axis minimale
param_minorlength=100000; %longueur de minor axis minimale
param_k=1.5;          %Rapport d'aspect entre les 2 axes
a_max= 5;             %Area maximale

param_strel=7;        % paramètre de dilatation
se90 = strel('line', param_strel, 90); %dilatation en ligne à 90°
se45 = strel('line', param_strel, 45); %dilatation en diagonale à 45°
se135 = strel('line', param_strel, 135); %dilatation en diagonale à
                    %135°
se0 = strel('line', param_strel, 0); %dilatation en ligne à 135°
Dilate=[se90 se45 se135 se0]; %choix de la méthode de
                    %dilatation

param_erode=7;        %paramètre de l'érosion
seD = strel('line', param_erode, 0); %choix de la méthode d'érosion

limite_gauche=900;    %limite de pixel de gauche à effacer dans le cadre
limite_droite=4000;   %limite de pixel de droite à effacer dans le cadre
limite_haute=150;     %limite de pixel du haut à effectuer dans le cadre
limite_bas=3200;      %limite de pixel du bas à effectuer dans le cadre
mask=1;               %choix si masque (=1) ou sans masque

```

```
r=1;      %compteur des images affichées lors de l'analyse d'une photo

          %% Lire l'image initiale en Noir et Blanc %%

tic %début du compteur de temps de simulation

[MI0,HI,LI]=read_image( filnam,2, RGB_num );

          %% Ajout du masque et calcul des pixels total %%

if mask
    MI=MI0(limite_haute:limite_bas,limite_gauche:limite_droite);
    [HI,LI]=size(MI);
end

if display
    figure(r); subplot(2,1,1); imshow(MI); title('Image Originale');
end

pixtotal=HI*LI;
fprintf('Nombre de pixels total (dans le cadre étudié) = %i\n',pixtotal)

          %% Détection des contours%%

if sobel==1
    [~, threshold] = edge(MI, M);
    threshold;
    BWs = edge(MI,M, threshold*facteur_sobel);
else
    [~, threshold] = edge(MI,M,sobel_threshold);
    threshold;
    BWs = edge(MI,M, threshold*facteur_sobel);
end

BWs = bwmorph(BWs, 'clean');

if display
    figure(r),subplot(2,1,2); imshow(BWs);
    r=r+1;
    title('Binary Gradient Mask: Sobel');
end

BW1= bwmorph (BW1, 'close');

          %%lère Detection et Filtrage des régions%%

[L1, num1] = bwlabel(BW1, 8);
fprintf('Nombre de régions détectées lère phase avant filtrage = %i \n',
        num1);

% Propriétés des régions détectées
```



```

STATS1 = regionprops(L1,
'Area', 'Orientation', 'PixelList', 'MajorAxisLength', 'MinorAxisLength');
area=[STATS1.Area];
majorax=[STATS1.MajorAxisLength];
minorax=[STATS1.MinorAxisLength];

% 1er Filtrage des régions détectées

for i=1:num1

    if ( majorax (i) < param_majorlength )
        k=majorax(i)/minorax(i);

        if (k<param_k)
            [row,col] = find(L1==i);
            L1(row,col)=0; BW1(row,col)=0;
        end

    end

    if area(i) < a_max
        [row,col] = find(L1==i);
        L1(row,col)=0; BW1(row,col)=0;
    end
end

BWoutline = bwperim(BW1);
Segout = MI;
Segout(BWoutline) = 255;

%figure (r); imshow(Segout); title ('premier filtrage');
r=r+1;

[L1, num1] = bwlabel(BW1, 8);
fprintf('Nombre de régions détectées 1ère phase après filtrage= %i \n',
        num1);

        %%2ème Detection et Filtrage des régions%%

BW2 = bwmorph(BW1, 'bridge');
BW2 = bwmorph (BW2, 'bridge');
BW2 = bwmorph (BW2, 'bridge');
BW2 = bwmorph (BW2, 'close');

BW2= imfill (BW2, 'holes');
BW2 = imdilate(BW2, Dilate);
BW2 = bwmorph (BW2, 'bridge');
BW2= imfill (BW2, 'holes');
%figure(r); imshow(BW2); title('Image dilatée');
r=r+1;

[L2, num2] = bwlabel(BW2, 8);
fprintf('Nombre de régions détectées 2ème phase avant filtrage = %i \n',
        num2);

% Propriétés des régions détectées

```

```
STATS2 = regionprops(L2,
'Area','Orientation','PixelList','MajorAxisLength','MinorAxisLength');
area=[STATS2.Area];
majorax=[STATS2.MajorAxisLength];
minorax=[STATS2.MinorAxisLength];

% Filtrage des régions détectées

for i=1:num2
    if (majorax(i) < param_majorlength)
        k=majorax(i)/minorax(i);

        if (k<param_k)
            [row,col] = find(L2==i);
            L2(row,col)=0; BW2(row,col)=0;
        end

    end

    if area(i) < 10
        [row,col] = find(L2==i);
        L2(row,col)=0; BW2(row,col)=0;
    end

end

[L2, num2] = bwlabel(BW2, 8);
fprintf('Nombre de régions détectées 2ème phase après filtrage = %i \n',
num2);

BWoutline = bwperim(BW2);
Segout = MI;
Segout(BWoutline) = 255;

%figure (r); imshow(Segout); title('deuxième filtrage');
r=r+1;

                %%Segmentation et Image Finale%%

BWfinal =bwmorph(BW2,'erode');
n=0.65*param_strel;

for i=1:n
    BWfinal = bwmorph(BWfinal,'erode');
    BWfinal = bwmorph(BWfinal,'clean');
end

                %%Image Squelette%%

BWthin = bwmorph (BWfinal, 'thin', inf);

BWoutline = bwperim(BWthin);
Segout = MI;
Segout(BWoutline) = 255;

%figure (r); imshow(Segout); title('Image squelette');
r=r+1;
```

```

[Lth, numth] = bwlabel(BWthin, 8);
STATSth = regionprops(Lth, 'All');

    %%Calcul sur l'Image Finale et Image Squelette%%

[L, num] = bwlabel(BWfinal, 8);
fprintf('Nombre de régions final = %i \n', num);

%Propriétés des régions détectées

STATS = regionprops(L, 'All');
area=[STATS.Area];
majorax=[STATS.MajorAxisLength];
minorax=[STATS.MinorAxisLength];

%Calcul

%Densité
pixblancs=sum(sum(BWfinal));
fprintf('Nombre de pixels blancs = %f \n',pixblancs);
dens=(pixblancs/pixtotal)*100;
fprintf('Densite de fissures = %f \n',dens);

%Orientation et Longueur et Largeur
orient= 0;
orient_pond=0;
long=zeros(num,1);
larg=zeros(num,1);
long_larg_Orientation=zeros(num ,3);
orientation=[STATSth.Orientation];
longueur=[STATSth.Perimeter];
area=[STATS.Area];
long_total=0;

for i=1:num
    orient = orient + orientation(i);
    orient_pond=orient_pond+ orientation(i)*longueur(i);
    long(i,1)=longueur(i);
    larg(i,1)= area(i)/longueur(i);
    long_total=long_total+longueur(i);
    %remplir le tableau de chaque photos, numéro de fissure avec sa longueur,
    %largeur et orientation

    long_larg_Orientation(i,1)=longueur(i);
    long_larg_Orientation(i,2)=orientation(i);
    long_larg_Orientation(i,3)=larg(i);
end

orient_moy=orient/numth;
orient_pond_moy=orient_pond/long_total;

    %%Affichage de la figure initiale superposée du périmètre détecté%%

BWoutline = bwperim(BWfinal);
Segout = MI;

```

```
Segout(BWoutline) = 255;

figure (r); imshow(Segout); title('Image Finale');
r=r+1;

toc %fin du compteur de simulation

end
```

---

### Script « read\_image »

---

```
function [ MI,HI,LI ] = read_image( filnam,fignum,RGB_num )
% Lire une image en couleur

[A] = imread(filnam);
d=size(A); HI=d(1); LI=d(2);

    if (d(3)==3)
        MI=zeros(HI,LI); MI = A(1:HI,1:LI,RGB_num);
    else
        MI=A(1:HI,1:LI);
    end

end
```



## ANNEXE 4

### Essais de compression simple. Courbes Contraintes-Déformations

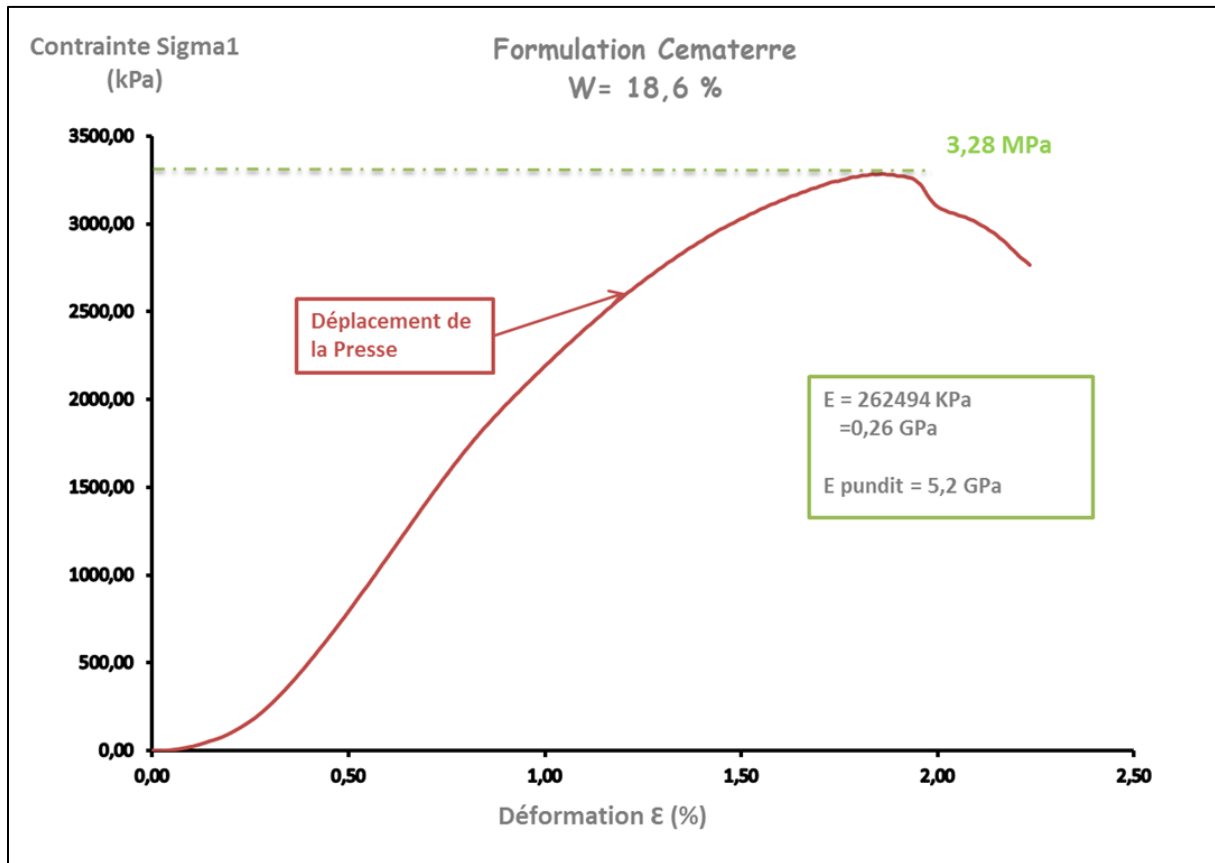


Figure 220. Résistance à la compression simple à 95 jours de cure pour la formulation du béton de terre sans ajout de granulats.

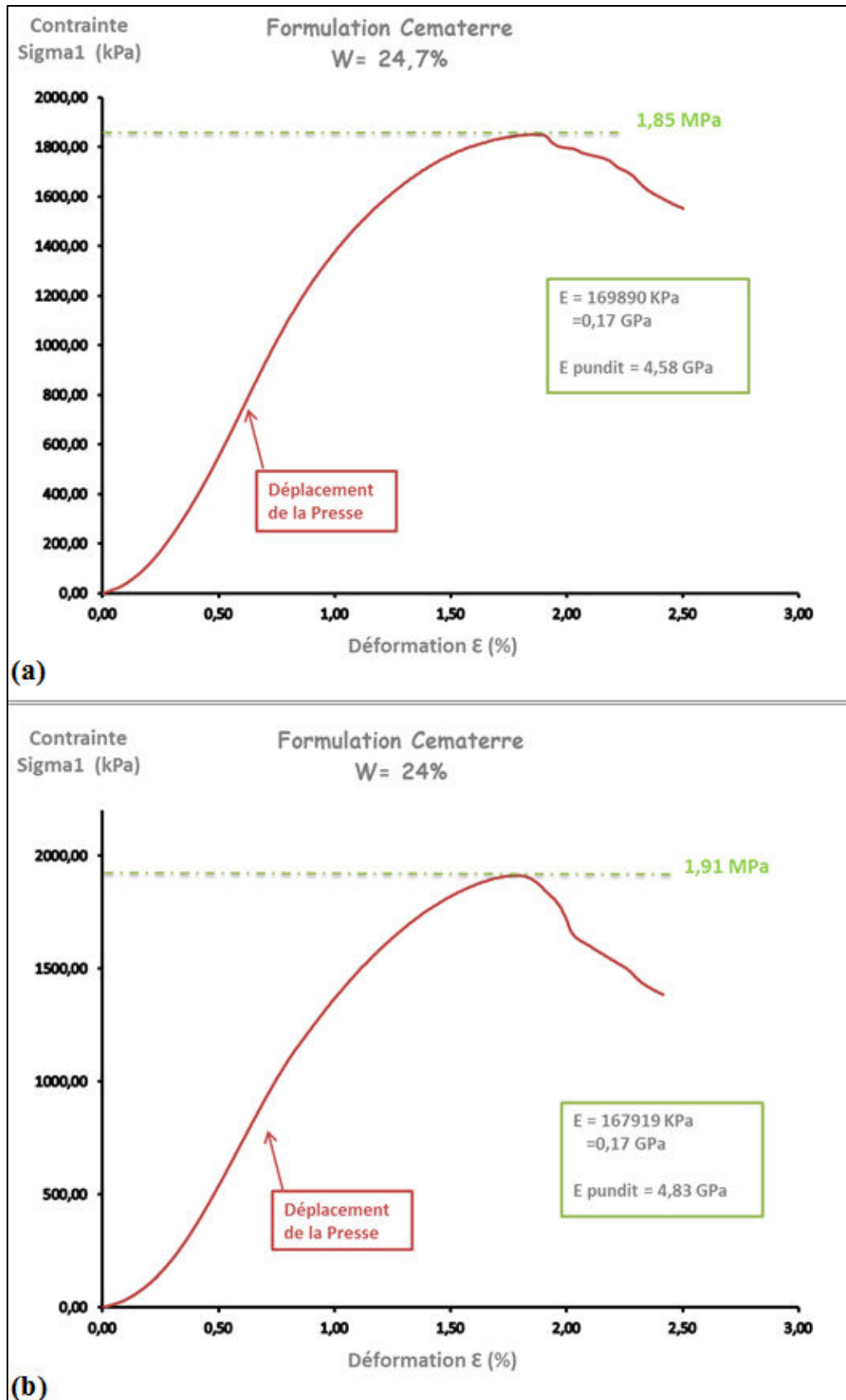


Figure 221. Résistance à la compression simple à 54 jours de cure pour la formulation du béton de terre sans ajout de granulats.

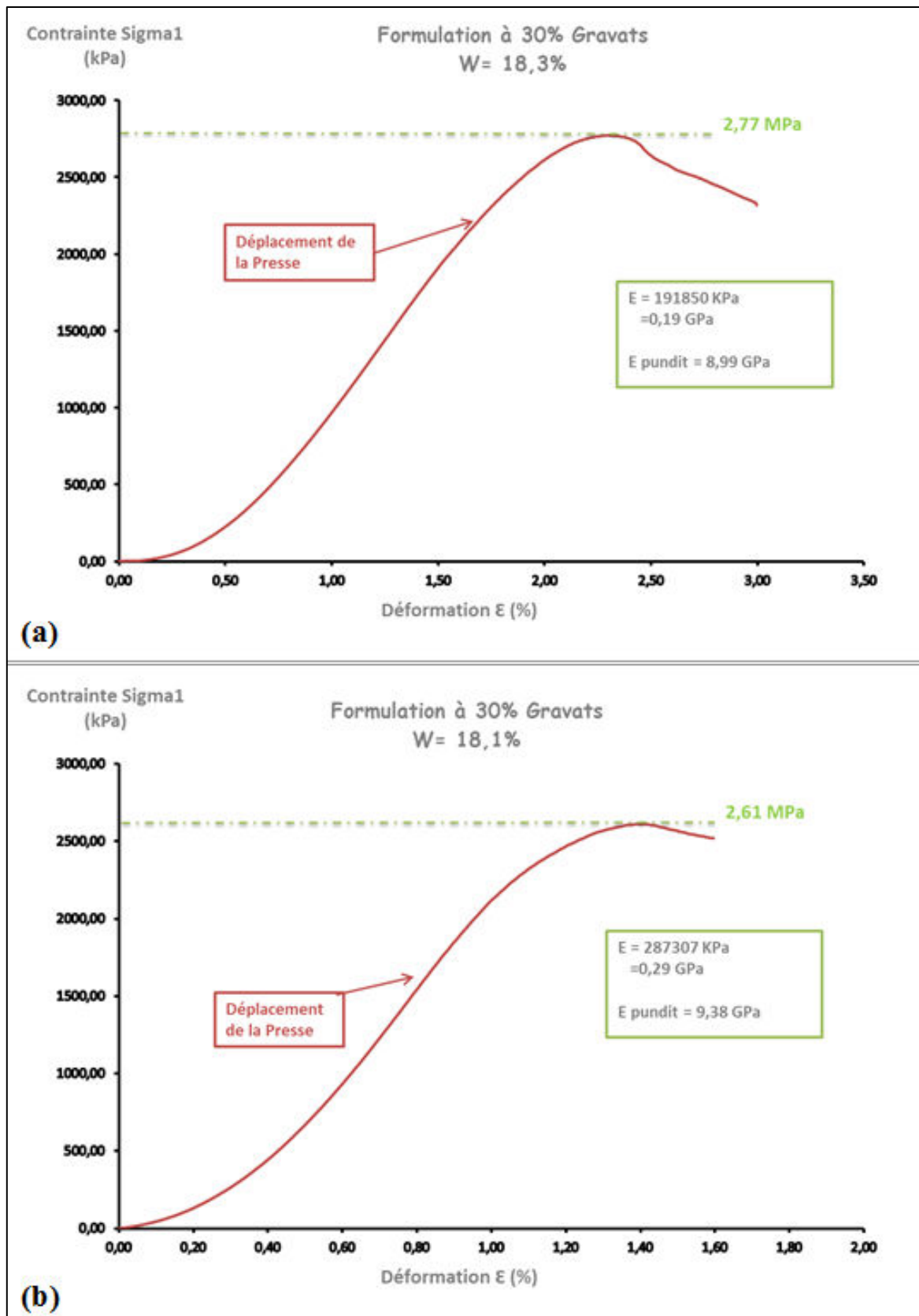


Figure 222. Résistance à la compression simple à 52 jours de cure pour la formulation du béton de terre avec ajout de 30% de granulats.



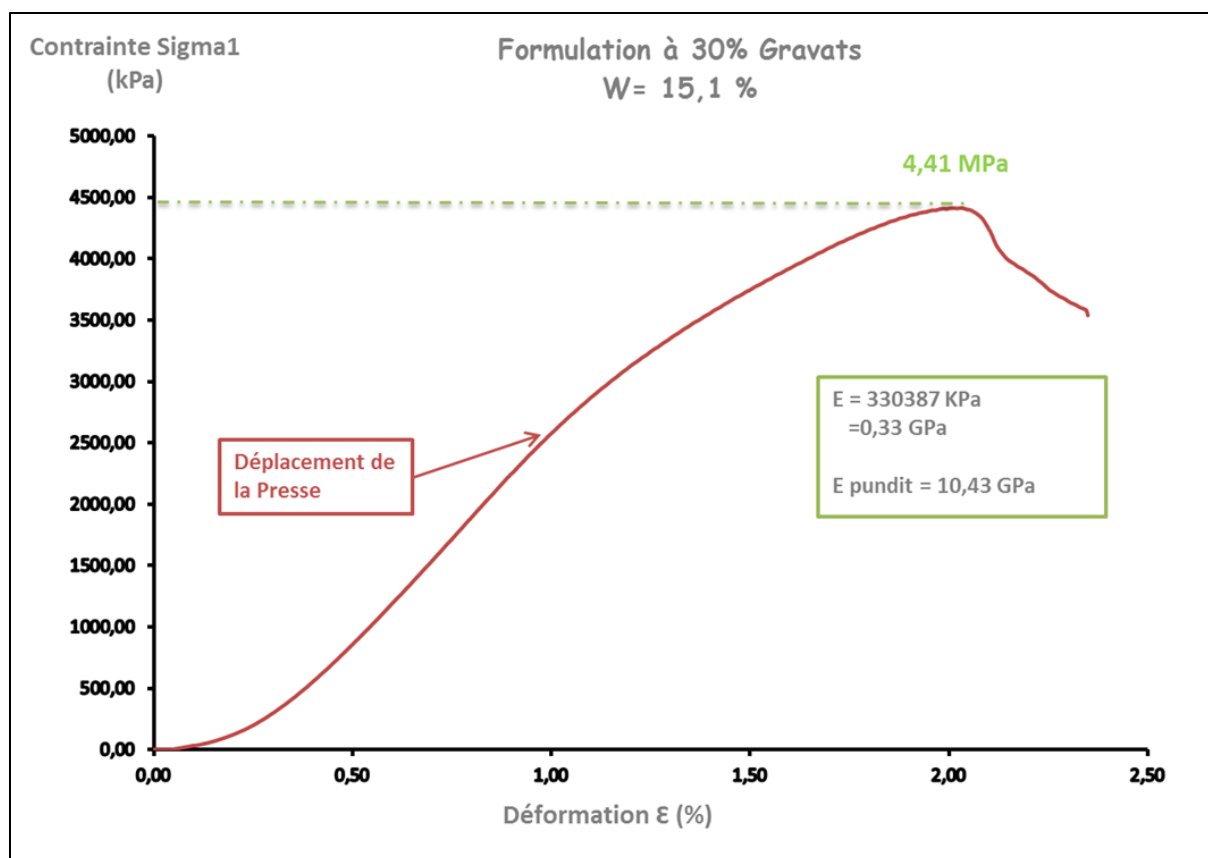


Figure 223. Résistance à la compression simple à 95 jours de cure pour la formulation du béton de terre avec ajout de 30% de granulats.

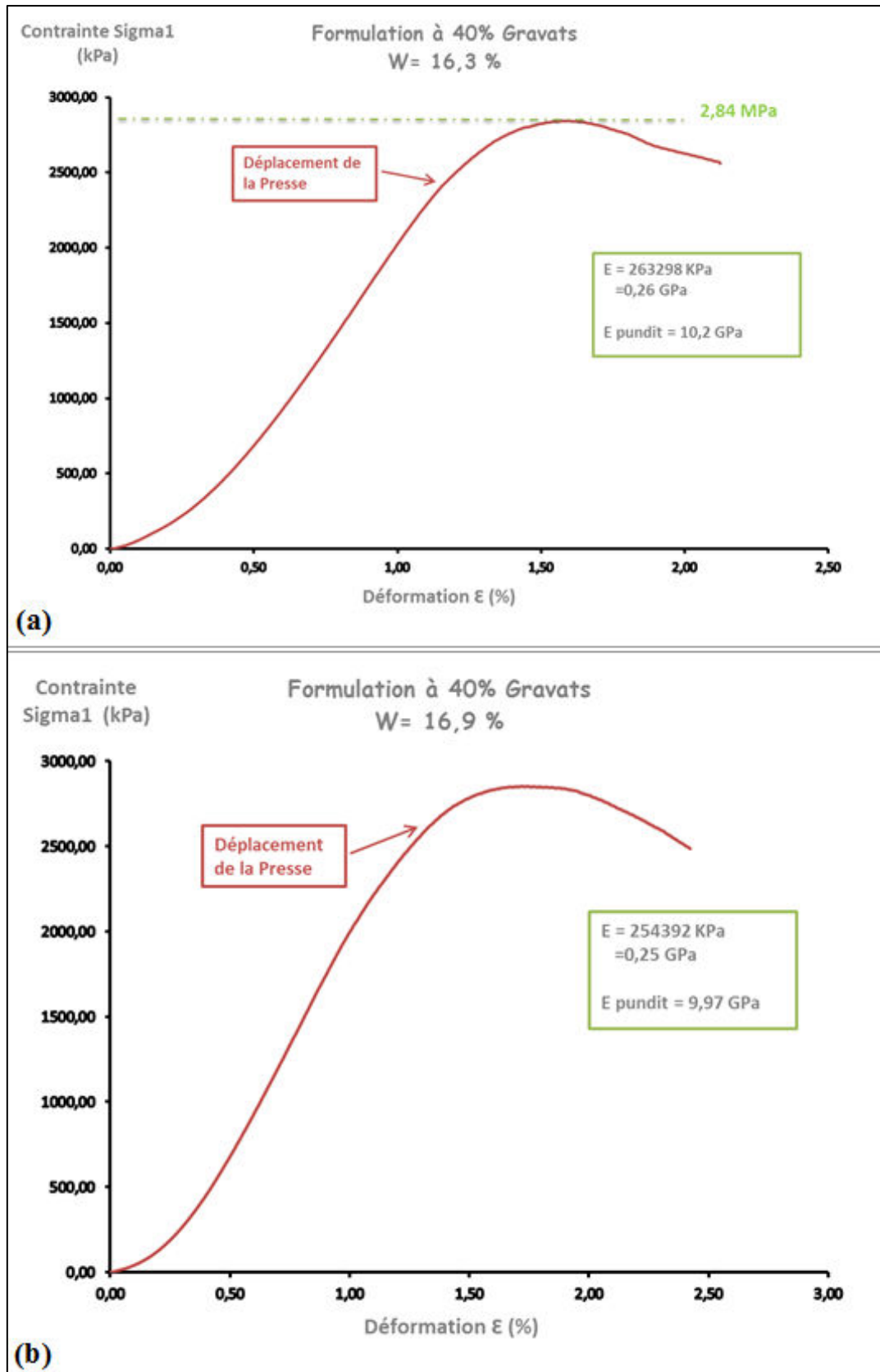


Figure 224. Résistance à la compression simple à 54 jours de cure pour la formulation du béton de terre avec ajout de 40% de granulats.

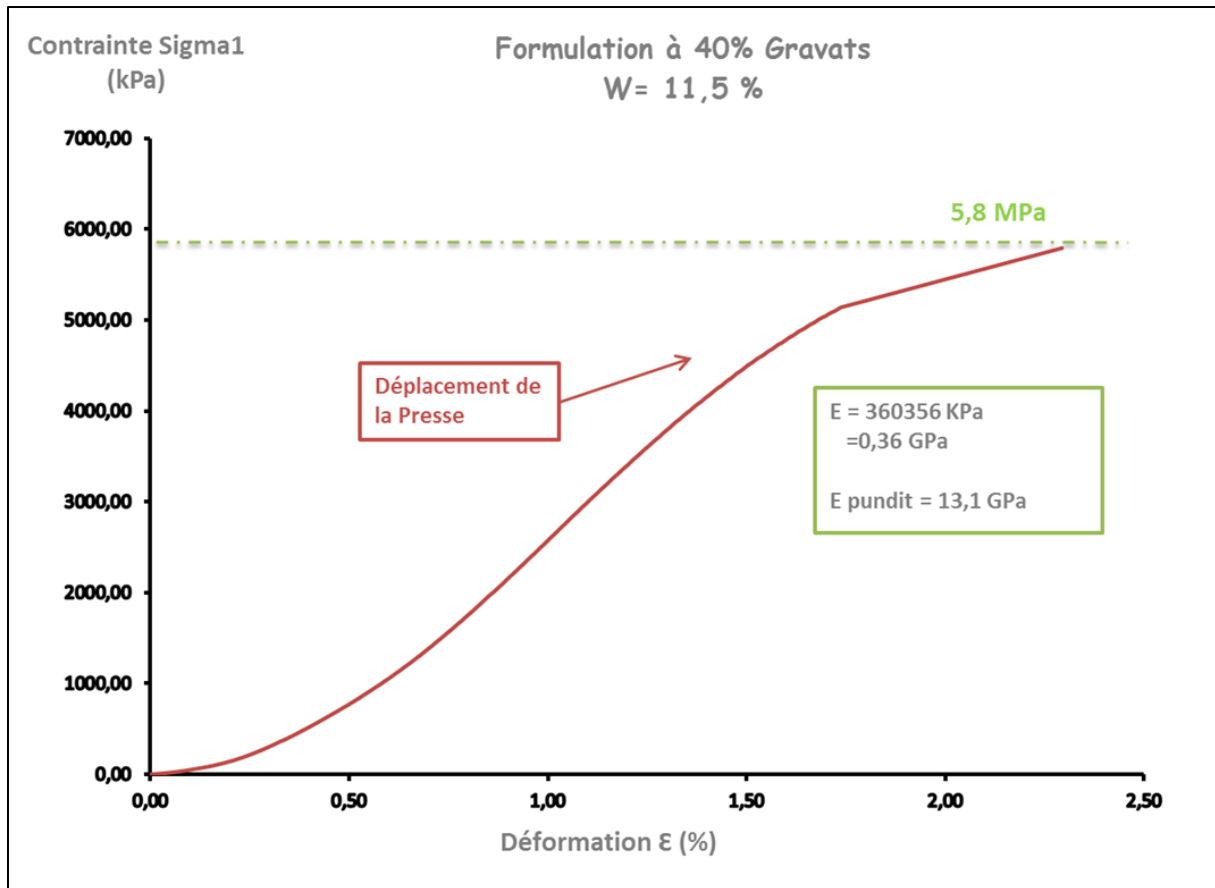


Figure 225. Résistance à la compression simple à 95 jours de cure pour la formulation du béton de terre avec ajout de 40% de granulats.



**RÉSUMÉ.** *Durant ce travail de thèse, nous nous sommes intéressés au comportement hydromécanique d'un éco-géo-matériau à base de terre crue. Différents aspects ont été traités visant l'optimisation de sa formulation et aussi ses interactions avec les renforts. Nous avons tenté de lever trois verrous scientifiques : l'optimisation des interactions physico-chimiques argiles-liants, l'identification des mécanismes de fissuration en relation avec la succion, et les interactions électrochimiques sol-armatures en acier.*

*L'ajout de la chaux impose le comportement du sol à court terme et favorise le gain en résistance en rendant le milieu plus alcalin. Nous avons montré qu'à l'aide d'une mesure macroscopique, la conductivité électrique, nous pouvons suivre les interactions sol-liants.*

*Lors de la dessiccation d'un sol argileux, le retrait global est homogène. Une déformation locale hétérogène induit des contraintes de traction responsables de l'apparition des fissures. L'ajout des renforts réduit le pourcentage de fissuration d'un facteur 10. La succion générée lors du séchage est interprétée en termes de contraintes de traction.*

*Le contact entre la terre et l'acier entraîne des réactions d'oxydoréduction dont le produit est la corrosion. Trois familles d'argiles ont été testées. La vitesse de corrosion obtenue est de l'ordre de  $3\mu\text{m}/\text{an}$ .*

**ABSTRACT.** *Throughout this thesis, we are interested in hydro-mechanical behavior of an eco-geo-material based on raw earth. Different aspects have been treated viewing the optimization of his formulation as well as its interactions with the reinforcements. We have tried to resolve the following three scientific locks: the optimization of the physical-chemical clay-binders' interactions, the identification of the mechanisms of cracking in relation with the suction and the electrochemical soil-iron interactions.*

*Adding lime imposes the behavior of the soil and improves its resistance by making the environment more alkaline. We showed that we can follow soil-binders' interactions by using the electrical conductivity technique.*

*During desiccation of a clayey soil, global shrinkage is homogenous. A heterogonous local deformation induces tensile stress responsible of cracking. Adding reinforcement reduces crack ratio by a factor 10. Suction generated during drying is interpreted in terms of tensile stresses.*

*Interaction between earth and metal allows oxydo-reduction reactions producing corrosion. Three type of clay were tested. Corrosion speed is about  $3\mu\text{m}/\text{year}$ .*

**MOTS-CLÉS:** *terre crue, interaction sol-liants, fissuration, corrosion*

**KEY WORDS:** *raw earth, soil-binders interactions, cracking, corrosion*

---