HAL
open science

Formulation et renforts de blocs en matériau terre pour une utilisation structurelle

Simon Guiheneuf

To cite this version:

Simon Guiheneuf. Formulation et renforts de blocs en matériau terre pour une utilisation structurelle. Construction durable. INSA de Rennes, 2020. Français. NNT : 2020ISAR0007 . tel-03194559

HAL Id: tel-03194559

https://theses.hal.science/tel-03194559

Submitted on 9 Apr 2021

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.

THÈSE DE DOCTORAT DE

L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUÉES RENNES

ECOLE DOCTORALE N° 602
Sciences pour l'Ingénieur
Spécialité : *Génie Civil*

Par
Simon GUIHÉNEUF

Formulation et renforts de blocs en matériau terre pour une utilisation structurelle

Thèse présentée et soutenue à Rennes, le 3 Décembre 2020
Unité de recherche : LGCGM
Thèse N° : 20ISAR 23 / D20 - 23

Rapporteurs avant soutenance :

Jean-Emmanuel Aubert	Professeur des Universités - Université Toulouse III – Paul Sabatier
Guillaume Habert	Professeur – ETH Zürich

Composition du Jury :

Président :	Olivier Plé	Professeur des Universités – Université Savoie Mont Blanc
Examinateurs :	Jean-Emmanuel Aubert	Professeur des Universités - Université Toulouse III – Paul Sabatier
	Guillaume Habert	Professeur – ETH Zürich
	Sandrine Rosin-Paumier	Maitre de conférences – Université de Lorraine
Dir. de thèse :	Damien Rangeard	Maitre de conférences – HDR - INSA de Rennes
Co-dir. de thèse :	Arnaud Perrot	Maitre de conférences – HDR – Université Bretagne Sud

Remerciements

Les premières pages de ce rapport, sont pourtant les dernières à être écrites au cours de mes trois années de thèse. Elles sont pour moi l'occasion de remercier toutes les personnes rencontrées qui m'ont accompagné, épaulé et conseillé de près ou de loin lors de ce travail. Ainsi, ces quelques lignes qui peuvent paraitre anodines comptent beaucoup pour moi.

Je tiens d'abord à remercier Arnaud Perrot et Damien Rangeard, mes co-directeurs de thèse qui m'ont accompagné au quotidien dans mes travaux. Leurs conseils précieux et leur soutien tout au long de ces trois années de thèse m'ont toujours permis d'avancer dans ma réflexion, de faire évoluer mes travaux et de parvenir à ce résultat. Leurs connaissances et leurs qualités humaines m'ont accompagné, toujours avec bienveillance, au cours de ces trois années de travail. À la fin de cette thèse je ne peux que me rendre compte du privilège que j'ai eu de pouvoir travailler à leurs côtés. Pour cela je les remercie vivement et je ne peux que souhaiter pouvoir continuer travailler avec eux dans ma future carrière de chercheur.

Je tiens aussi à remercier tous les membres du jury de cette thèse pour avoir pris le temps d'étudier et d'analyser ce manuscrit, pour leurs retours, leurs questions et leurs encouragements qui me permettent d'envisager de nombreuses pistes pour mes travaux de recherche futurs sur ce thème. Les débats et les échanges passionnants que nous avons eu à la suite de ma soutenance sont pour moi d'une grande aide pour prendre du recul sur mes travaux. Je remercie donc Guillaume Habert et Jean-Emmanuel Aubert pour avoir accepté de rapporter cette thèse et pour s'être intéressé à mes travaux au cours de ma thèse bien avant la lecture de mon manuscrit. Je remercie aussi Olivier Plé pour avoir accepté de présider ce jury et enfin je remercie Sandrine Rosin-Paumier pour avoir accepté de prendre part à ce jury et pour avoir accepté de travailler sur un aspect expérimental de cette thèse avec certains de ses étudiants à Nancy.

Si j'ai pu mettre en avant les résultats d'un travail expérimental assez conséquent dans ce manuscrit, je n'aurais jamais pu le réaliser sans l'aide de différentes personnes. J'ai eu la chance de travailler sur certains aspects avec Thibault Cusin, Mathieu Audren, Mathilde Cocheteux et Quang Hai Long Pham qui m'ont aidé lors de différentes périodes de stages (stages de Master 2 Recherche ou de Master 1). La qualité de leurs travaux expérimentaux, leurs qualités humaines, leurs connaissances, leur efficacité et leurs analyses pertinentes m'ont ainsi permis de multiplier les études, de les valoriser dans des publications ainsi que dans cette thèse. Pour tout cela je les remercie et je souhaite bien entendu pouvoir continuer à travailler et échanger autour de ces sujets de recherche s'ils continuent dans le domaine de la recherche. Je remercie aussi Yohan Jacquet pour ses différents coups de main précieux, ses qualités humaines et son efficacité impressionnante (je te remercie aussi pour les fois où tu m'as hébergé à Lorient).

Je tiens aussi à remercier tous les collègues du laboratoire LGCGM, de la PFT GCM ou du département Génie Civil de l'INSA que j'ai pu rencontrer lors de ces trois années de travaux, m'ayant aidé sur certains points expérimentaux et avec qui j'ai pu échanger : je pense à Florence Collet, Sylvie Prétot, Patrice Estellé, Christophe Lanos, Anabelle Phelipot-Mardelé, Samuel Masson, Laurent Molez, Pascal Dupont, Frédéric Marie, Raphaël Léon, Anne Foutel-Richard, Béranger Arranda, Florence Le Dret, les autres membres du conseil de laboratoire lorsque j'y étais et toutes les personnes que je n'ai pas cité qui se reconnaitront. Je tiens à remercier tout particulièrement Jean-Luc Métayer et Emmanuelle Caret pour leur soutien, leur aide, leur disponibilité et les longues discussions que nous avons pu avoir au cours de mes trois années. Je tiens aussi à remercier chaleureusement tous les collègues doctorant(e)s et jeunes chercheurs que j'ai pu fréquenter au LGCGM lors de ces trois années : Moussa Ka, Damien Gaudrel, Valentin Colson, Samah Hamze, Nelson Alvarado, Lina Ammar, Chuan Chen, Boyuan Yang, Pengzhi Wang, Salif Sy, Josue Yokopi, Qingxiang Xiong, Yeakleang Muy, Sokvisal Mom, Jean-Baptiste Besnard, Jérôme Claverie, Clémence Lepourry, Camille Follet et Marwan Johra, ainsi que toutes les personnes que j'ai pu oublier.

Aussi je tiens à remercier Théo Vinceslas qui m'a accueilli plusieurs fois à l'UBS à Lorient lors de sa thèse et de son année d'ATER, avec qui j'ai pu discuter régulièrement à propos de nos sujets de recherche à Lorient ou lors de conférences. Je tiens aussi à remercier mes nouveaux collègues de l'UBS et de l'IRDL qui m'ont intégré rapidement au sein de la filière.

Sans le programme de R&D ECOMATERRE porté par l'IAUR et l'association Accroterre à Rennes je n'aurais jamais pu effectuer ma thèse. Je tiens donc à remercier particulièrement Solenn Follezou pour ses grandes qualités humaines, ses questions et son accompagnement constant au cours de mes 3 années de thèse. Je tiens aussi à remercier André Sauvage, Gilbert Gaultier, Jean-Pascal Josselin et Rozenn Le Bouar, membres de l'IAUR ou d'Accroterre pour leur accompagnement. Aussi je remercie plus généralement tous les membres d'ECOMATERRE, artisans, chercheurs, architectes et autres acteurs du secteur pour les débats passionnés auxquels j'ai eu le privilège de participer.

Enfin mes prochains mots vont à tous les amis et ma famille qui m'ont accompagné, supporté et soutenu lors de ces travaux : sans eux mes travaux n'auraient que peu de valeur. Je tiens ainsi à remercier tous les amis du bois de l'ENSTIB, chasseurs d'oies sauvages et adeptes du street golf, du Koanda et de la 42ème section des surfeurs tribord. Je pense notamment à Alice, Vincent, Nico, Guillaume, Valentin, Simon, Cécilia, Totor, Benoit, Rémi, Nino. Je remercie bien sûr mon cher Clément Guénégo, architecte de renom, mais surtout grand ami (pas par la taille mais certainement par l'esprit) m'ayant hébergé régulièrement à Nantes et étant un sacrément chouette copain de rigolade et de week-ends entre amis pré-confinements. Je remercie aussi tous les copains Simon : je pense bien sûr à Simon, Simon, Simon, Simon, Simon, Simon et Simon. Je remercie tous les anciens camarades de l'INSA ayant continué à me soutenir : Lucas, Léna, Maël, Vithouna, ainsi que tous les copains copines Fusionners. Puis je me dois de remercier les amis de la Troupe Utile Rennaise d'Improvisation (Turi Ukwa) ainsi que les différents copains musiciens avec qui j'ai pu jouer sur Rennes (depuis Octopulse jusqu'à Troupe Jambú). Aussi je remercie mes camarades de confinement Strasbourgeois (Gaia, Coco et Romain). Je remercie ensuite les copains copines du Rock à Binic et de l'association Cœurs Résistants : Colas, Juliette, Louise, Simon, Lisa, Mathieu, Camille. Aussi je remercie les copains de Sark, Lucy et Dan pour être un chouette couple de copains. Je pense enfin à tous mes copains copines de Rennes de toujours, ou de longtemps : Paul, Samuel, Margot, Théo, Mathieu et Maé, Pierre Trombone, Balou, Léo, Gaston, Max, Kiki, Alan et tous ceux que j'ai pu oublier. Bien sûr je remercie grandement ma famille, Papa et Maman qui m'ont toujours soutenu, mes très chères sœurs : Adèle, Juliette et Eve et leurs compagnons de route : Simon et Tristan, tous les cousins cousines, oncles, tantes et grands-parents ainsi que les amis proches de la famille qui m'ont toujours soutenu. J'ai la chance de vous avoir comme famille, j'en suis bien conscient et heureux.

Enfin mes derniers mots sont pour toi Mélanie, je t'ai rencontré au début de ma thèse et aujourd'hui je compte bien rester avec toi jusqu'à la fin de ma vie. Il y a peu de mots qui peuvent décrire à quel point je suis reconnaissant de t'avoir eu à mes côtés aussi bien dans mes moments de doute que dans les moments de bonheur au long de ces années de thèse. Lors notre première rencontre, qui aurait cru que trois années après t'avoir rencontré il se soit passé autant de choses et que nous fonderions une famille ? Merci aussi à toi de supporter ma mauvaise foi, mes mauvaises blagues et mes mauvais gouts musicaux que je me plais à partager quotidiennement. Je te remercie pour tout cela et pour faire de moi chaque jour passé à tes côtés une personne meilleure je le crois.

Sommaire

Remerciements....3
Sommaire....5
Table des figures....9
Table des tableaux....16
Nomenclature....18
Introduction....20
1. Contexte environnemental et sociétal....20
2. Impacts environnementaux du secteur du bâtiment....20
3. De l'importance de construire en matériaux bio et géo-sourcés....21
4. La terre crue, une opportunité locale ? Projet de recherche ECOMATERRE....21
5. Plan de la thèse....22
I. État de l'art....24
1. Le matériau « terre crue » pour la construction : potentiel et limites....24
a) Un matériau de construction ancestral....24
b) Un matériau de construction d'avenir....26
c) Pourquoi peut-on construire en terre crue?....27
d) Des freins à son développement....40
2. Actions sur la rhéologie du matériau terre crue : les dispersants....42
3. Optimiser le mode de mise en œuvre pour renforcer le matériau terre crue....44
a) Les évolutions récentes de la construction vernaculaire....44
b) Des évolutions plus récentes basées sur la mutualisation des savoirs....44
c) Des modes de mise en œuvre de blocs de terre crue sélectionnés....45
4. Les bio-polymères, les bio-procédés et la terre crue....46
a) Les Polysaccharides....47
b) Les lipides....49
c) Protéines....50
d) Tanins....51
e) Biocalcification....52
f) Acides organiques et bases inorganiques....52
g) Effets connus de quelques bio-polymères et bio-procédés sur le matériau terre crue....53
5. Conclusions....54
II. Caractérisation des ressources et des formulations : « De la terre et des bio-polymères »....55
1. Méthodologie envisagée : terres et bio-polymères sélectionnés....55
a) 3 Terres sélectionnées....55
b) Des ajouts bio-sourcés, des bio-procédés et d'autres ajouts utilisés pour leurs potentiels variés 57
2. Caractérisation des terres étudiées : caractéristiques géotechniques, chimiques et minéralogiques .60
a) Méthodes de caractérisation....60

b) Caractérisation des 3 terres sélectionnées 69
3. Détermination des formulations avec ajouts bio-sourcés testées pour chaque terre....79
a) Méthodologie adoptée....79
b) Résultats préliminaires....82
4. Conclusions 85
III. Comportement rhéologique des matériaux formulés, optimisation du matériau au mode de mise en œuvre : « Mettre en œuvre la terre porteuse »....86
1. Modes de mise en œuvre étudiés 87
a) Moulage 87
b) Extrusion 88
c) Compaction....88
d) Vibro-compaction....89
2. Étude rhéologique des différentes formulations 91
a) Méthodes d'étude....91
b) Comportement rhéologique des différentes formulations des terres K, R et S : des dispersants et des viscosants....93
c) Des dispersants efficaces sur certains types d'argiles 108
3. Observations macroscopiques/microscopiques/chimiques 113
a) Analyses des caractéristiques mécaniques des matériaux Terre K et Terre K + HMP 113
b) Mesures de perméabilités intrinsèques au gaz 114
c) Détermination de courbes de rétention (succion) 116
d) Observations de la microstructure au MEB 117
e) Suivi de l'évolution du pH de plusieurs formulations des terres K, R et S.... 119
4. Conclusion : Adapter les différentes formulations aux modes de mise en œuvre choisis. 121
a) Différentes teneurs en eaux optimales selon le mode de mise en œuvre.... 121
b) Optimiser la masse volumique sèche du matériau en utilisant un dispersant.... 122
c) Des ajouts viscosants impactant ces teneurs en eau à la mise en œuvre.... 123
d) Différentes teneurs en eau pour différents modes de mise en œuvre, différentes formulations et différents types de sols 123
IV. Caractéristiques mécaniques des matériaux en service : « assurer la résistance de la terre porteuse » 124
1. Techniques expérimentales 124
a) Procédure d'essai de compression uniaxiale à l'état sec.... 124
b) Essai de compression uniaxiale sur des échantillons préalablement soumis à des cycles humidification/séchage 126
2. Optimisation des caractéristiques mécaniques de la terre par la mise en œuvre 128
a) Compaction ou vibro-compaction : influence de l'effort de compaction appliqué 128
b) Comparaison de quatre modes de mise en œuvre pour différents matériaux étudiés 133
3. Formulations avec des ajouts bio-sourcés : évolution des caractéristiques mécaniques à l'état sec puis en service 139

a) Évolution de la résistance à la compression, et à la flexion avec la teneur en eau 139
b) Impacts des cycles d'humidification/séchage sur les résistances à la compression de formulations choisies des terres K et S..... 146
4. Combinaison d'optimisation du mode de mise en œuvre et de la formulation avec des ajouts bio-sourcés : Caractéristiques mécaniques 150
5. Conclusions 157
V. Durabilité des matériaux : « interactions entre la terre porteuse et l'eau sous différents états » - Vers une normalisation de certains matériaux ?..... 158
1. Étude de l'absorption capillaire de différentes formulations de matériaux..... 158
a) Méthodes d'étude, coefficients d'absorption: analyse critique..... 158
b) Des terres présentant des modèles d'absorption capillaire variés: une indication sur leurs propriétés..... 162
c) Effets des ajouts bio sourcés sur l'absorption capillaire d'eau liquide des terres étudiées 164
2. Étude de la résistance à l'érosion de différentes formulations de matériaux 169
a) Érosion des matériaux de construction en terre crue : méthodes de mesure, dispositif expérimental..... 169
b) Différents paramètres de suivi de l'érosion 175
c) Des ajouts bio-sourcés pour limiter l'érosion finale des matériaux 177
d) Facteurs d'influences de l'érosion des matériaux à base de terre crue, évolution du phénomène au cours d'un essai..... 182
e) Conclusions sur l'étude de l'érodabilité 191
3. Étude de l'angle de contact à la surface de différentes formulations de matériaux 192
a) Méthode de mesure 192
b) Impacts des ajouts bio-sourcés sur l'angle de contact d'une goutte d'eau à la surface de blocs de terre crue..... 192
4. Perméabilité à la vapeur d'eau de formulations choisies 196
a) Méthode de mesure 196
b) Evolution de la perméabilité à la vapeur sur des formulations choisies de la terre S..... 196
5. Vers une normalisation ? Essais de la norme AFNOR XP P 13-901 : analyse critique..... 198
a) Matériaux et méthodes 199
b) Étude des résistances après immersion, suivi de la diffusion d'eau dans les matériaux immergés et analyse critique de l'essai de la norme XP P 13-901..... 201
6. Conclusions 213
Conclusions 214
1. Conclusions des travaux 214
2. Perspectives de recherche..... 218
Bibliographie 220
VI. Annexes..... 236
1. Annexe 1 : Fiches d'identité des trois terres K, R et S. 236
a) Terre K 236

b) Terre R 237

c) Terre S 238

2. Annexe 2 : Résistances à la compression et modules d'élasticités obtenus pour différentes formulations des terres K, R et S mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction. 239

3. Annexe 3 : Limites pour la détermination des valeurs d'A_{cap} 242

4. Annexe 4 : Potentielles utilisations de formulations des terres K, R et S au regard de leur résistance à l'érosion, selon la méthode de Frencham. 247

5. Annexe 5 : Évolution de la hauteur moyenne de front d'érosion au cours de l'essai pour plusieurs formulations de la terre R. 249

6. Annexe 6 : Paramètres t_1, V_1 et t_2 déterminés lors du suivi de l'évolution de l'érosion pour toutes les formulations testées 250

7. Annexe 7 : Angles de contact observés instantanément à la surface d'échantillons extrudés ou compactés de différentes formulations des terres K, R et S. 252

8. Annexe 8 : Évolutions d'angles de contacts à la surface d'échantillons extrudés ou compactés de différentes formulations des terres K, R et S. 257

9. Annexe 9 : Aspects internes des éprouvettes testées en compression après immersion selon des procédures inspirées par la norme XP P 13-901, évolution des fronts d'humidité 259

10. Annexe 10 : Évolutions des teneurs en eaux et des résistances à la compression en fonction du temps d'immersion d'éprouvettes moulées 40*40*160 mm^3 de 2 formulations de la terre S 260

11. Annexe 11 : Résistances à la compression à l'état sec d'éprouvettes de tailles différentes pour deux formulations données 261

Table des figures

Figure I-1: Schéma des différents procédés constructifs à partir du matériau terre d'après Houben et al. [21] 24
Figure I-2: Schéma structural du massif armoricain d'après Le Cor[58] 28
Figure I-3: Coupe verticale de matériaux altérés de la surface au substratum (roche non-altérée) selon les définitions de différents champs disciplinaires selon E. Hamard [28] 29
Figure I-4: Les 3 phases d'un sol et leur représentation schématique d'après [60] 30
Figure I-5: Matrice de consistance inspirée du "test Carazas" réalisée sur 28 terres bretonnes et normandes différentes [35] (Crédit photo : Théo Vinceslas) 30
Figure I-6: Représentation schématique d'une couche octaédrique (a) et d'une couche tétraédrique (b) [71] 32
Figure I-7: Représentation schématique des structures 1:1 et 2:1 des feuillets d'argiles [69] 33
Figure I-8: Schéma des ponts capillaires se formant entre les argiles, à très faible teneur en eau, assurant la cohésion de la terre, adapté de [65, 67, 72] 34
Figure I-9: Différents modes d'associations des particules argileuses en suspension : (a) Dispersé et défloculé. (b) agrégé et défloculé (association face-face). (c) Floculé bord-face et dispersé. (d) Floculé bord-bord et dispersé). (e) Floculé bord face et agrégé. (f) Floculé bord-bord et agrégé. (g) Floculé bord-face et bord-bord et agrégé ». D'après [63] 35
Figure I-10: Tentative de classement des argiles selon leur activité 37
Figure I-11: Caractéristiques géotechniques recommandées pour 3 modes de mise en œuvre différents du matériau terre crue: Adobes, pisé, BTC d'après [21, 23, 85]. Sur les figures (a) et (b) « CEB » correspond à des BTC, « Rammed earth » correspond au pisé. La figure(a) présente les gammes de limites de liquidité et d'indices de plasticité optimales et la figure (b) présente des optimums de teneur en eau et de masse volumique sèche. 39
Figure I-12: Évolution de la résistance à la compression de différents blocs de terre crue avec leur teneur en eau d'après [88] 40
Figure I-13: Évolution de la résistance mécanique d'échantillons de terre crue en fonction de la masse volumique sèche, pour différents modes de mise en œuvre, avec et sans dispersant Na-HMP [111] 42
Figure I-14 : Schéma des répulsions électrostatiques (a) et stérique (b) entre deux particules d'après [118]43
Figure I-15: Représentation schématique des consistances visées des terres mises en œuvre selon différents procédés (Crédit photo « état liquide » : Gnanli Landrou [39], Crédit photo « état plastique » : Arnaud Perrot [132], Crédit photo « état humide » ECOMATERRE©) 46
Figure I-16: Structure des alginates et chélatation de cations Ca^{2+} selon Andersen et al. [146] 48
Figure I-17: Unité structurelle de gomme xanthane selon Becker et al.[148] 48
Figure I-18: Deux mécanismes proposés d'interaction de la gomme xanthane avec (a) un sol grossier et (b) un sol fin. Le gel de xanthane crée un gel qui lie entre eux les grains grossiers du sol grossier (a). Les particules de gomme xanthane interagissent directement avec les surfaces des argiles électriquement chargées pour créer des fortes liaisons hydrogènes au sein du sol fin (b)[150] 49
Figure I-19: Représentation schématique des réactions d'oxydation-polymérisation des lipides selon K. Schaih [154] 50
Figure I-20: Différentes conformations des micelles de caséine selon le pH du milieu étudié d'après Horne [155] 51
Figure I-21: Structures chimiques des 4 types de tanins rencontrés [120, 156] 52
Figure I-22: Réaction chimique lors de la Bio-calcification [123] 52
Figure II-1:Lieux de prélèvement des 3 terres sélectionnées 55
Figure II-2: Aspect des 3 terres différentes étudiées 56
Figure II-3: Outils normalisés nécessaire à l'essai Proctor Normal selon NF P 94-093[84] 62
Figure II-4: Dispositif automatisé utilisé pour les mesures au cône tombant (a) et types des cônes préconisés (b) par la norme NF EN ISO 17892-12[83] 63
Figure II-5: Dispositif de mesure du retrait linéique sur la terre S 64

Figure II-6: Détermination de la valeur au bleu de méthylène du sol théorie(a), taches de bleu de méthylène sur papier filtre(b) d'après [180] 65
Figure II-7: Distribution granulométrique du Kaolin, du sable fin et du sable normalisé utilisés d'après [111] 69
Figure II-8: Représentations graphiques de la méthode utilisée pour formuler les mélanges (a) binaire (Kaolin+Sable Fin) et (b) ternaire (Kaolin+Sable Fin+Sable Normalisé: Terre K) 70
Figure II-9: Distribution granulométrique des 3 terres étudiées : K R et S 70
Figure II-10: Résultats des essais Proctor pour les terres K, R et S 72
Figure II-11: Diffractogrammes terre R (a) naturelle et (b) traitée à l'éthylène glycol ou thermolysée interprétées à l'aide de [184, 186, 187] 74
Figure II-12: Diffractogrammes terre S (a) naturelle et (b) traitée à l'éthylène glycol ou thermolysée interprétées à l'aide de [184, 186, 187] 75
Figure II-13: ATD-TG des trois terres étudiées (a) courbes thormopondérales, (b) dérivées des courbes thermopondérales et (c) courbes thermiques différentielles 76
Figure III-1: Rhéogrammes : types de fluides aux comportements rhéologiques différents d'après [196] ..86
Figure III-2: Quatre procédés de mise en œuvre différents étudiés lors de ces travaux de thèse : (a) demi-éprouvette 40*40*160 de la terre S testée en compression, (b) terre K mise en œuvre par extrusion, (c) moule de compaction et éprouvettes des terres K, R et S compactées, (d) moule de compaction avec des vibreurs à air comprimé installés sous une presse Zwick Roell lors d'une vibro-compaction. 90
Figure III-3: Évolution de l'enfoncement au cône en fonction de la teneur en eau pour certaine formulation de la fraction fine de la terre K réduisant la limite de liquidité du mélange. 93
Figure III-4 : Évolution de l'enfoncement au cône en fonction de la teneur en eau pour certaines formulations de la fraction fine de la terre K augmentant la limite de liquidité du mélange ou ne la faisant pas évoluer. 94
Figure III-5: Évolution des limites de liquidité W_l des trois terres K, R et S selon leur formulation 97
Figure III-6: Évolution des limites de plasticité W_p des trois terres K, R et S selon leur formulation 97
Figure III-7: Évolution des contraintes de cisaillement à faible vitesse (0,01 s^{-1}) pour plusieurs formulations de la terre K mise en œuvre à une teneur en eau visée correspondant à sa limite de liquidité naturelle 99
Figure III-8: Rhéogrammes de plusieurs formulations de la terre K mise en oeuvre à une teneur en eau visée correspondant à sa limite de liquidité naturelle 100
Figure III-9: Variations des taux de cisaillement à vitesse constante mesurés pour les terres K, R et S formulées avec les ajouts Xan(0,5%), HDL(2%) et HMP(0,25%) à une teneur en eau visée correspondant à la limite de liquidité naturelle des terres étudiées 101
Figure III-10: Évolution du seuil de cisaillement à faible vitesse $\tau(0{,}01 s^{-1})$ et des courbes d'écoulement de de plusieurs formulations la fraction fine de la terre K en fonction du dosage en HMP à une teneur en eau visée correspondant à sa limite de liquidité naturelle 102
Figure III-11: Variations des taux de cisaillement à vitesse constante mesurés pour les terres K, R et S formulées avec du HMP à différents dosages à une teneur en eau visée correspondant à la limite de liquidité naturelle des terres étudiées 103
Figure III-12: Variations des seuils d'écoulement τ_0 et des viscosités apparentes μ mesurés pour les terres K, R et S formulées avec du HMP à différents dosages à une teneur en eau visée correspondant à la limite de liquidité naturelle des terres étudiées 103
Figure III-13: Droites de Mohr-Coulomb obtenues pour les trois terres K, R et S à une consistance adaptée à l'extrusion 106
Figure III-14: Droites de Mohr-Coulomb obtenues pour différentes formulations de la terre K à une consistance adaptée à l'extrusion 107
Figure III-15: Variations des limites de liquidité des terres K, R, S et N formulées avec des ajouts identifiés comme dispersants 109
Figure III-16: Seuils de cisaillement à faible vitesse et courbes d'écoulements obtenues lors de la pré-étude au rhéomètre sur les échantillons grossiers de terre N, à une teneur en eau visée équivalente à sa limite de liquidité 109

Figure III-17: Seuils de cisaillement à faible vitesse et courbes d'écoulements obtenues sur les fractions fines de terre N, à une teneur en eau visée équivalente à sa limite de liquidité 110
Figure III-18: Variations des différents paramètres obtenus au rhéomètre pour plusieurs formulations de la terre N avec des potentiels dispersants à une teneur en eau visée correspondant à sa limite de liquidité naturelle 111
Figure III-19: Variations des limites de liquidité après ajout de HMP (1%) pour la terre N mélangée avec de la kaolinite en différentes proportions 112
Figure III-20: Résistances à la compression à l'état sec en fonction de la masse volumique sèche de la terre K formulée avec ou sans HMP et mise en oeuvre selon plusieurs procédés 114
Figure III-21: Quelques valeurs de perméabilités intrinsèques mesurées sur la terre K et la terre K formulée avec du HMP représentées en fonction de la masse volumique sèche des échantillons 115
Figure III-22: Courbes de rétention obtenues pour différentes formulations de la terre K avec du HMP117
Figure III-23: Observation au MEB de la terre K seule à l'état sec 119
Figure III-24: Observation au MEB de la formulation terre K + HMP à l'état sec 119
Figure III-25: Observation au MEB de la formulation terre K +Ac. Citr. pH2 à l'état sec 119
Figure III-26: Observation au MEB de la formulation terre K + tan à l'état sec 119
Figure III-27: Influence de la teneur en eau initiale sur la masse volumique sèche des échantillons pour différents modes de mise en œuvre 122
Figure IV-1: Différentes formes d'éprouvettes étudiées dans cette campagne expérimentale. (a) demi-éprouvette moulée 40*40*160 mm3, (b) éprouvettes cylindriques (H=70 mm, D=70 mm) compactées ou vibro-compactées, (c) éprouvettes cylindiques extrudées (H=35 mm, D=35 mm) 125
Figure IV-2: Exploitation de l'essai de compression réalisé sur une éprouvette vibro-compactée de la terre S formulée avec des tanins de châtaignier à 0,4% 126
Figure IV-3: Représentation du potentiel effet du cyclage sur les R_c des matériaux formulés 127
Figure IV-4: Évolution de la masse volumique sèche en fonction de la contrainte de compaction : terre K, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée 129
Figure IV-5: Évolution de la résistance à la compression sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre K, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée 129
Figure IV-6: Évolution de la masse volumique sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre R, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée 129
Figure IV-7: Évolution de la résistance à la compression sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre R, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée 129
Figure IV-8: Évolution de la masse volumique sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre S, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée 129
Figure IV-9: Évolution de la résistance à la compression sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre S, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée 129
Figure IV-10: Évolution des modules d'élasticité fonction de la contrainte de compaction pour la terre K, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée 130
Figure IV-11: Évolution des modules d'élasticité fonction de la contrainte de compaction pour la terre R, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée 130
Figure IV-12: Évolution des modules d'élasticité fonction de la contrainte de compaction pour la terre S, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée 130
Figure IV-13: Évolution de la contrainte de compaction avec le déplacement de la presse durant la compaction ou la vibro-compaction 132
Figure IV-14: Évolution de la résistance à la compression Rc (MPa) en fonction de la masse volumique sèche pour les trois terres K, R et S mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction 134
Figure IV-15: Évolution de la résistance à la compression Rc (MPa) en fonction de la masse volumique sèche pour les trois terres K, R et S formulées avec du HMP mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction 136
Figure IV-16: Évolution des modules d'élasticité (MPa) en fonction de la masse volumique sèche pour les trois terres K, R et S mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction 137

Figure IV-17: Évolution des modules d'élasticité (MPa) en fonction de la masse volumique sèche pour les trois terres K, R et S formulées avec du HMP mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction 138
Figure IV-18: Évolution de la résistance à la compression en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K 140
Figure IV-19: Évolution de la résistance à la compression en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S 140
Figure IV-20: Évolution de la résistance à la compression en fonction du temps passé en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K 140
Figure IV-21: Évolution de la résistance à la compression en fonction du temps passé en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S 140
Figure IV-22: Évolution de la teneur en eau des matériaux en fonction du temps passé en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K 141
Figure IV-23: Évolution de la teneur en eau des matériaux en fonction du temps passé en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S 141
Figure IV-24: Évolution de la résistance à la flexion en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K 141
Figure IV-25: Évolution de la résistance à la flexion en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S 141
Figure IV-26: Évolution du module d'élasticité en compression en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K 142
Figure IV-27: Évolution du module d'élasticité en compression en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S 142
Figure IV-28: Éprouvettes compactées et vibro-compactées de différentes formulations des terres K, R et S 150
Figure IV-29: Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m^3) pour certaines formulations de la terre K en fonction de leurs modes de mise en œuvre 151
Figure IV-30: Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m^3) pour certaines formulations de la terre R en fonction de leurs modes de mise en œuvre 152
Figure IV-31: Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m^3) pour certaines formulations de la terre S en fonction de leurs modes de mise en œuvre 153
Figure IV-32: Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m^3) pour certaines formulations de la terre K en fonction de leurs modes de mise en œuvre 154
Figure IV-33: Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m^3) pour certaines formulations de la terre R en fonction de leurs modes de mise en œuvre 155
Figure IV-34: Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m^3) pour certaines formulations de la terre S en fonction de leurs modes de mise en œuvre 156
Figure V-1: Représentation schématique du dispositif expérimental d'absorption élaboré 159
Figure V-2: Courbe d'absorption pour un échantillon de la terre R, 3 méthodes de détermination des valeurs de A_{cap} 160

Figure V-3: Trois types de comportements pour différentes formulations de terre soumises aux essais d'absorption d'eau capillaire 161
Figure V-4: Courbes d'absorption capillaire pour les terres K, R et S seules$ 163
Figure V-5: Valeurs de w_{cap} et d'A_{cap} pour différentes formulations des terres K, R et S 165
Figure V-6: Évolution des valeurs d'A_{cap}/n en fonction des masses volumiques sèches mesurées pour différents échantillons de la terre K 166
Figure V-7: Schémas de dispositifs d'essais d'érosion différents : (a) Reddy and Jagadish spray test [244] (b) Yttrup drip test [246] 170
Figure V-8: Représentation schématique des différentes sources d'érosion possibles pour un mur en terre crue dans un bâtiment, adapté de C. Beckett et al. [249] 171
Figure V-9: Schéma du dispositif expérimental d'essai d'érosion choisi, adapté de l'essai d'Yttrup [246] . 172
Figure V-10: Évolution de l'érosion et de l'absorption d'eau superficielle d'un échantillon de la terre S soumis à un essai d'érosion 175
Figure V-11: Méthode d'estimation des différentes grandeurs relatives à l'érosion et à l'absorption superficielle au cours de l'essai d'érosion 176
Figure V-12: Exemple de mesures des différents diamètres de l'empreinte érodée après l'essai d'érosion176
Figure V-13 : Valeurs des profondeurs érodées moyennes ($P_{e,moy}$) mesurées pour toutes les formulations des terres K, R et S étudiées 177
Figure V-14: Valeurs des profondeurs érodées moyennes ($P_{e,max}$) mesurées pour toutes les formulations des terres K, R et S étudiées 178
Figure V-15: Valeurs des volumes érodés moyens déterminés par le calcul à l'aide des valeurs de $P_{e,moy}$ et de $D_{e,moy}$ mesurées en prenant en compte une empreinte érodée de forme cylindrique, pour toutes les formulations des terres K, R et S étudiées 180
Figure V-16: Valeurs des volumes érodés moyens déterminés à l'aide de la méthode des billes de silice, pour toutes les formulations des terres K, R et S étudiées 181
Figure V-17: Évolutions des hauteurs de fronts d'érosion $Fe_H(t)$ pour des échantillons présentant une érosion finale nulle, modérée ou importante 183
Figure V-18: Représentation schématique de l'évolution de l'érosion lors des essais 184
Figure V-19: Différentes courbes d'évolution de la hauteur du front d'absorption en fonction du temps lors des essais d'érosion 185
Figure V-20: Valeurs de volumes érodés (cm^3) et de profondeurs érodées (mm) pour différentes compositions de la terre K 187
Figure V-21: Volume érodé mesuré pour différentes formulations de la terre K présentant des teneurs en argile variables 187
Figure V-22 : Évolution des valeurs d'A_{cap}/n avec la teneur en argile pour la terre K - (a) Teneurs en kaolinite de 10% à 30% - (b) Teneurs en kaolinite de 15% à 30% 188
Figure V-23: Evolution des volumes érodés mesurés en fonction de la masse volumique sèche pour la terre K 189
Figure V-24: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations de la terre R : (a) Terre R, (b)Terre R + HMP, (c) Terre R+HMP+HDL(2%) et (d) Terre R+HMP+Xan(0,5%)) 193
Figure V-25: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations extrudées de la terre S en fonction du temps 194
Figure V-26: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations compactées de la terre K en fonction du temps 195
Figure V-27: Prise de masse en fonction du temps durant les essais de perméabilité à la vapeur d'eau – exemple de la terre S 197
Figure V-28: Évolution des coefficient de résistance à la diffusion de vapeur d'eau (μ) en fonction de la masse volumique sèche pour quatre formulations différentes de la terre S 198
Figure V-29: Aspects des demi-éprouvettes 40*40*160 mm^3 de 5 formulations des 3 terres K, R et S après deux heures d'immersion 201

Figure V-30: Résistance à la compression à l'état sec des différentes formulations d'éprouvettes 40*40*160 mm³ testées selon la norme XP P 13-901 202
Figure V-31: Résistance à la compression après immersion de 2 heures et stabilisation de 48 heures en chambre humide des différentes formulations d'éprouvettes 40*40*160 mm3 testées selon la norme XP P 13-901 202
Figure V-32: Résistance à la compression à l'état sec des différentes formulations d'éprouvettes 40*40*160 mm³ testées selon la norme XP P 13-901, 2ème étude 203
Figure V-33: Résistance à la compression après immersion de 2 heures des différentes formulations d'éprouvettes 40*40*160 mm3 testées selon la norme XP P 13-901 204
Figure V-34: Évolution de la résistance à la compression d'éprouvettes moulées 40*40*160 mm³ obtenue après différentes durées d'immersion pour deux formulations différentes de la terre S 205
Figure V-35: Résistances à la compression après deux heures d'immersion obtenues selon la taille des éprouvettes testées pour deux formulations données de la terre S 207
Figure V-36: Résistances à la compression après deux heures d'immersion et 48 heures de stabilisation en chambre humide obtenues selon la taille des éprouvettes testées pour deux formulations données de la terre S 207
Figure V-37: Évolutions des fronts d'humidité dans des éprouvettes 70*70*280 mm³ après deux heures d'immersion, avec et sans stabilisation en chambre humide 208
Figure V-38: Évolution du front d'humidification après deux heures d'immersion dans un cube 100*100*100mm³ de la formulation Terre S+HMP+HDL(2%) 210
Figure V-39: Évolution du front d'humidification après deux heures d'immersion dans un cube 100*100*100mm3 de la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%) 210
Figure V-40: Évolution théorique du ratio f_h/a en fonction de la taille d'arête de cube équivalent a, pour deux formulations de la terre S, après deux heures d'immersion 211
Figure V-41: Temps d'immersion nécessaires pour différentes formes d'échantillons afin de les tester dans les mêmes conditions qu'une brique est testée après immersion de deux heures dans la norme XP P 13-901 212
Figure VI-1: Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre K en fonction de leurs modes de mise en œuvre 239
Figure VI-2: Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre K en fonction de leurs modes de mise en œuvre 239
Figure VI-3: Évolution des résistances à la compression (Rc en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m3) pour certaines formulations de la terre R en fonction de leurs modes de mise en œuvre 240
Figure VI-4 : Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre R en fonction de leurs modes de mise en œuvre 240
Figure VI-5 : Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre S en fonction de leurs modes de mise en œuvre 241
Figure VI-6 : Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre S en fonction de leurs modes de mise en œuvre 241
Figure VI-7: Courbe d'absorption pour un échantillon Terre K+HMP+OSE, différentes méthodes de détermination du Acap 242
Figure VI-8: Courbe d'absorption pour un échantillon Terre K+HMP+CaO, différentes méthodes de détermination du A_{cap} 243
Figure VI-9: Courbe d'absorption pour un échantillon Terre S+HMP, différentes méthodes de détermination du A_{cap} 244

Figure VI-10: Comparaison des valeurs de A_{cap} obtenues à l'aide de trois méthodes différentes pour toutes les formulations testées de la terre S 245
Figure VI-11: Comparaison des valeurs de A_{cap} obtenues à l'aide de trois méthodes différentes pour toutes les formulations testées de la terre K 246
Figure VI-12: Comparaison des valeurs de A_{cap} obtenues à l'aide de trois méthodes différentes pour toutes les formulations testées de la terre R 246
Figure VI-13: Évolution de la hauteur moyenne de front d'érosion au cours de l'essai pour plusieurs formulations de la terre R. 249
Figure VI-14: Évolution de la largeur moyenne de front d'érosion au cours de l'essai pour plusieurs formulations de la terre R. 249
Figure VI-15: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations compactées de la terre K 253
Figure VI-16: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations extrudées de la terre K 253
Figure VI-17: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations extrudées de la terre R 254
Figure VI-18: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations extrudées de la terre S 255
Figure VI-19: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations compactées de la terre S 256
Figure VI-20: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations extrudées de la terre K en fonction du temps 257
Figure VI-21: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations extrudées de la terre R en fonction du temps 257
Figure VI-22: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations compactées de la terre S en fonction du temps 258
Figure VI-23: Aspect interne des éprouvettes 40*40*160 mm3 soumises à deux heures d'immersion seulement 259
Figure VI-24: Aspect interne des éprouvettes 40*40*160 mm^3 de la formulation Terre S+HMP+HDL(2%) après différents temps d'immersion 259
Figure VI-25: Aspect interne des éprouvettes 40*40*160 mm^3 de la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%) après différents temps d'immersion 259
Figure VI-26: Évolution de la teneur en eau d'éprouvettes moulées 40*40*160 mm^3 obtenue après différentes durées d'immersion pour deux formulations différentes de la terre S 260
Figure VI-27: Évolution de la résistance à la compression d'éprouvettes moulées 40*40*160 mm^3 en fonction de la teneur en eau obtenue après différentes durées d'immersion pour deux formulations différentes de la terre S 260
Figure VI-28: Résistances à la compression à l'état sec obtenues selon la taille des éprouvettes testées pour deux formulations données de la terre S 261

Table des tableaux

Tableau I-1: Brève description de quelques techniques traditionnelles de construction en terre crue.....25
Tableau I-2: Description des grandeurs du diagramme 3 phases 30
Tableau I-3: Classement retenu des différentes particules composant la terre selon la granulométrie et quelques-unes de leurs caractéristiques d'après [60, 61].....31
Tableau I-4: Quelques caractéristiques de certains minéraux argileux.....38
Tableau I-5: Synthèse bibliographique de résultats d'études sur la formulation d'ajouts bio-sourcés et de terres, ou d'argiles pures 53
Tableau II-1: Ajouts biosourcés, bio-procédés et autres ajouts selectionnés (1/2) 58
Tableau II-2: Ajouts biosourcés, bio-procédés et autres ajouts selectionnés (2/2) 59
Tableau II-3: Récapitulatif des méthodes expérimentales de caractérisation permettant la création de fiches d'identité des terres sélectionnées 68
Tableau II-4: Proportions en % de chaque classe granulaire pour les terres K, R et S.....71
Tableau II-5: Résumés des essais géotechniques mettant en valeur l'interaction des terres avec l'eau pour les terres K, R et S 72
Tableau II-6: Estimation des propriétés de surfaces des terres K, R et S et de leurs fractions argileuses par VBS et CEC.....73
Tableau II-7: Résultats des analyses EDS réalisées sur les terres K, R et S. 77
Tableau II-8: Compositions minéralogiques des terres K, R et S.....78
Tableau II-9: Compositions chimiques des terres R et S 78
Tableau II-10: Dosages sélectionnés pour les potentiels dispersants 80
Tableau II-11: Dosages pré-études Rc Sèche.....81
Tableau II-12: résultats études préliminaires dosages ajouts/Rhéologie.....82
Tableau II-13: Résultats études préliminaires ajouts/ Rc sèche-immersion terre K 83
Tableau II-14: Résultats études préliminaires dosages ajouts/ Rc sèche pour la terre R extrudée. 84
Tableau II-15: Dosages des ajouts retenus pour les différentes études.....85
Tableau III-1: Récapitulatif des limites de consistance mesurées pour différentes formulations des terres K, R et S.....96
Tableau III-2: Teneurs en eau mesurées des échantillons des différentes formulations trois terres K, R et S étudiées au rhéomètre à géométrie vane..... 105
Tableau III-3: Paramètres de cisaillement, teneurs en eau et enfoncements au cône lors des essais de cisaillement direct pour les trois terres K, R et S 106
Tableau III-4: Paramètres de Mohr-Coulomb, teneurs en eau et enfoncements au cône lors des essais de cisaillement direct pour les différentes formulations de la terre K..... 108
Tableau III-5: Teneurs en eau des formulations testées lors de la pré-étude au rhéomètre sur la terre N 110
Tableau III-6: pH du liquide interstitiel pour différentes formulations de différents types de terres..... 120
Tableau III-7: Teneur en eau à la mise en œuvre en fonction du mode de mise en œuvre et de la formulation de la terre 123
Tableau IV-1: Caractéristiques mécaniques des différentes terres mises en œuvre avec et sans HMP, à l'aide de deux procédés de mise en œuvre, compaction et vibro-compaction sous différentes contraintes de compaction appliquées 131
Tableau IV-2: Erreurs relatives maximales liées aux incertitudes de mesures sur les 3 formes d'éprouvettes testées. 134
Tableau IV-3: Masses volumiques moyennes et écarts-types calculés pour chacune des formulations des terres K et S testées 142
Tableau IV-4: Influence des cycles d'humidification/séchage de 24h ou de 7 jours sur les résistances à la compression de plusieurs formulations de la terre K. 147
Tableau IV-5: Influence des cycles d'humidification/séchage de 24h ou de 7 jours sur les résistances à la compression de plusieurs formulations de la terre S 148
Tableau V-1: Paramètres déterminés lors d'essais d'absorption capillaire sur des échantillons des terre K, R et S seules..... 162

Tableau V-2: Valeurs d'indices d'érodabilité (E_I) selon Frencham [247] 171
Tableau V-3 : Valeurs de facteurs d'exposition (E_X) selon Frencham [247] 171
Tableau V-4: Perte d'épaisseur potentielle de mur selon les indices d'érodabilité déterminés selon Frencham [247] 171
Tableau V-5: Différentes variantes de formulation de la terre K pour étudier l'influence de la distribution granulométrique sur l'érosion de blocs de terre crue 174
Tableau V-6: Tests d'érosions sur différents échantillons de la terre S présentant des défauts de surface variés, états des éprouvettes après 15 secondes d'essai puis après 10 minutes. 190
Tableau V-7: Résultats moyens des essais de perméabilité à la vapeur d'eau pour différentes formulations de la terre S 197
Tableau V-8: Teneurs en eau mesurées des éprouvettes testées après deux heures d'immersion avec et sans stabilisation de 48 heures en chambre humide. 205
Tableau V-9: Valeurs moyennes de résistances à la compression obtenues à l'état sec et après immersion de 2h pour différentes tailles d'éprouvettes de deux formulations de la terre S – Valeurs moyennes de teneurs en eau obtenues après immersion de 2h pour différentes tailles d'éprouvettes de deux formulations de la terre S 209
Tableau V-10: Teneurs en eau locales obtenues sur des cubes 100*100*100 mm^3 de deux formulations différentes de la terre S après deux heures d'immersion 210
Tableau V-11: Valeurs d'A_{cap}/n considérées pour les deux formulations de la Terre S 211
Tableau V-12: Comparaison des épaisseurs de front d'humidité f_h(cm) théoriques et expérimentales obtenues après deux heures d'immersions pour des cubes 100*100*100 mm^3 de deux formulations différentes de la Terre S. 212
Tableau VI-1: Indices d'érodabilité E_I obtenus pour chaque formulation de terre étudiée, selon Frencham [247] 247
Tableau VI-2: Possible mise en œuvre de chaque formulation de terre étudiée selon l'environnement considéré au regard de sa résistance à l'érosion, selon Frencham [247] 248
Tableau VI-3: Paramètres t_1, V_1 et t_2 déterminés lors du suivi de l'évolution de l'érosion pour toutes les formulations testées de la terre K 250
Tableau VI-4: Paramètres t_1, V_1 et t_2 déterminés lors du suivi de l'évolution de l'érosion pour toutes les formulations testées de la terre R. 250
Tableau VI-5: Paramètres t_1, V_1 et t_2 déterminés lors du suivi de l'évolution de l'érosion pour toutes les formulations testées de la terre S 251

Nomenclature

GIEC : Groupe d'Experts Intergouvernemental sur l'Évolution du Climat

COP 21 : Conférence de Paris de 2015 sur les changements climatiques

ONU : Organisation des Nations Unies

ADEME : Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie

RT 2005, RT 2012, RE 2020 : Réglementations thermiques et environnementales concernant les performances environnementales des bâtiments neufs en France

IAUR : Institut d'Aménagement et d'Urbanisme de Rennes

AMI : Appel à Manifestation d'Intérêt

UNESCO : Organisation des Nations unies pour l'éducation, la science et la culture

BTC : Briques de Terre Comprimées

V_a : Volume d'air

V_w : Volume d'eau

V_v : Volume des vides

V_s : Volume des grains solides

M_a : Masse d'air = 0

M_w : Masse d'eau

M_s : Masse des grains solides

pH : potentiel hydrogène

CEC : Capacité d'Échange Cationique

GTR : Guide des Terrassements Routiers

VBS : Valeur de Bleu d'un Sol (essai au bleu de méthylène)

W_p : Limite de plasticité (%)

W_l : Limite de liquidité (%)

I_p : Indice de plasticité (%)

CEB : Brique de terre comprimée (Compressed earth block)

W(%) : Teneur en eau (%)

R_c : Résistance à la compression (MPa)

ρ_d : Masse volumique sèche (kg/m³)

ρ : Masse volumique (kg/m³)

HMP : Hexametaphosphate (abréviation de Sodium-Hexametaphosphate, Na-HMP)

Alg : Alginates

Col : Colle végétale

Foi : Eau fermentée de fibre végétale (foin)

Pai : Eau fermentée de fibre végétale (Paille)

Xan : Gomme xanthane

HDL : Huile de Lin

Ver : Vernis à base d'huiles végétales

Tan : Tanins de châtaignier

OSE : Extrait de gland de chêne –Oak Seed Extract

Cas : Caséine

Biocal : Bio-calcification

Ac. Citr. : Acide citrique

$Na\text{-}HCO_3$: Bicarbonate de Sodium

Na_2CO_3 : Carbonate de Sodium

CaO : Chaux

γ_s : Poids volumique des grains solides= 26,5kN/m³

ρ_w : masse volumique de l'eau

W_R : Limite de retrait conventionnelle

LS : Retrait linéique horizontal

DRX : Diffraction des rayons X

ATD-TG : Analyses thermiques différentielles – thermogravimétriques

ICP-AES : Spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence

MEB : Microscope électronique à balayage

Analyse EDS : spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie

W_{OPN} : Teneur en eau à l'optimum Proctor (%)

ϱ_{OPN} : Masse volumique à l'optimum Proctor (kg/m^3)

Å : Angström (0,1 nm)

$\dot{\gamma}$: Vitesse de cisaillement ou gradient de vitesse (s^{-1})

τ : Contrainte de cisaillement (Pa)

μ : viscosité apparente du matériau (Pa.s)

τ_0 : Seuil d'écoulement dynamique(Pa)

τ(0,01s^{-1}): Seuil de cisaillement à faible vitesse (Pa)

c : Cohésion apparente (kPa)

φ (°) : Angle de frottement interne

K_a : Coefficient de perméabilité apparent

K_{int} : Perméabilité intrinsèque de Klinkenberg (m^2)

E : Module d'élasticité (MPa)

%HR : Humidité relative

$t_{ch\ hum}$: Temps passé en chambre humide

R_f : résistance à la flexion (MPa)

C : Compaction

VBC : Vibro-compaction

H : Hauteur éprouvette (mm)

D : Diamètre éprouvette (mm)

φ : flux d'absorption cumulé (kg/m^2)

A_{cap} : coefficient d'absorption capillaire (g.m^{-2}.s$^{-0.5}$)

n : porosité apparente

w_{cap} : Teneur en eau capillaire (kg/m^3)

E_I : Indice d'érodabilité

E_X : Facteur d'exposition

R_F : Facteur de précipitations

E_{WI} : Indice d'érodabilité de mur

Fe_H (t) : Hauteur de front d'érosion

Fe_L(t) : Largeur de front d'érosion

Fa_H(t)) : Hauteur de front d'absorption

Fa_L(t) : Largeur de front d'absorption

P_e : Profondeur érodée

$P_{e,max}$: Profondeur érodée maximale

$P_{e,moy}$: Profondeur érodée moyenne

$D_{e,0°}$, $D_{e,45°}$, $D_{e,90°}$, $D_{e,135°}$: Diamètres d'empreinte érodée dans différentes directions

$D_{e,moy}$: Diamètre moyen d'empreinte érodée

t_1 : temps marquant le passage de la première à la seconde phase, initiation de l'érosion

t_2 : temps marquant le passage de la seconde à la dernière phase, ralentissement de l'érosion

E_r : valeur caractéristique du front d'érosion marquant une évolution ralentie (à $t=t_2$)

V_1 : vitesse d'évolution du front d'érosion lors de la seconde phase d'érosion

V_2 : vitesse d'évolution du front d'érosion lors de la dernière phase d'érosion

π : Perméabilité à la vapeur d'eau (kg.m^{-1}.s^{-1}.Pa^{-1})

μ : Coefficient de résistance à la diffusion de vapeur d'eau

a : Longueur d'arête de cube équivalent

f_h : épaisseur de front d'humidité

f_h/a : Ratio entre épaisseur de front d'humidité et longueur d'arête de cube équivalent

Introduction

1. Contexte environnemental et sociétal

Il est aujourd'hui acquis pour la majorité de la communauté scientifique que depuis le début de la révolution industrielle, un dérèglement climatique accéléré est induit par les activités humaines. En effet, selon le rapport du GIEC (IPCC Special report 2019 « Global Warming of 1.5 ºC ») et d'après les diverses estimations réalisées, le réchauffement climatique planétaire d'origine anthropique était d'environ 1°C au-dessus des niveaux de préindustriels en 2017 et, à ce rythme, il est très probable que ce réchauffement atteigne au moins 1,5°C entre 2032 et 2050 [1, 2]. Ce dérèglement climatique, impacte déjà certains systèmes naturels et humains, en contribuant par exemple à l'élévation du niveau des océans ou en accentuant les pics de température, les épisodes de fortes précipitations ou de fortes sécheresses « aux quatre coins » de la Terre. Si ce dérèglement climatique n'est pas considéré, ces impacts seront accentués et accélérés, pouvant rendre plus difficile l'adaptation des systèmes humains et écologiques à ces changements [2]. Si ce réchauffement est dû aux émissions anthropiques (gaz à effet de serre, aérosols,…), les activités humaines impactent également la biodiversité (notamment par la déforestation et l'artificialisation des sols) et participent aussi actuellement à l'épuisement des ressources (la consommation de matériaux à l'échelle mondiale a été multipliée par 8 durant le 20ème siècle et l'humanité vit « à crédit » par rapport aux capacités de production biologique annuelle de la planète dès le mois de juillet), notamment par l'exploitation de ressources minérales non renouvelables [3]. Afin de limiter le réchauffement climatique et ses effets sur les systèmes humains et écologiques, le principal moyen d'action identifié est de limiter les émissions de gaz à effet de serre, dont le CO_2. Suite à la COP21 de Paris qui fixait un objectif de limitation du réchauffement climatique à 2°C au-dessus des niveaux de préindustriels, le rapport du GIEC (2018) a été réalisé pour évaluer les effets d'un réchauffement climatique limité à 1,5°C [2]. Il y apparait que si certains effets du changement climatique sont déjà irréversibles, plus la limitation des émissions anthropiques de CO_2 sera rapide, plus la probabilité de limiter ce changement climatique et les risques pour les systèmes humains et écologiques qui y sont liés sera élevée. Simultanément, les rapports de l'ONU soulignent que par son accroissement rapide et constant, la population mondiale (qui était de 7,7 milliards d'habitants en 2019) pourrait atteindre 9,7 milliards d'habitants en 2050 et 11 Milliards d'habitants en 2100, accentuant encore plus la pression de l'humanité sur les écosystèmes si elle ne change pas de modèle de développement [4]. Les limitations des émissions de CO_2 liées aux activités humaines et des consommations de ressources non-renouvelables semblent ainsi être des objectifs primordiaux à atteindre le plus rapidement possible pour faciliter l'adaptation des écosystèmes et des humains aux bouleversements à venir. Le développement de technologies appropriées, sobres et durables, limitant au maximum ces émissions et cette consommation de ressources non-renouvelables, est ainsi essentiel dans tous les domaines et notamment celui de la construction.

2. Impacts environnementaux du secteur du bâtiment

Un des secteurs d'activité humaine qui émet de grandes quantités de $C0_2$ et impacte fortement les écosystèmes est le secteur du bâtiment qui est, à titre d'exemple, le premier producteur de déchets en France selon l'ADEME en 2017 [5]. Ce secteur est aussi le premier consommateur d'énergie et est responsable de 23% des émissions de CO_2 en France en 2013 selon l'ADEME [6]. À l'échelle mondiale, en 2018, les émissions liées aux consommations d'énergie des bâtiments et au secteur de la construction représentent 39% des émissions de gaz à effet de serre totales selon le rapport du GABC (Global Alliance for Buildings and Construction) [7].

La cause des émissions de CO_2 liées au milieu du bâtiment reste répartie entre les consommations d'usage (chauffage, eau chaude sanitaire, etc…) et la construction des bâtiments. Les réglementations thermiques successives et exigences de performances énergétiques des bâtiments neufs RT 2005 ou la RT 2012 encore en vigueur, les plans de rénovation énergétique [8] et la future RE 2020 [9] visant à ne construire que des bâtiments neufs à énergie positive ont permis de limiter l'impact des consommations d'usage des bâtiments depuis 1973 et vont permettre de continuer à limiter au maximum ces consommations [6]. Ces consommations d'usage ont d'abord été prises en compte du fait de leur prédominance [10], mais les émissions directement liées à la construction des bâtiments doivent aussi être considérées. Par son faible

coût, sa disponibilité locale, sa facilité d'utilisation et son large développement au cours du 20ème siècle, le béton de ciment est de loin le principal matériau de construction utilisé aujourd'hui, et la production du ciment composant sa fraction fine représente de 5% à 10% des émissions mondiales de gaz à effet de serre selon les sources considérées [11, 12]. En considérant les perspectives futures d'augmentation de la population mondiale précédemment évoquées, si le mode de construction privilégié reste le même, il serait possible que la part de la production de ciment dans les émissions mondiales de CO_2 augmente. Il semble ainsi primordial de limiter les impacts environnementaux des matériaux de construction : les émissions de CO_2 qu'ils peuvent induire, mais aussi la raréfaction des ressources non renouvelables [13] qu'ils engendrent. En effet la majeure partie des agrégats extraits chaque année sur Terre (sable et graviers notamment) est utilisée dans la composition du béton de ciment, et ces ressources tendent à se raréfier [14, 15].

3. De l'importance de construire en matériaux bio et géo-sourcés

Les défis auxquels le secteur du bâtiment doit être en mesure de répondre sont alors les suivants : il faudrait pouvoir construire suffisamment pour abriter la population mondiale grandissante tout en limitant au maximum les impacts environnementaux de ce processus de construction et en garantissant à ces bâtiments des niveaux de consommation d'énergie très faibles, voire nuls. Plusieurs études soulignent ainsi que pour réduire au maximum les impacts environnementaux lors de la construction des bâtiments, la principale solution réside dans l'utilisation des matériaux bio-sourcés et locaux [10, 16]. Généralement cette utilisation de matériaux locaux bio-sourcés (ou géo-sourcés comme la terre crue) implique une mise en œuvre nécessitant un certain savoir-faire et une certaine marginalité au regard des codes de construction en vigueur dans nos sociétés modernes. Il semble donc impératif de redécouvrir et adapter les techniques constructives vernaculaires qui ont été largement abandonnées au lendemain de la seconde guerre mondiale dans tout l'occident, au profit de matériaux industriels pour reconstruire rapidement pour un grand nombre de personnes à reloger.

Aussi, comme évoqué précédemment, une grande quantité de déchets est produite lors de la construction ou la démolition de bâtiments : à l'échelle mondiale, 35% des déchets produits sont liés au milieu de la construction et sont mis en décharge [17, 18]. On considère souvent que près de 2/3 de ces déchets sont des déchets minéraux non dangereux [5] (des terres, des matériaux meubles, des graves ou des roches). L'Union Européenne s'est ainsi fixé à l'horizon 2020, un objectif de réutilisation et de valorisation de 70% de ces déchets liés au milieu du bâtiment [18, 19]. La réutilisation et la valorisation des terres considérées comme inertes apparait ainsi comme étant un enjeu stratégique majeur pour remplir cet objectif.

Considérant ces différents aspects, le développement de la construction de terre crue à base de ressources prélevées localement, sans stabilisant issu de l'industrie cimentaire mais éventuellement combinée à des ajouts bio-sourcés, ainsi que de règles professionnelles adaptées semble être une piste prometteuse. Ce développement peut être catalysé par différentes stratégies. Une première réside en une transmission des savoirs, une démocratisation et un développement soutenu d'un réseau artisanal de constructeurs privilégiant des techniques vernaculaires assurées par des guides techniques communs de bonnes pratiques de mise en œuvre de la terre crue [20] en assurant la continuité des travaux initiés par la création du laboratoire CRATerre en 1979 et par des artisans précurseurs [21]. Une seconde stratégie pourrait résider dans le développement de techniques inspirées des avancées de l'industrie de la construction permettant une standardisation de matériaux bio-sourcés à base de terre crue aux performances reproductibles et garanties. Cette seconde stratégie permettrait une plus large démocratisation de la construction en terre crue et rendrait son développement plus rapide. Ces deux stratégies complémentaires, qui se doivent de garder un caractère local, devraient assurer un développement certain de la construction en terre crue, suivant un modèle similaire à celui qui a vu la construction bois se développer en France et dans le monde ces dernières décennies.

4. La terre crue, une opportunité locale ? Projet de recherche ECOMATERRE

C'est dans ce cadre que l'IAUR (Institut d'Aménagement et d'Urbanisme de Rennes) en partenariat avec l'association rennaise Accroterre a lancé un Appel à Manifestation d'Intérêt (AMI) en 2016 autour de la construction en terre crue et son adaptation à la construction contemporaine. De cet AMI a émergé le

programme de recherche et développement ECOMATERRE [22]. Ce projet regroupe une synergie de 43 institutions et d'une soixantaine d'interlocuteurs ayant pour but d'innover autour de la ressource « terre crue » dans le milieu de la construction. Ce projet ambitionne de créer une filière terre crue en Bretagne avec des objectifs forts : utiliser la terre crue en tant que matériau porteur, l'utiliser comme liant dans des matériaux isolants (thermique et phonique), se passer de liants hydrauliques (pas de ciment ni de chaux), avoir un impact environnemental le plus faible possible et créer des matériaux standardisés avec des performances reproductibles et garanties. C'est dans ce programme que l'équipe STRUCTERRE cherche à développer un matériau porteur à base de terre crue locale sans aucun liant hydraulique, avec seulement des ajouts bio-sourcés locaux dans le but de construire des immeubles en R+3. Cette thèse s'inscrit dans le cadre du programme ECOMATERRE et plus précisément sur le sujet du groupe de travail STRUCTERRE. Cette équipe de recherche STRUCTERRE est initialement composée de chercheurs du LGCGM-INSA Rennes/Université Rennes 1 et de l'IRDL-UBS Lorient, d'architectes issus d'un collectif d'architectes bretons et d'entreprises régionales. La thèse est essentiellement réalisée au Laboratoire LGCGM de l'INSA de Rennes et à l'IRDL à l'UBS Lorient sous la direction de Damien Rangeard (LGCGM-INSA Rennes) et d'Arnaud Perrot (IRDL-UBS Lorient). L'intitulé de ce travail de thèse est donc le suivant : « Formulation et renforts de blocs en matériau terre pour une utilisation structurelle »

Ce projet de thèse à son origine vise à comprendre les mécanismes pilotant la résistance (résistance mécanique, résistance à l'eau…) du matériau terre crue, en optimisant sa formulation avec diverses ressources naturelles (bio-polymères, bio-calcification, fibres végétales…) et son mode de mise en œuvre afin de permettre une maîtrise d'un matériau terre crue, facile à mettre en œuvre et reproductible à l'échelle semi-industrielle à base de terres locales (bassin rennais/Bretagne).

5. Plan de la thèse

Dans cette thèse, la première partie dressera un état de l'art des différentes connaissances déjà acquises autour du matériau terre crue pour la construction, de ses potentiels et de ses limites. Différentes stratégies d'optimisation des caractéristiques mécaniques et de durabilité de blocs de terre crue seront identifiées et présentées, et l'état des connaissances à ce propos sera dressé : les actions possibles sur la rhéologie du matériau à l'aide de dispersants seront évoquées, les stratégies envisageables d'optimisation des modes de mise en œuvre du matériau afin d'en maximiser les résistances mécaniques seront présentées et enfin les possibilités de stabilisation et d'amélioration de la durabilité du matériau terre à l'aide de bio-polymères, de bio-procédés et d'ajouts bio-sourcés en général seront décrites. Un bilan de ces connaissances y sera dressé, certains manques seront soulignés afin de justifier l'originalité de ces travaux de thèse.

Dans une deuxième partie, les différentes ressources sélectionnées dans le cadre de cette thèse seront présentées. Dans un premier temps, la méthodologie qui a été envisagée pour sélectionner des terres bretonnes représentatives de la variabilité locale ainsi que des ajouts bio-sourcés pour leurs influences diverses sur les matériaux à base de terre crue (durabilité à l'eau, maintien de la résistance mécanique, augmentation de la résistance mécanique, optimisation de la rhéologie) sera brièvement décrite. Ensuite, des caractérisations géotechnique, chimique et minéralogique de chacune des trois terres sélectionnées seront réalisées. Le but est de dresser des fiches d'identités complètes de chacune de ces ressources. Finalement la détermination des gammes de dosages et formulations terre/ajouts bio-sourcés sélectionnées sera effectuée. Un titre envisageable pour cette partie pourrait être « De la terre et des bio-polymères ».

La troisième partie s'attachera à étudier le comportement rhéologique des différentes formulations des terres sélectionnées afin d'optimiser leur mise en œuvre à l'aide de différents procédés préalablement sélectionnés. La compréhension de l'influence de chaque ajout testé sur le comportement rhéologique de chacune des terres étudiées facilitera leur mise en œuvre, et cela pour chaque procédé, afin de garantir systématiquement les caractéristiques mécaniques les plus élevées possible pour ces matériaux formulés à base de terres bretonnes. Dans cette partie, un premier intérêt sera porté sur l'étude des différents modes de mise en œuvre étudiés et de leurs spécificités propres. Ensuite, par différentes méthodes d'étude et des essais variés, l'impact des différents ajouts sur les comportements rhéologiques des trois terres sélectionnées sera évalué. Une limite sera aussi soulevée sur l'effet des dispersants sur certains types d'argiles. Puis, une tentative

d'explication des modifications induites par les ajouts dispersants au niveau de la structure du matériau « terre crue » à différentes échelles sera réalisée. Finalement le lien entre ces études de comportements rhéologiques des formulations diverses et les modes de mise en œuvre sera fait, afin d'appréhender les consistances optimales à viser pour chaque formulation, pour chaque mode de mise en œuvre. Un titre de cette partie pourrait être « Mettre en œuvre la terre porteuse ».

Une quatrième partie concernera les différents moyens envisagés lors de cette thèse pour améliorer au maximum les caractéristiques mécaniques (ici la résistance à la compression et la rigidité élastique) des terres étudiées en service. Dans un premier temps le travail portera sur une optimisation des procédés de mise en œuvre de ces matériaux à l'état naturel, ou formulés avec un dispersant à l'efficacité reconnue, afin de maximiser autant que possible leurs masses volumiques sèches, leurs résistances à la compression et leurs modules d'élasticité à l'état sec, état pris comme état de référence car il permet de comparer les résultats à un état hydrique donné et maitrisé. Ensuite l'attention sera portée sur les différentes stratégies de formulation de ces terres permettant l'optimisation de ces paramètres à l'état sec. L'impact de ces différentes formulations sur les caractéristiques mécaniques des matériaux en service, soumis à des cycles d'humidification/séchage sera ensuite évalué : les ajouts sélectionnés permettent-ils de limiter la perte de résistance des matériaux à base de terre crue lorsque leur teneur en eau augmente ? Finalement la combinaison de l'optimisation des modes de mise en œuvre avec les différentes stratégies de formulation sera étudiée, afin de proposer des solutions de formulation et de mise en œuvre optimales pour chacune des terres bretonnes étudiées. Un titre de cette partie pourrait être « Assurer la résistance de la terre porteuse ».

La cinquième et dernière partie de cette thèse traitera de la durabilité des matériaux formulés et envisagera une potentielle normalisation de certains matériaux sélectionnés. Une première campagne expérimentale portera sur les capacités des stabilisants choisis à limiter l'absorption d'eau capillaire dans le but de protéger les terres locales choisies des impacts préjudiciables de l'absorption d'eau liquide sur leurs caractéristiques mécaniques. Ensuite une seconde campagne d'essais se penchera sur la résistance à l'érosion de ces différentes formulations de terres bretonnes, et permettra d'appréhender les différences entre ces terres au regard de leurs comportements face à l'érosion et d'identifier quelques facteurs d'influence de l'érosion des matériaux à base de terre crue. Aussi, des mesures d'angles de contact en surface des différentes formulations de matériaux seront réalisées afin de mettre en valeur les mécanismes de protection induits par certains ajouts bio-sourcés. Enfin l'impact de certains ajouts sur la perméabilité à la vapeur d'eau de blocs de terre crue sera évalué. Finalement certaines formulations sélectionnées des terres seront étudiées de manière plus approfondie afin de démontrer la capacité de certaines formulations à remplir plusieurs critères critiques de la norme AFNOR XP P 13-901 [23] relative aux briques de terre crue comprimées, ces critères étant actuellement difficilement atteignables. Un titre de cette partie pourrait ainsi être « Interactions entre la terre porteuse et l'eau sous différents états ».

Enfin, le mémoire se clôturera par un chapitre regroupant les conclusions les plus marquantes de cette thèse et dressera des perspectives permettant d'aller plus loin dans l'étude de la terre crue porteuse et la maîtrise de la mise en œuvre et de la stabilisation de ce matériau.

I. État de l'art.

1. Le matériau « terre crue » pour la construction : potentiel et limites

a) Un matériau de construction ancestral

Une diversité de méthodes de construction vernaculaires

Le matériau terre crue est un des plus anciens matériaux de construction sur Terre au même titre que la pierre et le bois. Depuis des millénaires la construction en terre crue s'est développée sur la plupart des continents du monde au cours de la sédentarisation des peuples. En plus que de nombreux bâtiments ou villes emblématiques ont été construits en terre et que plus d'un tiers de la population mondiale vivrait aujourd'hui dans des bâtiments en terre, on dénombre que 15 à 20% des œuvres architecturales classées sur la liste du patrimoine mondial de l'UNESCO sont partiellement ou intégralement construites en terre [24–26]. Les villes de Shibam au Yemen, Yazd en Iran, ou encore Ghadamès en Lybie, la Grande Muraille de Chine, l'antique citadelle de Bam en Iran ou encore les remparts de l'Alhambra à Grenade font notamment partie de ce patrimoine millénaire [24, 25]. Selon les cultures, traditions, régions et conditions climatiques, la terre crue a été mise en œuvre selon des techniques diverses et variées renforçant la valeur de ce patrimoine. C'est ainsi une douzaine de techniques qui ont été répertoriées et précisément décrites par Houben et Guillaud dans leur traité de construction en terre (figure I.1) [21] : le pisé, la bauge, le torchis, les adobes, les briques de terre comprimée sont autant de techniques qui illustrent cette richesse patrimoniale millénaire.

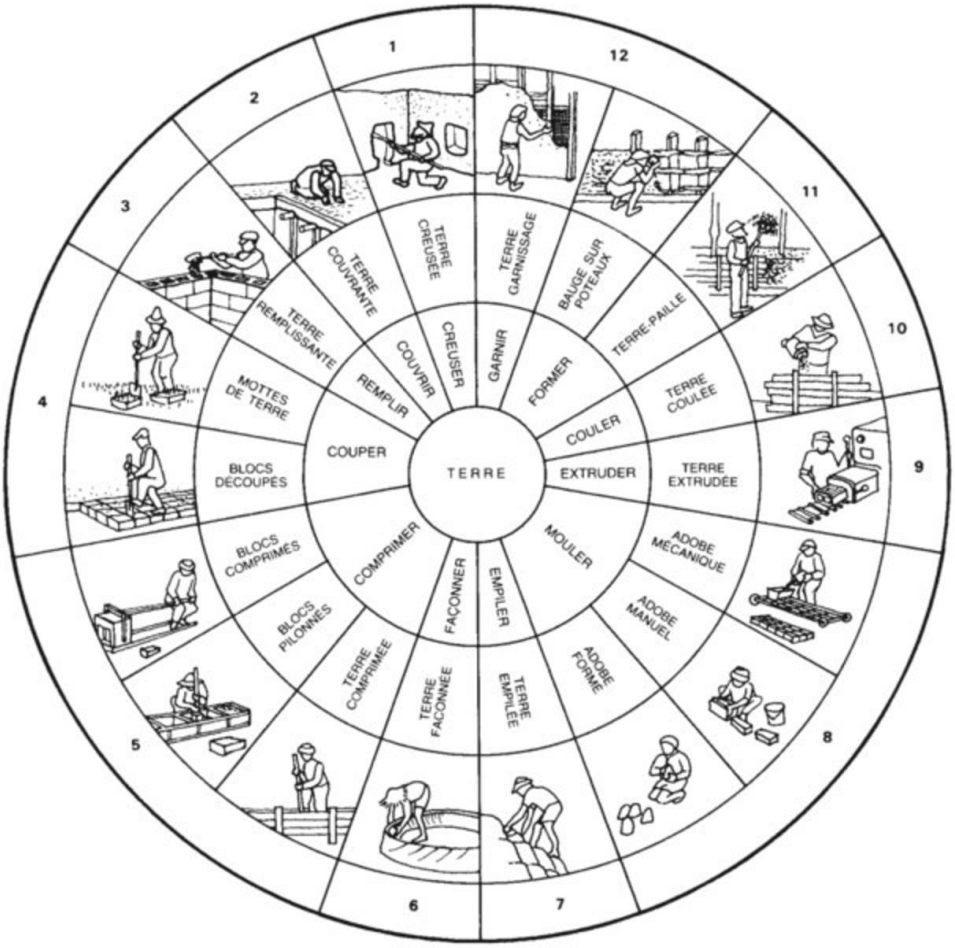


Figure I-1: Schéma des différents procédés constructifs à partir du matériau terre d'après Houben et al. [21]

Ces principaux modes de construction plus ou moins récents ont déjà été largement étudiés dans la littérature. Un bref tableau récapitulatif des principales méthodes de construction vernaculaires a été réalisé ci-après (Tableau I-1).

TECHNIQUE	DESCRIPTION BREVE	ILLUSTRATION
Torchis [21, 26, 27]	La terre crue dans un état très plastique, mélangée à des fibres végétales, est appliquée en remplissage sur un clayonnage en bois souple entre une structure en pans de bois.	(Crédit photo : Constructions d'Antan)
Bauge[21, 26, 28–30]	Mur massif en terre mise en œuvre à l'état plastique souvent mélangée avec des fibres et empilée sans l'aide de coffrage.	(Crédit photo : Atelier ALP)
Pisé [21, 26, 31]	Mur en terre mise en œuvre à l'état humide, compactée à l'aide d'un pisoir par couches entre des banches	(Crédit photo : PICHLER Ingenieure GmbH)
Adobe[21, 26, 32]	Terre « visqueuse » (grande teneur en eau) souvent mélangée avec des fibres végétales et mise en œuvre dans un moule à briques (cadre en bois). La brique est ensuite laissée à sécher au soleil	(Crédit photo : Enrique Sevillano)
Briques de Terre Comprimées [21, 26, 33]	Technique plus récente, les briques en terre mises en œuvre à l'état humide par compaction mécanique, souvent à l'aide d'une presse manuelle ou pneumatique. Souvent les BTC sont stabilisées à l'aide de liants hydrauliques (chaux ou ciment).	(Crédit photo : Cycle Terre)

Tableau I-1: Brève description de quelques techniques traditionnelles de construction en terre crue

D'autres méthodes hybrides proches de ces méthodes traditionnelles ont aussi vu le jour plus récemment comme la terre allégée [20] (à mi-chemin entre le torchis et le pisé), la bauge coffrée [20, 28, 34], le terre-chanvre projeté [35, 36] ou le pisé préfabriqué [37]. De même, aujourd'hui, en s'inspirant de l'industrie du béton, la technique de la terre coulée est une méthode de mise en œuvre qui fait l'objet de nombreuses études de faisabilité [38, 39] . Certaines équipes de recherche envisagent même de transposer les techniques modernes de fabrication additive au matériau terre [40].

Un matériau tombé en désuétude qui tend à se redévelopper

En Europe, et notamment en France, la terre crue a été pendant longtemps un des matériaux de construction privilégié. Il en résulte aujourd'hui que de nombreux centres-villes historiques sont en partie construits en terre crue (Strasbourg, Rouen, Tours, Rennes, …) et que le bâti en terre crue façonne plusieurs territoires ruraux : Pisé en région Rhône-Alpes, Bauge en Normandie et en Bretagne. En Allemagne à Weilburg, en 1828, un immeuble de six étages en pisé a aussi été bâti [26, 39]. À la fin du 18ème siècle en France, l'architecte François Cointeraux fût un fervent défenseur de ce qu'il appelait l'architecture rurale et plus précisément de la construction en pisé qu'il définit de la sorte : *« Le pisé est une opération manuelle, fort simple ; c'est en comprimant la terre dans un moule ou dans un encaissement, qu'on parvient à faire de petites, de grandes et de hautes maisons […] L'origine du pisé, quoique peu connu dans la France, oublié dans les autres états, remonte aux premiers siècles : à entendre Pline, il paroît que Noé en fut le premier inventeur, ayant appris cela, dit-il, en voyant faire le nid aux hirondelles »*[41]. C'est d'ailleurs ce même architecte qui est convié à participer à la reconstruction de la ville de la Roche-sur-Yon au début du 19ème siècle sous Napoléon. Il choisit naturellement le pisé pour les bâtiments civils et militaires à sa charge. L'empereur, en visite dans cette ville nouvelle, ne fût pas convaincu par ces bâtiments et les condamna, reprochant à Cointeraux d'avoir *« changé son or en ville de boue »* [42]. Dès cette époque la vision de la construction de terre était ternie, souvent associée aux modes de construction ancestraux désuets et contraires à l'idée de modernité et de développement. Ainsi, cette vision de la terre crue comme un matériau rétrograde, couplée à l'essor des industries de l'acier et du béton ont limité énormément la part de ce matériau dans les constructions neuves, particulièrement en milieu urbain, dès le 19ème siècle. En Europe, cet oubli s'est encore accéléré après les grandes guerres de la première moitié du 20ème siècle, où il a fallu reconstruire rapidement et massivement de manière industrielle. Là encore la préférence pour le béton et l'acier s'est imposée, à une époque où l'impact environnemental des constructions n'était pas un enjeu considéré et où l'on cherchait surtout à reloger rapidement dans des conditions décentes des millions de personnes sinistrées par des années de guerres. Néanmoins, en Europe, on estime encore aujourd'hui qu'il y a plusieurs millions de constructions en terre crue en territoires ruraux mais également dans les centres-villes anciens. Ce type de constructions nécessite un entretien spécifique, éloigné des logiques des techniques de construction industrielles modernes.

En France, la réappropriation des techniques traditionnelles de construction en terre crue par les artisans est devenue un enjeu crucial pour la conservation de ce patrimoine. Nombre d'études récentes, d'actions de sensibilisation et un réseau développé d'artisans compétents dans ce domaine permettent aujourd'hui une meilleure conservation de ce patrimoine qui tend de nouveau à se développer.

b) Un matériau de construction d'avenir

D'autres enjeux tout aussi cruciaux sont alors envisageables pour le milieu de la construction en terre crue. En effet, dans un contexte de changement climatique accéléré, une évolution de nos techniques de construction est indispensable afin de réduire leur impact environnemental : selon l'ADEME [6], en France en 2013, 23% des émissions de CO_2 sont dues au secteur du bâtiment . Ces problèmes environnementaux liés au bâtiment sont soulevés depuis plusieurs années et la solution de la construction terre semble être une réponse opportune [10, 43–48] de par son caractère local, son caractère peu transformé, son faible impact environnemental et sa grande recyclabilité. Ainsi, en France, dans l'artisanat, la construction terre se développe lentement depuis déjà un certain nombre d'années, grâce notamment au retour de la recherche universitaire dans ce domaine à partir de 1979 et la formation de nombreux professionnels de la construction terre [21, 24, 49]. Dans la construction d'immeubles et de bâtiments tertiaires ou publics, elle reste encore largement marginale et nécessiterait un développement important, notamment d'un point de vue réglementaire. Le peu de capitalisation culturelle, scientifique et technique en est la cause principale [49].

Culturellement, les volontés de construire en terre ou de se former à la construction terre restent faibles. Industriellement, la faible valeur ajoutée du matériau liée au peu de transformation du produit freine les investissements. Techniquement, le peu de références récentes empêche les réglementations d'évoluer. Scientifiquement, la relative « méconnaissance » (liée à sa grande variabilité) du matériau pour une utilisation dans le domaine de la construction immobilière freine les instituts de formations et les industriels dans leur mutation. Il est donc important de progresser dans la maîtrise du matériau, par essence unique d'une opération à une autre, de partager les expériences au sein du réseau d'acteurs de la construction afin d'en faire une efficace promotion.

Il y a aujourd'hui de nombreux arguments qui incitent à considérer la construction terre crue comme technique de construction d'avenir. Les caractères local, recyclable et peu transformé de la terre lui confèrent un faible impact environnemental. Avec moins de transport de matières premières, pas de cuisson à haute température (1450°C pour le ciment portland par exemple), et pas de déchets, un mur en terre possède une énergie grise 20 fois inférieure à celle d'un mur en parpaing [28], sous réserve que l'on n'incorpore pas de stabilisants hydrauliques. L'ajout de chaux ou de ciment dans la masse fait même perdre en grande partie l'intérêt écologique de la construction en terre crue en augmentant considérablement l'énergie grise et en supprimant la recyclabilité infinie du matériau [32]. De plus, les bâtiments en terre sont connus pour fournir un grand confort hygrique et thermique. La terre, de par son inertie et son caractère hygroscopique permettant des changements de phase de l'eau contenue dans ses pores tempère les variations hydriques et thermiques au sein des bâtiments [50–56] . Enfin, ses bonnes propriétés acoustiques et sa résistance au feu, sont autant d'arguments parfois évoqués pour expliquer le bien-être ressenti dans l'habitat en terre. De plus, pour le confort des personnes assurant la mise en œuvre de ce matériau, ne pas utiliser de chaux ou de ciment leur permet d'être protégé de toutes agressions chimiques liées à l'alcalinité de ces liants. Néanmoins quelques précautions restent à prendre quant à la mise en œuvre de ce type de matériau sur chantier : les poussières d'argiles très volatiles sont à considérer. Aussi la pollution des sols doit être considérée, pouvant être préjudiciable à la santé des usagers et donc à la bonne réalisation d'un projet.

La question de la gestion des ressources est aussi un enjeu crucial du développement de la construction en terre crue. Comme précisé dans l'introduction, des volumes considérables d'agrégats sont nécessaires à la fabrication du béton. Or, ces agrégats (cailloux, sables, …) proviennent de sites d'extraction de plus en plus rare à proximité des métropoles. De plus, l'extraction excessive de granulats a des conséquences considérables sur les écosystèmes. Aussi le milieu de la construction en France est le premier producteur de déchets, et une grande partie de ces déchets sont des déchets inertes dont les terres excavées font partie. À l'avenir la gestion de ces déchets est aussi un enjeu clef du secteur de la construction et la réutilisation de ces déchets et le fonctionnement selon les principes d'économie circulaire sont déjà aujourd'hui fortement encouragés [28]. Le système actuel de construction de bâtiments neufs pourrait être plus vertueux : les granulats utilisés dans la composition du béton sont extraits de manière très localisée et ces sites d'extractions sont ensuite comblés à l'aide des terres d'excavations issues des chantiers utilisant ces granulats. Face à ces perspectives la construction en terre crue a toute sa place : ce matériau, s'il n'est pas stabilisé par des liants hydrauliques, est presque réutilisable à l'infini, peut retourner à la terre en fin de vie et cette ressource, aujourd'hui très souvent considérée comme un déchet, est disponible dans de très grandes quantités. Un système plus vertueux est ainsi envisageable : le matériau excavé sur un chantier pourrait être réutilisé directement sur place pour ériger les parois du bâtiment construit.

c) Pourquoi peut-on construire en terre crue ?

Quelle terre ?

Le matériau « terre » quand il est en place, avant excavation, est communément appelé « sol ». Pour le géotechnicien on considère comme sol toutes les couches superficielles meubles altérées situées au-dessus de la roche mère dite saine, que l'on nomme aussi substratum. Ces couches superficielles sont issues de la lente dégradation physique, chimique et biologique de la roche mère. Dans ce domaine d'étude on considère le sol selon ses capacités porteuses, souvent lors de travaux de fondations de bâtiments ou souterrains. La nature minéralogique et l'épaisseur de ces différentes couches sont souvent liées à l'histoire géologique du sol étudié. Par exemple, quand on considère le bassin rennais et les différents faciès géologiques qui

composent son substratum rocheux, on est capable de dater et d'analyser leur composition. Pour le bassin rennais, les roches mères sont très souvent des roches sédimentaires issues du dépôt de sédiments à l'époque du Briovérien (≈ 600 millions d'années). À l'échelle du massif, on observe des alternances silto-gréseuses, plus ou moins épaisses, et de granulométrie variée. L'altération a conduit à la formation de passages argileux (altération poussée des siltites) le long des plans de discontinuités. On observe aussi régulièrement des argilites, des argilites-siltites et des conglomérats quartzeux selon les endroits étudiés [57–59]. Des formations rocheuses du Briovérien sont d'ailleurs généralement rencontrées sur toute l'étendue du massif armoricain (Figure I-2). On peut donc se douter que les altérations de cette roche mère donnent naissance à des sols riches en argiles et autres grains fins (limons, sables) qui seront ici étudiés pour leur capacité à être mis en œuvre comme matériau de construction : la terre crue.

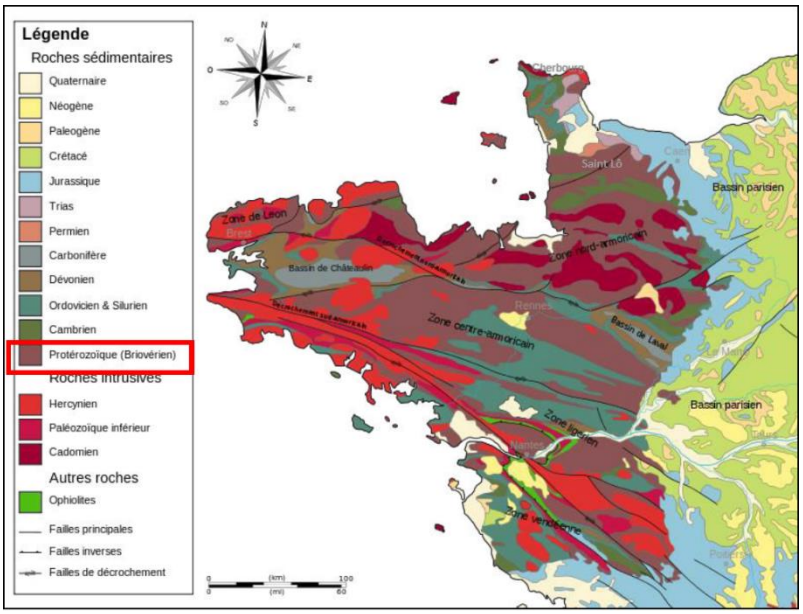


Figure I-2: Schéma structural du massif armoricain d'après Le Cor [58]

Il semble donc intéressant, avant de tenter de caractériser un sol donné que l'on souhaite utiliser sur un projet de construction en terre crue, de s'informer sur les caractéristiques et l'histoire géologique du sous-sol en présence et donc de se renseigner sur la carte géologique de la zone d'étude. Les informations obtenues à propos de la roche mère donneront des indices sur la nature des couches de sol superficielles attendues.

Dans une autre discipline liée à la géologie, la pédologie, on étudie la formation et l'évolution de ces couches superficielles altérées et leur dégradation pour finalement classer cette couche géologique superficielle (appelée sol) en plusieurs sous-couches pédologiques afin d'appréhender leur grande variabilité, et souvent pour décrire leur potentielle fertilité. La pédologie définit des horizons, humifères ou minéraux, qui permettent de décrire ces différentes sous-couches superficielles selon leurs compositions physique et chimique, leur agencement et leurs propriétés biologiques. Dans la thèse d'E. Hamard [28] un récapitulatif schématise les différentes couches de sols et leurs classifications selon les différentes disciplines les étudiant (figure I-3). Il y indique les sols qu'il identifie comme potentielles sources de matériaux pour la construction en terre crue.

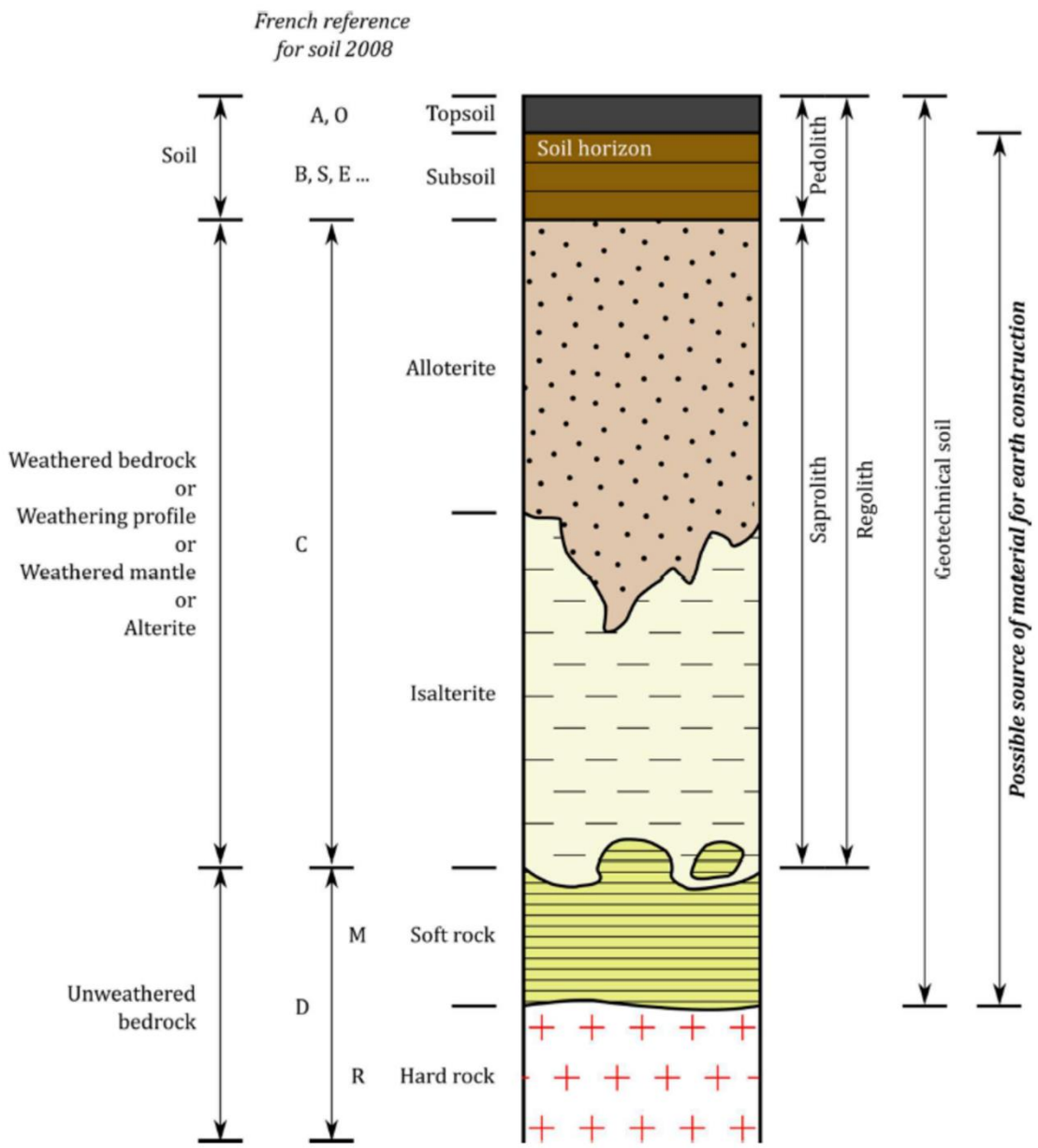


Figure I-3: Coupe verticale de matériaux altérés de la surface au substratum (roche non-altérée) selon les définitions de différents champs disciplinaires selon E. Hamard [28]

Les horizons supérieurs A et O définis par la pédologie, sous-couches de sol à fortes teneurs en matières organiques, sont généralement laissés de côté dans le cadre d'un projet de construction en terre pour être valorisés en tant que terres végétales. La définition géotechnique d'un sol semble être la plus appropriée pour définir les sols utilisés en construction terre, en ne considérant pas les sous-couches de sol supérieures trop organiques.

Comme précisé dans la thèse de T. Vinceslas [35], les sols sont constitués de trois phases : une phase solide poreuse (particules du sol : du cailloux au grain d'argile), une phase liquide (l'eau présente dans les pores) et une phase gazeuse (air présent dans les pores). Un schéma couramment utilisé permet de représenter simplement ces trois phases constituantes du sol en place (Figure I-4 d'après [60]). Les différentes grandeurs et leurs significations sont détaillées dans le tableau I-2.

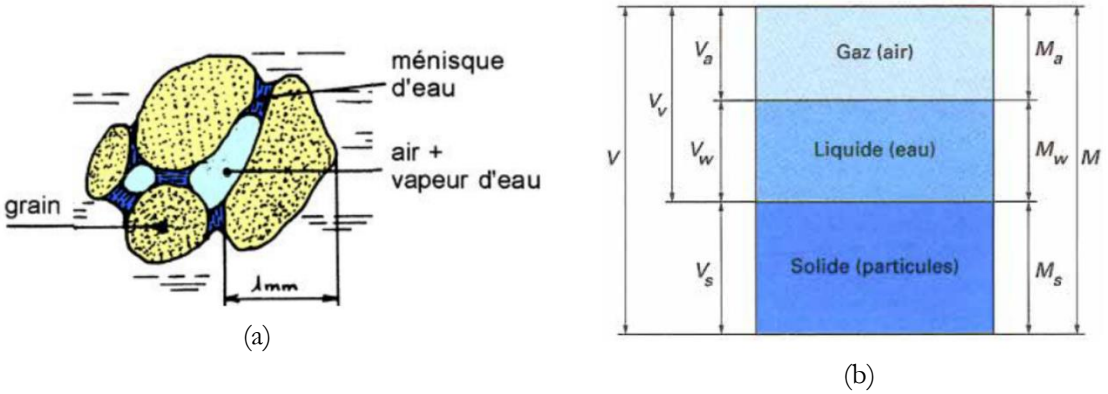


Figure I-4: Les 3 phases d'un sol et leur représentation schématique d'après [60]

$\mathbf{V_a}$	Volume d'air	$\mathbf{M_a}$	Masse d'air = 0
$\mathbf{V_w}$	Volume d'eau	$\mathbf{M_w}$	Masse d'eau
$\mathbf{V_v}$	Volume des vides	$\mathbf{M_s}$	Masse des grains solides
$\mathbf{V_s}$	Volume des grains solides		

Tableau I-2: Description des grandeurs du diagramme 3 phases

C'est donc à partir de ces sols décrits précédemment, que l'on construit en terre crue. Généralement on parle de « sol » quand on considère la ressource en place et on parle de « terre » ou « terre crue » quand on considère le matériau de construction pendant et après sa mise en œuvre, une fois qu'il a été extrait. Néanmoins, la représentation schématique des différentes phases d'un sol est aussi adéquate pour représenter et appréhender les états et propriétés du matériau terre crue une fois mis en œuvre.

Une grande variabilité granulométrique

Comme évoqué précédemment, un sol c'est donc un assemblage de grains de tailles et de natures minéralogiques différentes (Blocs, galets, cailloux, graviers, sables, silts et argiles [60]) dont le comportement peut être significativement différent lorsque ces grains interagissent avec de l'eau. Dans sa thèse portant sur la variabilité des terres Bretonnes et Normandes et leur valorisation dans la terre allégée, T. Vinceslas a réalisé une matrice de consistances inspirée du « test Carazas » portant sur 28 terres différentes prélevées dans le grand Ouest de la France [35]. Chaque terre a été mélangée avec de l'eau à des teneurs en eau de 15%, 30%, 45%, 60%, 75% et 90% afin de comparer leur sensibilité à l'eau. Cette matrice illustre bien la variété des comportements des différentes terres à des teneurs en eau données (Figure I-5).

Figure I-5: Matrice de consistance inspirée du "test Carazas" réalisée sur 28 terres bretonnes et normandes différentes [35] (Crédit photo : Théo Vinceslas)

Les sols ayant été formés suite à de longs processus d'altération différents selon leurs histoires et les roches mères dont ils sont issus, il en existe ainsi une infinité, différents de par leurs natures minéralogiques et leurs distributions granulométriques. Localement cette variabilité dans leur composition est aussi grande. La distribution de particules d'un sol selon leurs tailles, appelée distribution granulométrique donc, est un outil efficace pour commencer à appréhender la variabilité des sols et pour caractériser finement un sol donné. Selon les pays et les disciplines, il existe plusieurs échelles de classes granulaires pour définir la distribution granulométrique d'un sol. Ici on retiendra la définition suivante de ces classes granulaires (Tableau I-3).

Type de grain	Argiles	Limons	Sables fins	Sables Grossiers	Graviers
Dimensions	< 2 µm	2-63 µm	63-200 µm	0,2-2 mm	2-20 mm
Particule visible	Microscope électronique à balayage	Microscope	Loupe	Loupe	Œil nu
Forme	Plate ou en bâtonnet		Sphérique		
Minéraux	Smectites, illites, kaolinites, chlorites, vermiculites,		Quartz essentiellement/quelques Feldspaths et Micas		
Structure	Floculé-dispersé		Dense ou meuble		

Tableau I-3: Classement retenu des différentes particules composant la terre selon la granulométrie et quelques-unes de leurs caractéristiques d'après [60, 61]

Le comportement d'un sol sera donc en premier lieu influencé par sa distribution granulométrique. Selon les sols prélevés les distributions granulométriques seront très variées et influenceront fortement leur comportement. En géotechnique routière c'est d'ailleurs le premier indicateur qui permet de classer un type de sol en fonction de son comportement potentiel à la mise en œuvre [62]. Pour construire en terre, c'est un aspect essentiel à appréhender et à maitriser afin d'en assurer une mise en œuvre dans des conditions idéales et d'assurer son comportement mécanique et hygrothermique.

Si la distribution granulométrique est un premier facteur d'influence sur la variabilité des comportements des sols à prendre en compte, il est aussi intéressant d'observer dans le tableau I-3 qu'il y a deux grands types de grains qui composent le sol. Les grains les plus gros, des limons aux graviers, malgré leurs différences granulométriques, présentent globalement les mêmes caractéristiques physico-chimiques : ce sont des minéraux essentiellement composés de quartz, sphériques, qui se structurent de la même façon. Mais les grains les plus fins, les argiles, présentent des caractéristiques autrement plus complexes. Elles varient de par leurs formes, leurs minéralogies, leurs structures et toutes leurs caractéristiques physico-chimiques.

Cette variabilité de propriétés des argiles est le deuxième principal facteur qui influence et différencie le comportement des sols. Elle est primordiale à appréhender dans le cadre du développement de matériaux de construction à base de terre crue car elle va influencer très fortement leurs comportements mécaniques. Ces argiles présentent un comportement que l'on peut qualifier de colloïdal au contact de l'eau et on connait aujourd'hui plus de 16 variétés minéralogiques d'argiles qui ne présentent pas les mêmes propriétés en tant que colloïdes [25, 63].

Les argiles

On donne généralement deux définitions au terme argile, l'une granulométrique, la seconde minéralogique [25].

D'un point de vue granulométrique, on considère généralement que le terme argile englobe toutes les particules inférieures à 2 micromètres. En réalité, cette classification granulométrique regroupe majoritairement des argiles et des oxydes métalliques, mais également des particules de quartz et de calcaire ainsi que de la silice plus ou moins hydratée. On peut aussi trouver des colloïdes dans les particules plus grandes que 2 micromètres. C'est pourquoi cette définition granulométrique, bien qu'étant un bon indicateur de la teneur en argile d'un sol, est à prendre avec précaution car elle cache la grande variabilité de comportement des différentes natures minéralogiques qui induisent d'immenses différences dans la réaction du matériau vis-à-vis de l'eau.

D'un point de vue minéralogique les argiles sont des cristaux en forme de feuillets composés de tétraèdres et d'octaèdres: ce sont des aluminosilicates phylliteux [25, 63–71]. On retiendra cette dernière définition car ce sont bien les feuillets d'argiles qui sont à l'origine de la cohésion du matériau terre. Les argiles se

présentent presque toutes sous cette forme de feuillets structurés de manières différentes (2 grands types de structurations, 1 :1 ou 2 :1 [63, 68, 70, 71]), mais leurs compositions chimiques sont diverses ce qui explique la grande variabilité des types d'argiles que l'on peut trouver sur terre.

Un feuillet d'argile, dont l'épaisseur est de l'ordre du nanomètre, est donc composé d'au moins deux unités structurelles : une couche octaédrique et une couche tétraédrique.

Les couches octaédriques (O) sont constituées d'atomes d'oxygènes et de groupes hydroxyles resserrés autour de cations d'aluminium (Al^{3+}), de magnésium (Mg^{3+}) ou de fer (Fe^{3+}) en coordination octaédrique [63, 70, 71]. Selon les cations qui occupent les sites octaédriques de cette couche, les minéraux formés seront dits soit dioctaédriques soit trioctaédriques. En effet, si la structure s'articule autour des cations Al^{3+} ou Fe^{3+}(d'une valence de 3), seulement 2/3 des positions possibles sont occupées afin d'équilibrer les charges : le minéral est dit dioctaédrique. En revanche si c'est des cations Mg^{2+}(Valence de 2) qui occupent ces sites, les 3 positions sont occupées : le minéral est trioctaérique [71].

Les couches tétraédriques (T) sont constituées de groupes de 4 oxygènes, ou parfois hydroxyles, entourant le plus souvent des cations silicium (Si^{4+}), parfois remplacés par des Al^{3+}, arrangés en forme tétraédrique avec le cation silicium au centre. Dans une couche tétraédrique ces tétraèdres sont arrangés selon un réseau hexagonal répété infiniment dans 2 directions horizontales [71] (figure I-6).

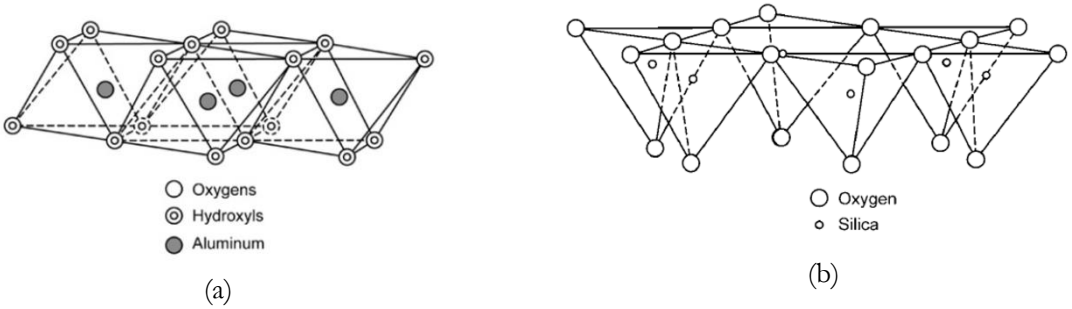


Figure I-6: Représentation schématique d'une couche octaédrique (a) et d'une couche tétraédrique (b) **[71]**

Pour former un feuillet d'argile ces couches tétraédriques et octaédriques se lient par leurs oxygènes ou hydroxyles apicaux selon les différents types de structurations suivantes [63, 71] :

- Les feuillets 1 :1 ou T.O (e.g. kaolinite) où une couche octaédrique est liée à une couche tétraédrique.
- Les feuillets 2 :1 (e.g. illite ou smectite) ou TOT, où une couche octaédrique partage des oxygènes avec deux couches tétraédriques sur chacune de ses faces.
- Dans certains cas on trouve un feuillet 2 :1 auquel se lie une autre couche octaédrique d'hydroxyde de magnésium, appelée brucite, pour compenser son déficit de charges en surface. On note souvent ce genre de feuillets 2 :1 +1 (e.g. chlorite).

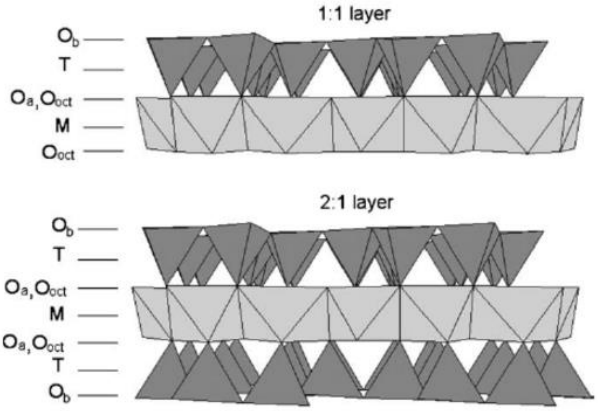


Figure I-7: Représentation schématique des structures 1:1 et 2:1 des feuillets d'argiles [69]

Selon les substitutions d'atomes au sein des couches des feuillets, ceux-ci présentent des surfaces ayant des déficits de charges positives plus ou moins importants. Dans ce cas, afin de compenser ce déficit, des cations échangeables s'adsorbent entre les feuillets : K^+, Na^+, NH_4^+, Ca^{2+}, Mg^{2+}. Ces cations sont trop larges pour entrer dans la composition des cristaux et restent donc dans cet espace interfoliaire. Selon le type de cations adsorbés en surface des feuillets, les caractéristiques des argiles seront très différentes. Selon la taille de ces cations, les dimensions des espèces d'argiles seront aussi très variables. Les liaisons entre ces cations et la surface des feuillets sont aussi plus faibles que les liaisons covalentes structurant les couches octaédriques et tétraédriques entre elles. Aussi, en présence d'eau, ces cations seront plus ou moins échangeables (en fonction de leur taille et de leur énergie d'hydratation), ce qui entrainera des différences dans les comportements de ces argiles. Finalement c'est bien la composition et l'arrangement des différentes couches tétraédriques et octaédriques qui sont à l'origine de la grande variété d'argiles que l'on peut trouver, et qui influenceront l'essentiel de leurs propriétés physico-chimiques [63, 70, 71].

Pour résumer, une argile est donc un minéral issu d'un assemblage de feuillets qui présente une morphologie plaquettaire. Aussi une plaquette d'argile présente des charges permanentes négatives sur ses faces (dues aux substitutions de cations dans les structures des feuillets) et des charges variables sur ses bords (du fait des oxygènes libres des bords des feuillets fixant ou relâchant des protons selon le pH du milieu) [25]. Selon les types de feuillets la taille des particules d'argile va être assez variable et leurs propriétés de surface seront très différentes.

Et c'est ces argiles et leurs propriétés qui sont à l'origine de la cohésion du matériau terre. En s'intéressant à la figure I-8, on constate que c'est même principalement la présence d'eau, en très faible quantité entre les feuillets d'argile, qui induit la force capillaire principalement responsable de la cohésion du matériau terre crue [65, 67, 72].

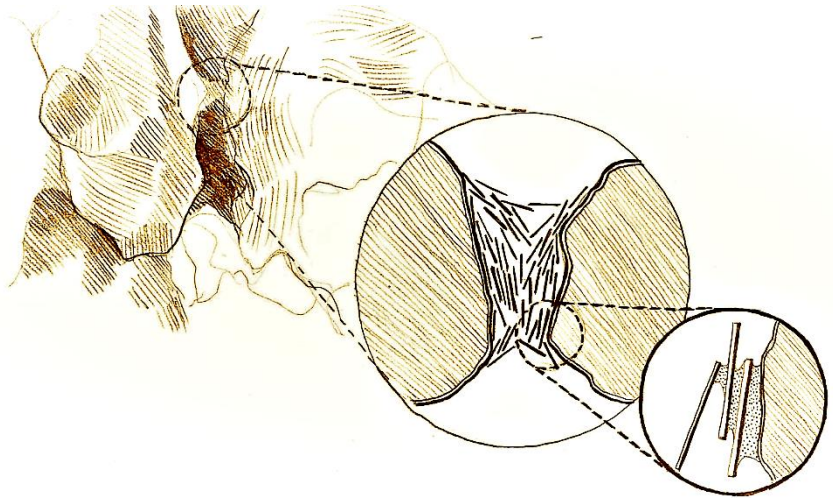


Figure I-8: Schéma des ponts capillaires se formant entre les argiles, à très faible teneur en eau, assurant la cohésion de la terre, adapté de [65, 67, 72]

La plupart des grains composant la terre, comme les argiles par exemple, sont hydrophiles, l'eau a donc tendance à s'étaler à leur surface. Quand il y a très peu d'eau dans le matériau terre, l'eau se concentre aux points de contacts entre les grains, et se met en tension au niveau de l'interface eau/air. Cette tension superficielle induit une dépression au sein de l'eau qui engendre une forte attraction entre tous les grains du sol et crée ainsi la cohésion du matériau [67]. Cette tension superficielle dépend de la taille et de la forme du pont capillaire ainsi que de la différence de pression entre l'air et l'eau (loi de Young-Laplace) [35, 65, 67, 72]. Cette force capillaire est donc directement liée à la surface des grains du sol accessible à l'eau capillaire. Pour un volume de sol donné, plus les minéraux vont être petits, plus la surface disponible va être grande. Les argiles étant de petits éléments, le nombre de ponts capillaires vont être multipliés à leur surface et la cohésion du matériau sera plus grande. Comme évoqué précédemment, selon la composition et l'arrangement de ses feuillets, la taille des particules d'argile peut être très variable, sa surface spécifique peut être démultipliée et donc aussi ses propriétés cohésives vis-à-vis de la capillarité [63]. Ces variations de surfaces spécifiques entre les différentes espèces d'argiles composant la fraction fine du matériau terre vont donc influencer sa cohésion et donc ses propriétés mécaniques. Elles vont aussi influencer son comportement rhéologique qui est déterminant pour choisir la technique de mise en œuvre optimale.

Aussi, comme évoqué précédemment, certains types d'argile présentent des déficits de charges positives à leur surface selon les substitutions d'atomes au sein des couches tétraédriques et octaédriques des feuillets qui les composent [63, 70, 71]. En présence d'eau capillaire ces charges négatives attirent les cations de l'eau à la surface des grains, qui s'adsorbent à leur surface sans jamais ne s'y coller. Ces interactions impliquent des forces électrostatiques qui augmentent fortement la cohésion entre les grains, si les charges négatives à la surface des argiles sont grandes [67, 72]. Elles peuvent parfois être 10 fois plus élevées que les forces capillaires. Aussi, à l'intérieur de ces plaquettes d'argiles, les feuillets présentent tous de grands déficits de charges positives à leur surface. Pour combler ces déficits de charges, des cations s'adsorbent à leur surface dans l'espace interfoliaire : K^+, Na^+, NH_4^+, Ca^{2+}, Mg^{2+}. Certains de ces cations interfoliaires présentent une grande énergie d'hydratation et sont aussi facilement échangeables avec les ions de l'eau capillaire. Ces échanges de cations interfoliaires donnent des propriétés gonflantes à certaines argiles en présence d'eau, mais augmentent aussi leur cohésion de façon significative à faible teneur en eau. La capacité d'échange cationique (CEC) est un indicateur qui illustre bien le potentiel d'une argile à échanger des cations à sa surface ou dans ses espaces interfoliaires : plus cette CEC est élevée, plus la potentielle cohésion entre ces argiles est élevée [25, 63, 73].

Finalement la surface spécifique, les charges de surface ou encore la CEC des argiles d'une terre sont autant d'indicateurs qui vont permettre d'appréhender correctement le potentiel cohésif du matériau utilisé pour

construire. On qualifie couramment ces effets « d'activité » des argiles ou « d'argilosité » d'une terre. Ces différentes interactions des argiles et des autres grains du sol avec l'eau sont quantifiables et mesurables et permettent de définir le potentiel de liaisons entre l'eau et les particules de la terre : on mesure par exemple la succion [64, 65, 72, 74]. Cette pression négative mesurée est une somme des interactions préalablement évoquées ici et d'autres interactions moindres [64, 65, 67], non détaillées ici, qui permet d'expliquer le caractère cohésif d'une terre.

Aussi, lorsque l'on met en œuvre de la terre crue, l'eau doit-être présente en proportion suffisante (cette proportion varie selon le mode de mise en œuvre) pour laisser une liberté de mouvement aux feuillets d'argile et former un milieu diphasique que l'on peut appeler « boue » [25, 65]. La figure I-9 [63] indique que la viscosité de cette boue dépend de l'agencement spatial des feuillets d'argiles. Si les feuillets sont défloculés, les particules d'argiles se repoussent et la viscosité apparente (résistance à l'écoulement) est minimale. En floculant (structures en « château de cartes »), les feuillets sont agrégés par les bords et par les faces et la viscosité est maximale [63]. Comme expliqué précédemment, le feuillet d'argile présente des charges permanentes négatives sur ses faces et des charges variables sur les bords (fonction du pH). Les équilibres d'interactions menant aux différentes associations dépendent donc de la nature des argiles et de la chimie de l'eau (acidité, salinité).

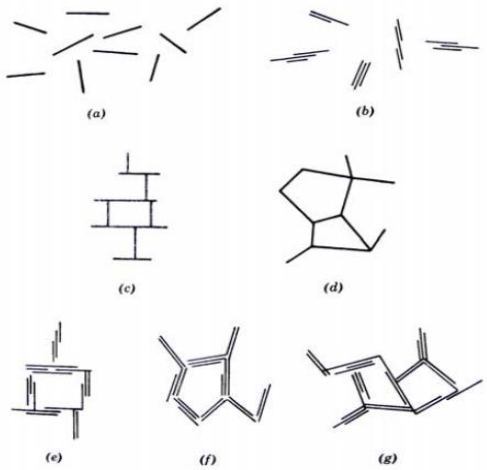


Figure I-9: Différents modes d'associations des particules argileuses en suspension : (a) Dispersé et défloculé. (b) agrégé et défloculé (association face-face). (c) Floculé bord-face et dispersé. (d) Floculé bord-bord et dispersé). (e) Floculé bord face et agrégé. (f) Floculé bord-bord et agrégé. (g) Floculé bord-face et bord-bord et agrégé ». D'après [63]

En fonction du procédé de mise en œuvre, une certaine ouvrabilité ou consistance est nécessaire. Pour obtenir les propriétés de mise en œuvre adaptées au procédé visé, on fait varier la quantité d'eau ajoutée au sol. Cependant, dans le cadre d'une utilisation en éléments constructifs, cet ajout d'eau à la mise en œuvre aura potentiellement plusieurs conséquences négatives sur le produit fini sec : une résistance mécanique amoindrie car le matériau sera plus poreux [75] et aura fait l'objet d'un retrait plus important au séchage. De plus, une quantité d'eau élevée conduit à une durée de séchage plus longue potentiellement néfaste pour assurer une productivité en accord avec les attentes actuelles de l'industrie de la construction.

Pour résumer, les argiles présentent des caractéristiques très différentes selon leur nature et interagissent différemment avec l'eau. Voici une brève description de trois principales familles d'argile aux propriétés sensiblement différentes : kaolinites, illites et smectites.

Les argiles de la famille de la kaolinite [$Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$] [71] sont composées de feuillets de type 1:1. Leur composition chimique théorique est la suivante : SiO_2, 46.54% ; Al_2O_3, 39.5% ; H_2O, 13.96%. Ce type d'argile est issu de l'association d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique où il n'y a pas de substitution des atomes Si ou Al. Ces feuillets presque parfaits sont ainsi électriquement neutres. Les feuillets se superposent et sont liés entre eux par des liaisons hydrogènes et des forces de Van der Waals. On ne

trouve donc pas de cations dans l'espace interfoliaire et la distance interfoliaire est de 7 Å. Du fait de l'absence de cations interfoliaires, seule l'hydratation de surface des feuillets permettrait d'ouvrir les cristaux formés, mais l'énergie induite serait trop faible pour surpasser celle des liaisons qui existent entre feuillets. L'empilement des feuillets permet de former des feuillets d'une épaisseur de quelques dizaines de nanomètres et d'une longueur de l'ordre du micron. Les cristaux de kaolinite présents dans la nature n'étant pas toujours parfaits, ils présentent des sites où des cations peuvent être échangés, sur leurs bords abimés, et ils présentent une très légère charge négative de surface. La CEC de ce type d'argile est assez faible et varie généralement entre 1 et 15 cmol/kg [25, 63, 73]. La surface spécifique de ce type d'argile est aussi relativement limitée et varie entre 8 et 30 m^2/g selon les sources, les types d'argiles et les méthodes de mesures [71, 76, 77]. Les kaolinites étant faiblement chargées, mais présentant aussi de faibles surfaces spécifiques, la densité de charges à leur surface est assez importante et ces argiles sont très sensibles aux changements d'état du milieu aqueux où elles se trouvent [25].

L'illite [$(Si_{3,4}Al_{0,6})$ (Al_2) $O_{10}(OH)_2K_{0,6}$] [25] est formée de feuillets de type 2 :1 qui sont séparés d'une distance interfoliaire de 10 Å. Dans les couches tétraédriques des Al^{3+} viennent remplacer des Si^{4+} très régulièrement ce qui implique un très grand déficit de charges des feuillets qui est cependant compensé par des cations K^+ dans l'espace interfoliaire. L'espace interfoliaire de ces argiles est trop petit pour accueillir des molécules d'eau et pour échanger les cations K^+ fortement imbriqués qui restent fixés entre les feuillets, leurs dimensions restent donc stables : les illites n'ont ainsi pas de propriétés gonflantes [63]. L'essentiel des sites accessibles à l'échange cationique est concentré sur les surfaces des particules d'illites qui sont chargées négativement. Les particules d'illites se présentent comme des petites plaquettes aux contours irréguliers contenant un faible nombre de feuillets et sont donc très fines. Leurs dimensions sont d'environ 10 nm d'épaisseur pour 100 nm de longueur soit au moins 10 fois plus petites que les kaolinites. Une plaquette d'illite est chargée négativement en surface et présente généralement une capacité d'échange cationique (CEC) de 10 à 40 cmol/kg environ [63, 73]. La surface spécifique de ce type d'argile est plus élevée que celle de la kaolinite et varie entre 67 et 150 m^2/g selon les sources, les types d'argiles et les méthodes de mesures[25, 77, 78].

Les argiles de la famille de la smectite [$(Al_{2-x}Mg_x)Si_4(O_{10})(OH)_2(CEC)_x$] [25, 79] (pour la Montmorillonite : elles présentent différentes formules) sont formées de feuillets de type 2 : 1, composés d'une couche octaédrique entre deux couches tétraédriques comme les illites. La composition chimique théorique des feuillets sans prendre en compte la couche interfoliaire est la suivante : SiO_2, 66.7%;Al_2O_3, 28.3%; et H_2O, 5% [71]. Mais les cations Si^{4+} et Al^{3+} peuvent être remplacés respectivement par des cations Al^{3+} et Mg^{2+}. Les faces extérieures des feuillets sont identiques et stables : elles ne peuvent pas fixer de protons, car la valence des oxygènes de surfaces liés aux Si^{4+} des couches tétraédriques est remplie, leur réactivité de surface est donc plutôt faible. Si les smectites présentent une grande réactivité de surface c'est parce qu'il y a nombre relativement important de substitutions des cations tétraédriques et octaédriques à l'intérieur des feuillets. Cela induit un déficit de charges surfaciques considérable mais moins important que pour les illites. Ce déficit est alors comblé par des cations interfoliaires hydratés comme le Ca^{2+}, le Mg^{2+} ou le Na^+ qui sont beaucoup plus mobiles que les K^+ [63, 70, 71]. Ces cations présentent une grande énergie d'hydratation [80] et l'eau peut ainsi pénétrer très facilement entre les feuillets : ce type d'argile présente ainsi une très grande surface spécifique (variant de 600 à 800 m^2/g selon les sources [25, 76]) ainsi qu'une grande capacité d'échange cationique (CEC entre 70 et 120 cmol/kg [25, 73]). Ces argiles sont très fines et ont les dimensions suivantes : de l'ordre de 1 nm d'épaisseur pour 1 µm de longueur, soit au moins 10 fois plus fine que les kaolinites. Les feuillets se groupent de façon beaucoup moins ordonnée que les feuillets de kaolinite ou d'illite [25, 63].

Le tableau I-4 récapitule certaines propriétés de ces trois types d'argile, ainsi que celles des chlorites et de la vermiculite.

Comme évoqué précédemment, dans certains domaines où l'importance de la nature des argiles est prépondérante sur le comportement des sols fins, comme la construction en terre crue mais aussi la géotechnique routière, les argiles sont usuellement classées suivant leur « activité » et les sols suivant leur « argilosité ». Plus une argile est active plus les liaisons qu'elle crée sont résistantes, mécaniquement parlant,

mais elle est aussi plus sensible à l'eau. Voici ci-dessous une tentative de classement très simplifiée des argiles selon leur degré d'activité :

Nature Argile	***Kaolinite***	***Chlorite // Illite***	***Vermiculite // Smectites***
Taille des Grains	Gros Grains		Grains Fins

Activité Argileuse

Dimensions stables		Argiles Gonflantes
Peu sensibles à l'eau		Sensibles à l'eau
Peu cohésives		Très cohésives

Figure I-10: Tentative de classement des argiles selon leur activité

Caractéristiques	Kaolinite	Illite	Smectites (exemple de la Montmorillonite)	Chlorites	Vermiculites
Formule générale [25, 69–71, 79]	$[Al_4Si_4O_{10}(OH)_8]$	$[(Si_{3,4}Al_{0,6})\ (Al_2)\ O_{10}(OH)_2K_{0,6}]$	$[(Al_{2-x}Mg_x)Si_4(O_{10})\ (OH)_2(CEC)_x\ ]$	$[(R^{2+}, R^{2+})_3\ (_xSi_{4x}R_y{}^{2+})O_{10}(OH)_2]^- + [(R^{2+}, R^{3+})_3(OH)_6]^+$	$[(MgFe_3)(Si_{4-x}Al_x)\ (O_{10})(OH)_2Mg_x]$
Type de feuillet/distance interfoliaire [25, 63, 69, 70]	Feuillet 1 :1 Distance interfoliaire : 7 Å	Feuillet 2 :1 Distance interfoliaire : 10 Å	Feuillet 2 :1 Distance interfoliaire ≥ 14 Å	Feuillet 2 :1 +1 Distance interfoliaire : 14.2 Å	Feuillet 2 :1 Distance interfoliaire : 14 Å
Dimensions d'une plaquette d'argile[25, 63]	Epaisseur : quelques dizaines de nm Longueur : 1 µm	Epaisseur : 10nm Longueur : 100nm	Epaisseur : 1 nm Longueur : 1 µm	Proche des illites	Proche des illites
Surface spécifique (m^2/g)[25, 71, 76, 77, 81, 82]	8-30	67-150	600-800	26-130	275-700
CEC (cmol+/kg) [25, 63, 73]	1-15	10-40	70-120	10-40	130-210
Charge électrique du feuillet ($C.m^2$) [69–71, 78, 79]	0	0,6-1	0,2-0,6	-	0,6-0,9
Comportement gonflant [63, 70]	Non	Non	Oui	Non	Oui

Tableau I-4: Quelques caractéristiques de certains minéraux argileux

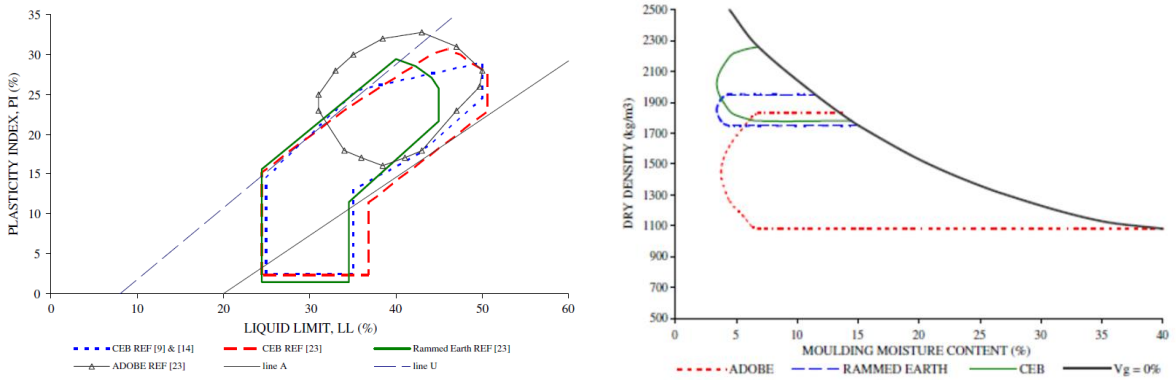
Une variabilité minéralogique et granulométrique à appréhender

Finalement la variabilité de la ressource terre crue (variétés d'argiles, part de la fraction argileuse, distribution granulométrique) et ses conséquences sur les interactions avec l'eau selon sa nature vont impliquer une variabilité de ses caractéristiques mécaniques et rhéologiques. À l'échelle de la Bretagne, cette variabilité de la ressource est d'ailleurs très marquée [28, 35]. Cet aspect rend alors difficile la reproductibilité et la standardisation de ce matériau de construction, au regard des exigences des normes actuelles relatives à la construction de bâtiments neufs.

Caractériser cette variabilité et les potentiels comportements d'une terre est une chose qui se fait dans plusieurs domaines, comme la géotechnique. La classification du guide des terrassement routiers (GTR) [62] par exemple se base sur plusieurs essais géotechniques (Analyses granulométriques, essai Proctor, limites d'Atterberg ou VBS, décrits en détails dans la partie II) pour définir différents paramètres discriminants donnant des informations sur un sol donné.

Notamment, pour chaque type de terre, sa consistance évolue avec sa teneur en eau et elle présente plusieurs états : l'état solide sans retrait, l'état plastique et l'état liquide. Les limites d'Atterberg [83] sont les teneurs en eau limites marquant les passages entre ces différents états : la limite de plasticité notée $W_p(\%)$ marque le passage d'un état solide sans retrait à un état plastique, et la limite de liquidité $W_L(\%)$ marque le passage d'un état plastique à un état liquide du matériau. La différence entre les valeurs obtenues de $W_L(\%)$ et $W_p(\%)$ permet de déterminer un indice de plasticité I_P correspondant à l'étendue du domaine de teneurs en eau pour lequel une terre donnée présentera un comportement plastique. Aussi, d'autres essais semblables à l'essai Proctor [84] régulièrement utilisé en géotechnique routière, permettent d'estimer une teneur en eau optimale d'une terre donnée pour laquelle il est possible de viser une densité optimale selon un mode de mise en œuvre donné : ces caractéristiques ainsi obtenues permettant d'estimer si une terre est appropriée pour être mise en œuvre selon une technique donnée

Actuellement dans le milieu de la construction en terre dite traditionnelle, on a défini des gammes de ces paramètres géotechniques qui permettent de justifier qu'une terre est adaptée ou non à un mode de mise en œuvre donné (Pisé, adobes, BTC, bauge,…) [21, 23, 85]. La figure I-11, donne quelques détails sur certaines caractéristiques géotechniques des terres communément utilisées (que l'on préconise) pour différentes méthodes de mise en œuvre.



(a) (b)

Figure I-11: Caractéristiques géotechniques recommandées pour 3 modes de mise en œuvre différents du matériau terre crue: Adobes, pisé, BTC d'après [21, 23, 85]. Sur les figures (a) et (b) « CEB » correspond à des BTC, « Rammed earth » correspond au pisé. La figure(a) présente les gammes de limites de liquidité et d'indices de plasticité optimales et la figure (b) présente des optimums de teneur en eau et de masse volumique sèche.

Il semble cependant important de préciser que la terre utilisée dans les constructions ne satisfait pas toujours ces recommandations, ce qui ne l'empêche pas de donner satisfaction en tant que matériau de construction [86, 87]. Dans certaines limites on est en effet capable d'adapter une terre donnée à un mode de mise en œuvre donné en jouant sur la teneur en eau, en apportant des correcteurs granulométriques, en ajoutant un stabilisant, … Le but est une valorisation optimale de la ressource locale. Il semble aussi raisonnable

d'avancer qu'une terre donnée correctement mise en œuvre, dont on a correctement appréhendé les caractéristiques granulaires et cohésives, peut permettre de construire des bâtiments de 2 à 4 niveaux sans difficulté majeure [21, 24, 26, 39, 67].

d) Des freins à son développement

Si la variabilité propre au matériau terre est une première difficulté à laquelle on doit faire face, d'autres aspects qui rendent difficile la reproductibilité et la standardisation de ce matériau de construction, au regard des exigences des normes actuelles relatives à la construction de bâtiments neufs, sont à prendre en compte. En effet, pour un matériau donné, on peut s'attendre à une très grande diversité de caractéristiques mécaniques finales selon son état hydrique, le mode de mise en œuvre choisi ou encore l'état du matériau à la mise en œuvre [74, 88–92]. Ces observations sont à prendre en compte pour réussir à faire en sorte qu'un matériau de construction à base de terre crue puisse systématiquement, et tout au long de la vie du bâtiment, présenter des caractéristiques mécaniques suffisantes à la fonction que l'on souhaite lui donner.

Un matériau sensible à l'eau

Comme expliqué précédemment, ce sont les effets de succion liés à la dépression capillaire induite par le séchage de notre matériau qui sont à l'origine de la cohésion et donc de la résistance mécanique du matériau terre crue [74, 88]. En séchant naturellement, l'humidité du matériau se stabilise en fonction de l'humidité relative de l'atmosphère environnante, cette dernière pouvant varier. Comme la résistance du matériau terre est intimement dépendante de la présence d'eau dans les pores du matériau et aux dépressions capillaires résultant des ménisques liants les grains, un bloc soumis à ces variations hydriques voit évoluer ses propriétés, et notamment sa résistance mécanique ou son module d'élasticité [88, 90]. Au fur et à mesure que la teneur en eau du matériau augmente les ménisques formés entre les grains commencent à fusionner, la tension superficielle de l'eau capillaire diminue et donc la succion diminue. Cette chute de succion implique notamment, et de manière systématique, une perte de résistance à la compression pour un matériau donné (figure I-12 [88]).

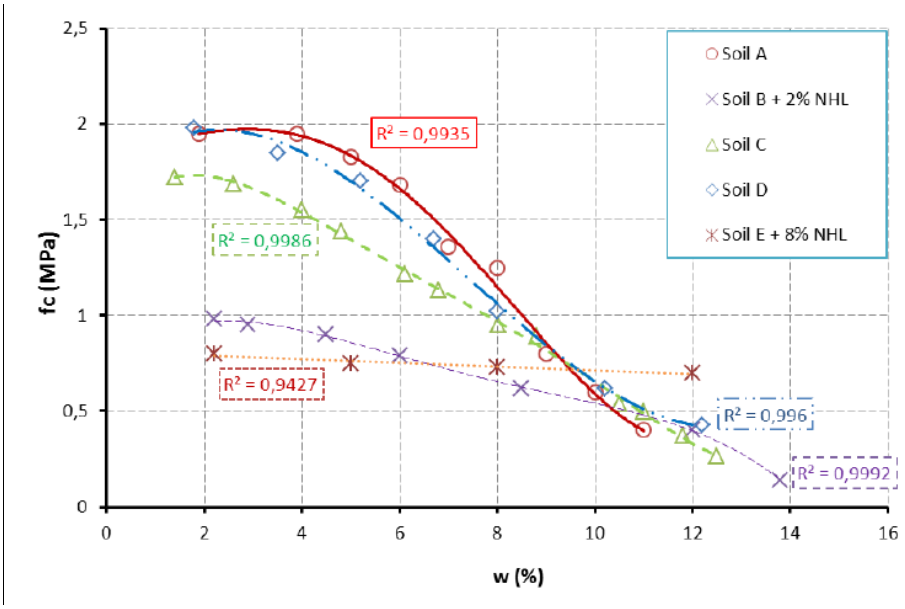


Figure I-12: Évolution de la résistance à la compression de différents blocs de terre crue avec leur teneur en eau d'après [88]

Il est aussi important de noter qu'un mur en terre est particulièrement sensible à l'eau liquide, notamment en raison du phénomène d'érosion due à l'action de la pluie [93–97]. D'une manière générale, l'eau sous toutes ses formes (liquide et vapeur notamment), va impacter la durabilité du matériau de construction terre crue, soit en faisant évoluer ses caractéristiques mécaniques (condensation de la vapeur d'eau dans ses pores, absorption d'eau capillaire), soit en l'érodant (action combinée de la pluie et du vent).

Cependant ce comportement hygroscopique de la terre crue est aussi un de ses points forts : ce matériau est capable d'adsorber ou de relâcher l'humidité de l'atmosphère d'un bâtiment et ainsi de réguler ses conditions

hygrothermiques intérieures en améliorant naturellement et facilement le confort des usagers dans toutes les conditions [21, 26, 51, 52, 54, 54, 55].

Ainsi il semble aujourd'hui très important de chercher à préserver les meilleures caractéristiques mécaniques de ce matériau de construction en le protégeant de l'action de l'eau sous toutes ses formes sans pour autant empêcher la diffusion de vapeur d'eau qui a lieu dans ses pores et qui est un de ses points forts.

Une solution commune proposée pour palier à ces difficultés est d'ajouter à la formulation du matériau terre crue des liants hydrauliques, comme la chaux et le ciment, afin d'assurer une résistance mécanique minimale et une certaine durabilité à l'eau [38, 98–105]. Cependant, comme statué précédemment, l'ajout de chaux ou de ciment dans le matériau terre crue fait perdre une partie de son intérêt environnemental à la construction en terre crue en augmentant considérablement l'énergie grise émise et en rendant plus difficile la recyclabilité du matériau [28, 32, 105–107].

Cependant, d'après d'autres travaux de recherches et surtout certaines techniques et recettes ancestrales de bâtisseurs de terre crue dans le monde, il existe des alternatives dans la formulation et dans les moyens de mise en œuvre du matériau terre crue qui permettent de viser systématiquement des résistances mécaniques suffisamment élevées et une durabilité à l'eau suffisante au regard des normes actuelles du milieu du bâtiment. Ces alternatives permettraient aussi au matériau terre crue de mieux conserver son intérêt écologique et sa recyclabilité infinie. Ces différentes options vont être présentées ci-après.

Des performances mécaniques tributaires de la mise en œuvre

Selon le mode de mise en œuvre et l'état du matériau lors de la mise en œuvre, on peut s'attendre à observer des grandes variations des caractéristiques mécaniques d'un matériau de construction à base d'une terre donnée. Par exemple, dans sa thèse, G. Landrou [39] explique que moins le matériau est poreux, plus sa résistance est élevée et que l'on peut ainsi classer des modes de mise en œuvre suivant leur résistance à la compression croissante : (Adobe/Bauge)<Pisé<BTC. En effet plusieurs études s'accordent à dire que les performances mécaniques du matériau terre crue sont liées à la densité sèche du matériau fabriqué. Ces performances mécaniques évoluent même de façon quasi-exponentielle avec la densité du matériau [89, 91, 92, 108–111] (figure I-13). Il apparait ainsi primordial de maitriser au mieux différents modes de mise en œuvre, d'adapter le comportement rhéologique de la terre crue à chaque procédé et d'identifier les meilleurs procédés à utiliser pour réussir à optimiser systématiquement les caractéristiques mécaniques à l'état sec. Une bonne optimisation systématique des modes de mise en œuvre de la terre crue devrait permettre de faciliter la reproductibilité et la standardisation de ce matériau de construction, au regard des exigences des normes actuelles relatives à la construction de bâtiments neufs.

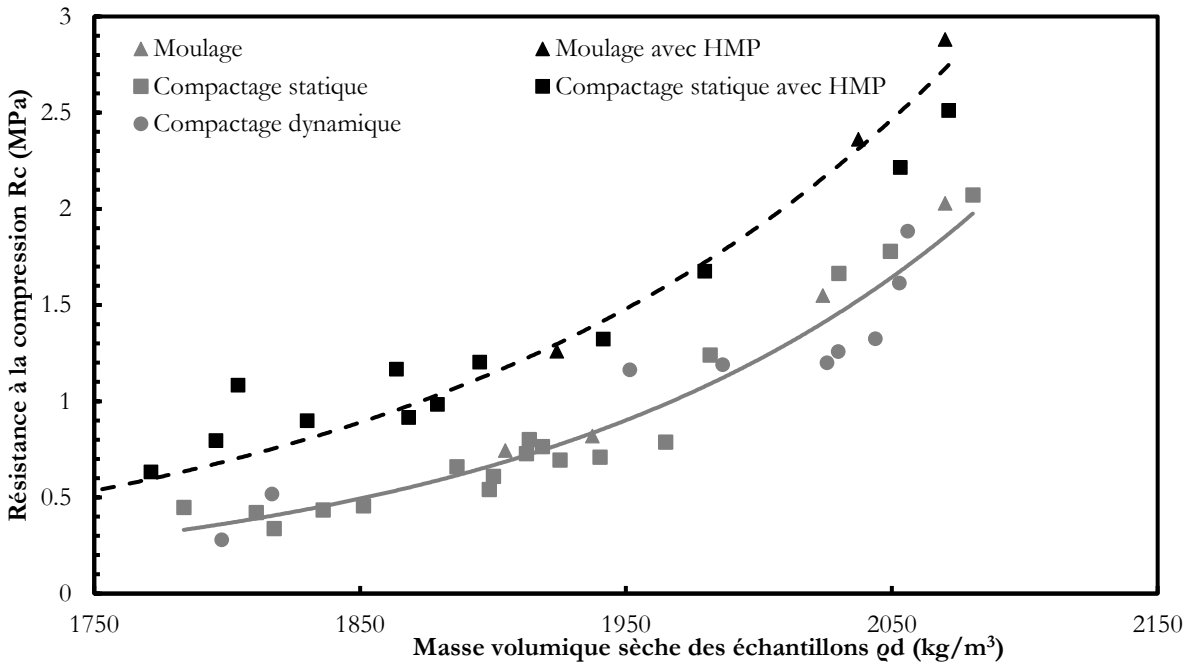


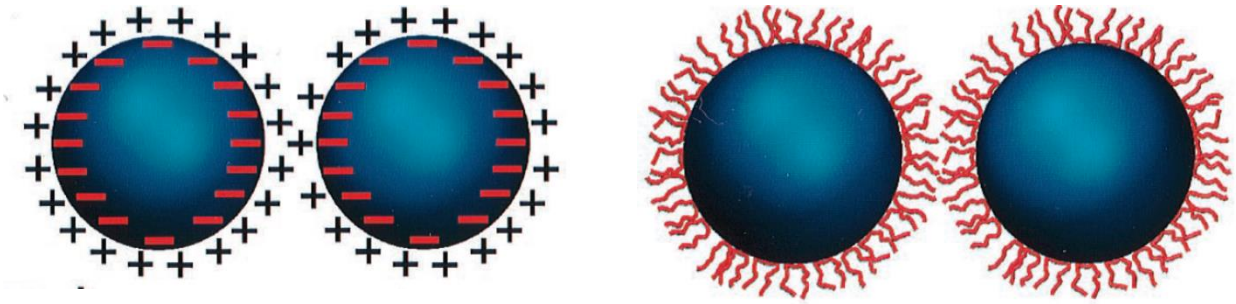
Figure I-13: Évolution de la résistance mécanique d'échantillons de terre crue en fonction de la masse volumique sèche, pour différents modes de mise en œuvre, avec et sans dispersant Na-HMP [111]

2. Actions sur la rhéologie du matériau terre crue : les dispersants

Afin d'optimiser au mieux les capacités mécaniques des matériaux à base de terre crue, il est important de maitriser au mieux, dès le stade de la mise en œuvre, leurs caractéristiques rhéologiques. En effet, comme expliqué précédemment, à la mise en œuvre l'eau doit être présente en suffisamment grande quantité pour laisser une liberté de mouvement suffisante aux feuillets d'argile. Selon le procédé de mise en œuvre, différentes consistances du matériau seront alors visées et des quantités d'eaux variables ajoutées à la terre crue. Or, cet ajout d'eau initial, s'il est mal maitrisé et trop important, peut avoir des conséquences non négligeables sur le comportement mécanique futur du matériau : une trop grande porosité qui diminue sa résistance à la compression et une durée et un retrait de séchage trop importants. Il s'agit donc, pour chaque formulation d'un type de terre donné, et pour chaque mode de mise en œuvre, de limiter au maximum l'ajout initial d'eau de gâchage.

Une solution qui est issue des recherches autour de la formulation des bétons, est d'améliorer la maniabilité du matériau terre crue en défloculant la microstructure des particules argileuses et de réduire ainsi les interactions entre particules d'argiles [38, 46, 112–114]. La défloculation peut être obtenue à l'aide d'un dispersant comme le Sodium-hexamétaphosphate (Na-HMP) qui agit comme un superplastifiant le fait sur les particules de ciment dans le béton [115, 116]. Cette option, pour une méthode de mise en œuvre donnée, permet de réduire l'apport initial d'eau au mélange et ainsi de limiter la porosité du matériau pour finalement améliorer ses caractéristiques mécaniques ainsi que sa durabilité.

Il existe plusieurs types de dispersants. Ces dispersants sont des espèces chimiques qui peuvent s'adsorber à la surface des particules d'argile grâce à de multiples mécanismes d'interaction (forces de Van der Waals, liaisons hydrogènes, interactions électrostatiques) [117]. Cette adsorption à la surface des argiles permet d'éviter leur floculation (agrégées en château de cartes, voir figure I-9) en faisant en sorte que les forces de répulsion entre les particules d'argiles soient les plus fortes possible. Souvent la dispersion est régie par 2 modes d'action différents : La répulsion électrostatique et la répulsion stérique (figure I-14).



(a) (b)

Figure I-14 : Schéma des répulsions électrostatiques (a) et stérique (b) entre deux particules d'après [118]

- Les molécules fortement chargées, courtes ou flexibles, recouvrant totalement la surface des colloïdes, induisent une répulsion ou une attraction électrostatique suivant les conditions du milieu [46, 113, 114, 119]. Les dispersants inversent ou renforcent les charges des surfaces sur lesquelles ils s'adsorbent (situation (a) figure I-14 [118]), ils complexent généralement bien les cations multivalents, limitant ainsi leur effet floculant. Les silicates de sodium Na-Si ou le Na-HMP peuvent avoir ces effets. Cependant des acides organiques présents massivement dans la nature pourraient avoir ces propriétés : lactates, tannates, citrates par exemple [25, 119, 120].
- Les molécules courtes et faiblement chargées, amphiphiles recouvrant totalement la surface des colloïdes, défloculent les argiles par répulsion stérique comme dans la situation (b) de la figure I-14 [118]. Certaines de ces molécules ont été utilisées dans les études de [46, 112].

Cependant, les dispersants dont l'efficacité a été prouvée, comme le Na-HMP, sont des produits chimiques qui pourraient avoir un impact significatif sur l'environnement s'ils étaient utilisés à plus grande échelle. Quelques études [25, 119, 120] évoquent l'utilisation d'ajouts bio-sourcés, communément appelés bio-polymères, qui pourraient jouer ce rôle de dispersant dans certaines conditions en ayant probablement un impact environnemental plus limité. Même si leur effet sur la rhéologie du matériau terre crue est probablement plus limité, et certainement plus difficile à maitriser [112], ces ajouts bio-sourcés pourraient tout de même limiter légèrement la quantité d'eau ajoutée à la mise en œuvre pour obtenir une consistance donnée selon le mode de mise en œuvre. Cela devrait permettre d'augmenter systématiquement la densité sèche du matériau et donc ses caractéristiques mécaniques.

3. Optimiser le mode de mise en œuvre pour renforcer le matériau terre crue.

a) Les évolutions récentes de la construction vernaculaire

Comme précisé précédemment, selon le mode de mise en œuvre et l'état du matériau lors de la mise en œuvre on peut s'attendre à observer des grandes variations des caractéristiques mécaniques d'un matériau de construction à base de terre donné. Grâce aux différentes évolutions technologiques de ces dernières décennies, le milieu de la construction terre crue a fait évoluer ses méthodes de production et de mise en œuvre, la plupart du temps en améliorant des techniques déjà existantes afin de limiter les temps de construction, diminuer la pénibilité au travail, augmenter la productivité et améliorer la qualité finale du matériau. Le but est finalement d'aller vers une conformité du matériau aux standards actuels du milieu de la construction, tout en préservant ses qualités de matériau local et peu impactant pour l'environnement. Parmi elles, on peut citer les quelques méthodes hybrides déjà évoquées précédemment : la terre allégée [20] (à mi-chemin entre le torchis et le pisé), la bauge coffrée [20, 28, 34], le terre-chanvre projeté [35, 121] ou le pisé préfabriqué [122]. La plupart des techniques vernaculaires ont aujourd'hui été adaptées pour faciliter leur mise en œuvre et assurer des performances mécaniques garanties et suffisantes.

Le pisé est par exemple une des méthodes vernaculaires qui a été le sujet de nombreuses innovations ces dernières décennies. Si l'on n'a pas cherché à changer la consistance du matériau à la mise en œuvre, le savoir-faire autour de ce matériau compacté étant déjà optimal et issu de siècles d'évolution, la mise en œuvre sur site du pisé moderne a été facilitée ces dernières années par l'introduction de pisoirs pneumatiques ou hydrauliques ainsi que de coffrages permettant une plus large expression architecturale. Ces premières innovations ont permis de faciliter les conditions de mise en œuvre du matériau, limiter le temps de construction, d'assurer une meilleure robustesse de procédé et d'élargir le champ des possibilités architecturales en utilisant ce matériau [39]. Aussi le pisé préfabriqué, souvent attribué à Martin Rauch [123] a en fait été développé en France par le maçon Nicolas Meunier dès 1986 [122]. Ce mode de mise en œuvre permet une préfabrication mécanique des blocs de pisé (sur site ou en usine) pour une mise en œuvre rapide et aisée sur site. Ces différentes innovations dans le milieu du pisé ont aussi permis une certaine re-démocratisation de ce matériau en rassurant certains usagers à travers quelques projets emblématiques [124, 125], avec des coûts de mise en œuvre restant cependant assez élevés (pour le pisé préfabriqué) du fait de la rareté du procédé de mise en œuvre et des contraintes qu'il peut encore impliquer. Si le pisé permet d'atteindre des caractéristiques mécaniques assez élevées pour le matériau terre crue c'est essentiellement car ce matériau est mis en œuvre à de faibles teneurs en eau et compacté, cela permet de limiter la porosité du matériau et ainsi d'augmenter sa résistance à la compression.

Les briques de terre compressée (BTC) sont aussi un bon témoin des innovations du 20ème siècle dans le milieu de la construction en terre. Cette méthode de construction, entre l'adobe et le pisé, a été largement développée après 1950 [47], après la création des premières presses manuelles de chantier et permet à une petite équipe sur chantier de fabriquer plusieurs centaines de blocs par jour sur site que l'on peut mettre en œuvre très rapidement du fait de la faible teneur en eau des briques après fabrication. Cette technique a aussi été adaptée à de la fabrication un peu plus industrielle en usine à l'aide de presse hydrauliques et permet une production de blocs beaucoup plus importante en une journée. Généralement ces blocs sont réalisés par compactage statique de la matière à des contraintes appliquées ne dépassant pas 5 MPa. Généralement ces briques sont stabilisées à l'aide de liants hydrauliques comme la chaux et le ciment [98, 105]. Ce mode de mise en œuvre permet de mieux maitriser la qualité des briques fabriquées et de viser des propriétés mécaniques minimales et assurées ce qui les rend plus facilement conformes aux standards actuels de la construction. Une norme expérimentale en France a d'ailleurs été établie et est en cours de révision dans cet objectif de normalisation des BTC [23]. Ce qui permet d'obtenir des résistances à la compression assez élevées et régulières ici c'est aussi parce que le matériau terre est mis en œuvre à des teneurs en eau assez faibles.

b) Des évolutions plus récentes basées sur la mutualisation des savoirs

Cependant, les méthodes de construction en terre crue peuvent encore être optimisées, et certaines sont même encore à développer, voire à inventer. Par exemple les caractéristiques mécaniques des BTC

pourraient encore être améliorées si l'on optimisait le procédé de mise en œuvre, et cela sans nécessité d'ajouter forcement de liant hydraulique dans leur formulation. Aussi de nombreuses méthodes de mise en œuvre ont été étudiées ces dernières années, en transférant les connaissances des milieux du béton, des industries céramiques ou de la briqueterie, au milieu de la construction en terre crue. Certains procédés innovants ont alors été imaginés : on peut citer parmi eux la terre coulée [38, 39, 46, 112, 114, 126, 127], l'hyper-compaction de blocs [92, 108, 109, 128], l'extrusion de briques de terre crue [103] ou encore l'impression 3D de terre crue [40]. Derrière ces différentes méthodes une même philosophie de travail se dégage : aller vers une certaine robustesse des procédés de mise en œuvre de la terre crue, afin de garantir systématiquement les meilleures propriétés mécaniques possibles tout en tentant de rendre ces méthodes et procédés de constructions le plus accessible possible pour aller vers une démocratisation de la construction en terre crue.

c) Des modes de mise en œuvre de blocs de terre crue sélectionnés

Comme évoqué précédemment, afin d'optimiser les caractéristiques mécaniques et de faciliter la reproductibilité et la standardisation de la terre crue, pour chaque mode de mise en œuvre, il est alors important de chercher à optimiser au mieux la densité sèche du matériau afin de pouvoir viser systématiquement des caractéristiques mécaniques suffisamment élevées [89, 91, 92, 108–111]. Pour cela, adapter la rhéologie du matériau terre à la mise en œuvre, à chacun des procédés de mise en œuvre, est un aspect primordial à considérer. Il est à noter que selon leur nature, chacun des matériaux terre crue mis en œuvre aura son procédé privilégié et plus adapté de la même façon que dans le milieu de la construction vernaculaire[21, 23, 85].

L'ajout de dispersants dans la formulation, qui défloculent les argiles et permettent de limiter la quantité d'eau ajoutée à la mise en œuvre devrait déjà permettre d'optimiser systématiquement cette densité sèche. Mais afin de fabriquer des blocs les plus résistants possible certains modes de mise en œuvre, couplés à ces ajouts de dispersants, permettraient aussi de limiter au maximum la quantité d'eau ajoutée au mélange à la mise en œuvre afin d'optimiser les caractéristiques mécaniques du produit fini. En effet Bruno et al. [92, 108, 109, 128, 129] ont montré dans leurs études que l'application de très grandes énergies de compaction (hyper compaction) sur des sols avec moins d'eau ajoutée à la mise en œuvre permettait de limiter de façon optimale la porosité du matériau et d'atteindre des résistances mécaniques élevées.

Cependant cette méthode est assez longue en durée et nécessite un matériel capable d'appliquer des contraintes très élevées sur le matériau terre (jusqu'à 100MPa) ce qui rend difficile la création d'outils de fabrication à plus grande échelle. Aussi, lors de la fabrication industrielle de blocs de béton manufacturés (ou agglomérés de béton creux) on combine compactage et vibration pour améliorer et optimiser les caractéristiques de ces blocs [130–132]. En géotechnique, on préconise aussi parfois de compacter les couches de sols avec des compacteurs vibrants qui facilitent la densification du milieu et permettent d'optimiser leurs portances [62]. Aussi, c'est souvent le pisé, que l'on met en œuvre par compaction dynamique, qui permet d'atteindre régulièrement les meilleures résistances mécaniques pour le matériau terre crue en construction traditionnelle. Tenter d'optimiser les caractéristiques mécaniques de blocs de terre crue à l'aide d'un procédé de vibro-compaction à différentes contraintes de compactage apparait alors comme une solution très prometteuse. Tenter de limiter la porosité en faisant le vide d'air dans le matériau à la mise en œuvre, comme dans l'extrusion avec vis sans fin, est aussi une solution envisageable.

Dans cette étude, différents modes de mise en œuvre seront ainsi testés : moulage, compaction, vibro-compaction et extrusion. Ces modes de mise en œuvre seront optimisés selon les caractéristiques du type de sol mis en œuvre et selon la formulation. On cherchera à voir l'influence de l'effort de compactage sur les caractéristiques mécaniques du matériau pour la compaction et la vibro-compaction. L'optimisation de ces procédés devrait permettre pour chaque sol étudié d'obtenir systématiquement les meilleures caractéristiques mécaniques possibles et d'identifier le meilleur moyen pour les obtenir. Sur la figure I-15, les différentes méthodes de mise en œuvre étudiées ici, les méthodes de mise en œuvre vernaculaires et les innovations récentes ainsi que les états rhéologiques de la terre crue à viser pour chacune de ces méthodes

sont identifiés et répertoriés à l'aide de paramètres géotechniques caractérisant les limites de consistance des sols (limites d'Atterberg [83]).

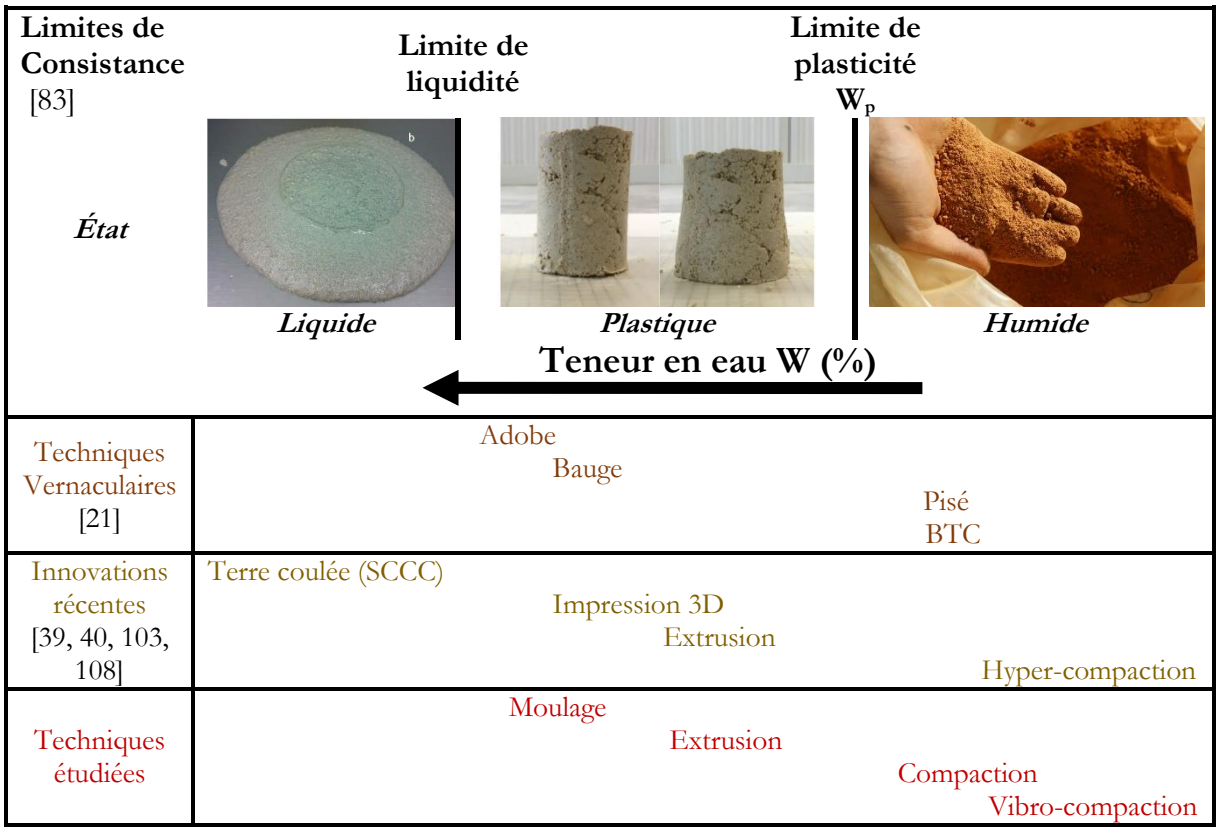


Figure I-15: Représentation schématique des consistances visées des terres mises en œuvre selon différents procédés (Crédit photo « état liquide » : Gnanli Landrou [39], Crédit photo « état plastique » : Arnaud Perrot [133], Crédit photo « état humide » ECOMATERRE©)

4. Les bio-polymères, les bio-procédés et la terre crue

Comme l'utilisation de liants hydrauliques dans la construction terre crue implique une émission significative d'énergie grise, et que l'impact environnemental de certains dispersants jusqu'ici utilisés est encore peu connu, l'utilisation d'ajouts bio-sourcés, communément nommés bio-polymères, ou encore de bio-procédés, pourrait remplacer ces produits afin de mettre au point un matériau terre plus standardisé avec l'impact environnemental le plus faible possible. En effet, un grand nombre de ces matériaux sont utilisés de manière empirique autour du monde. Certaines études ont déjà établi une liste de solutions bio-sourcées utilisées pour améliorer les performances des bâtiments en terre crue et augmenter leur durabilité [119, 120]. Ainsi, de nombreuses initiatives de recherche ont déjà mis en valeur des résultats encourageants à propos de l'utilisation d'ajouts bio-sourcés pour améliorer les caractéristiques mécaniques, la durabilité ou encore le comportement rhéologique des matériaux de construction à base de terre crue [25, 87, 111, 117, 120, 134–142].

L'un des objectifs de cette thèse est de mieux comprendre pourquoi et comment ces ajouts bio-sourcés améliorent les propriétés des matériaux à base de terre crue, à différentes échelles. Ces ajouts semblent pouvoir interagir de différentes manières avec les particules d'argile des sols étudiés :

- Certains de ces bio-polymères peuvent jouer le rôle de dispersants pour les argiles selon différents modes d'action : répulsion stérique, répulsion électrostatique ou répulsion électro-stérique comme expliqué précédemment [119].
- D'autres bio-polymères peuvent interagir différemment : les molécules longues et faiblement chargées, plutôt rigides peuvent s'adsorber sur plusieurs particules colloïdales (floculation des argiles par pont). Cette floculation par pont peut changer la viscosité de la suspension (effet viscosant et non dispersant) mais renforce la cohésion du matériau une fois sec [120].

- D'autres procédés issus de techniques empruntées au domaine de la géotechnique comme la bio-calcification peuvent être envisagés : il s'agit de renforcer le matériau en y faisant précipiter de la calcite à l'aide de bactéries[143, 144]. Ces techniques utilisant des bactéries sont aussi utilisées pour consolider des roches maçonnées anciennes ou encore pour cicatriser des bétons fissurés ou altérés [145].

Voici une présentation succincte des différents procédés sélectionnés dans cette étude et de leurs potentiels modes d'action.

Les bio-polymères, ou polymères organiques sont de longues chaînes de molécules formées à partir de maillons élémentaires, les monomères. Ce sont des molécules très lourdes, et présentent des configurations spatiales (conformations) très variables selon les conditions de leur milieu (pH, température, potentiel ionique). Certains polymères sont chargés positivement et négativement et sont nommés polyélectrolites anioniques ou cationiques. Selon le pH du milieu, leur état de charge varie et c'est précisément ce type de polymères qui sont susceptibles de réagir avec les surfaces chargées des argiles [120].

Dans leur étude « Paterre+ », A. Vissac et al. [120] classent les bio-polymères qu'ils étudient en 4 familles :

- Les polysaccharides
- Les lipides
- Les protéines
- Les tanins

Dans sa thèse, Romain Anger [25] évoque l'impact des variations de pH sur la rhéologie des suspensions d'argile. Certains acides ou bases comme l'acide citrique, le carbonate de sodium ou le bicarbonate de sodium sont aussi disponibles en abondance sur terre et leur ajout dans la formulation de blocs de terre crue peut-être intéressante pour faciliter la mise en œuvre du matériau.

Pour la stabilisation des blocs de terre crue, les techniques de bio-calcification peuvent aussi être envisagées.

a) Les Polysaccharides

Les polysaccharides sont de longues chaines de sucres, combinés avec de le matériau terre crue ils peuvent former des armatures microscopiques entre les feuillets d'argile. En présence d'eau, la plupart forment des gels [119].

Alginates

Une solution qui revient souvent pour stabiliser la terre crue avec des bio-polymères est d'ajouter des agents gélifiants comme les alginates pour renforcer et assurer un décoffrage rapide d'un matériau à base de terre crue coulée. En effet au Japon, les recettes de colles d'algues sont connues depuis des centaines d'années et sont utilisées dans la construction en terre crue. Les alginates, nom commun pour les sels d'acides alginiques, sont une famille de bio-polymères, des polysaccharides, créés à partir de cellules d'algues brunes. Les chaines d'alginates peuvent s'accrocher entre elles en intercalant des cations divalents comme les Ca^{2+} (qui se trouvent facilement dans la composition des matériaux à base de terre crue) et forment ainsi des gels réticulés isotropes insolubles [146, 147]. En effet en solution, ces copolymères linéaires ont un pouvoir chélatant de cations qui peut entrainer une gélification [136, 147].

Les alginates ont déjà été étudiés dans différentes études antérieures comme stabilisant pour la construction terre crue [111, 134–136, 139]. Bien dosé et en présence de source de calcium soluble, ils ont la capacité de simuler un effet de prise comme celui induit par le ciment. Cette particularité permet d'envisager de calquer la mise en œuvre de la terre crue sur des procédés utilisés pour le béton coulé ou plus récemment imprimé [40, 112, 117].

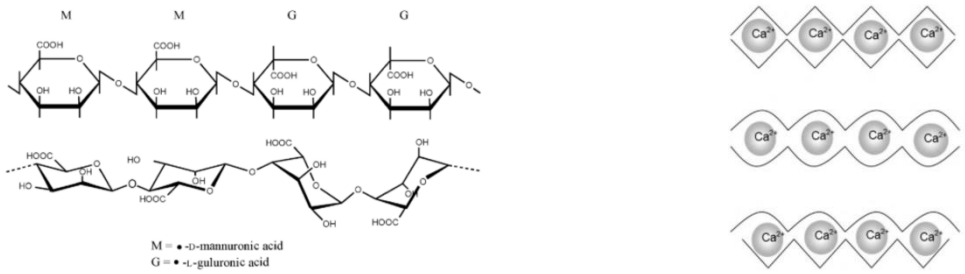


Figure I-16: Structure des alginates et chélatation de cations Ca^{2+} selon Andersen et al. [147]

Eaux fermentées de fibres végétales

Dans le milieu de la construction vernaculaire en terre crue, l'ajout de fibres végétales fermentées est pratiqué pour stabiliser la terre crue et notamment dans les enduits de protection aux intempéries [119]. En effet la macération des fibres permettrait de séparer les microfibres de cellulose afin de faciliter leur interaction avec les argiles [120]. Ces microfibres joueraient un rôle structurel à l'échelle microscopique et renforceraient la terre crue, notamment du point de vue de sa résistance à l'eau.

Colles végétales

Dans cette étude, l'ajout de colle végétale sera aussi testé. En effet selon [119], un grand nombre de colles végétales d'origines variées sont utilisées de par le monde pour améliorer les propriétés des constructions en terre crue.

Gomme Xanthane

Produite par la fermentation de glucose et de sucrose par la bactérie « Xanthomonas Campestris », cet hétéropolysaccharide ramifié est composé de longues macromolécules anioniques [148–150]. La figure I-17 présente une unité structurelle de gomme xanthane selon Becker et al. [149].

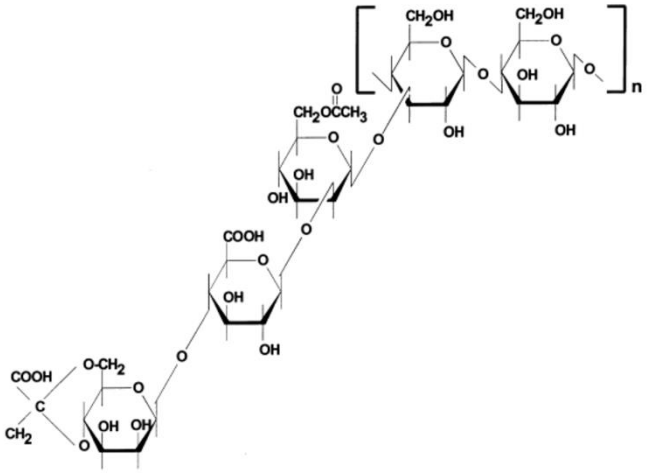


Figure I-17: Unité structurelle de gomme xanthane selon Becker et al.[149]

Cette gomme est actuellement principalement utilisée comme un additif alimentaire ou un agent texturant modifiant la rhéologie. Des études récentes ont montré que la gomme xanthane améliorait la résistance mécanique des sols de manière significative, surtout en présence de particules argileuses [140, 142, 143, 151, 152]. Cette amélioration des caractéristiques mécaniques des sols étudiés est due au fait que les longues macromolécules anioniques de xanthane s'adsorbent sur les feuillets d'argile à l'aide de liaisons hydrogènes sur les surfaces négatives des argiles. Elles peuvent aussi former un gel cohésif liant les grains du sol en absence d'argile. La figure I-18 propose deux mécanismes distincts d'interactions potentielles entre gomme xanthane et sol fin et gomme xanthane et sol grossier [151].

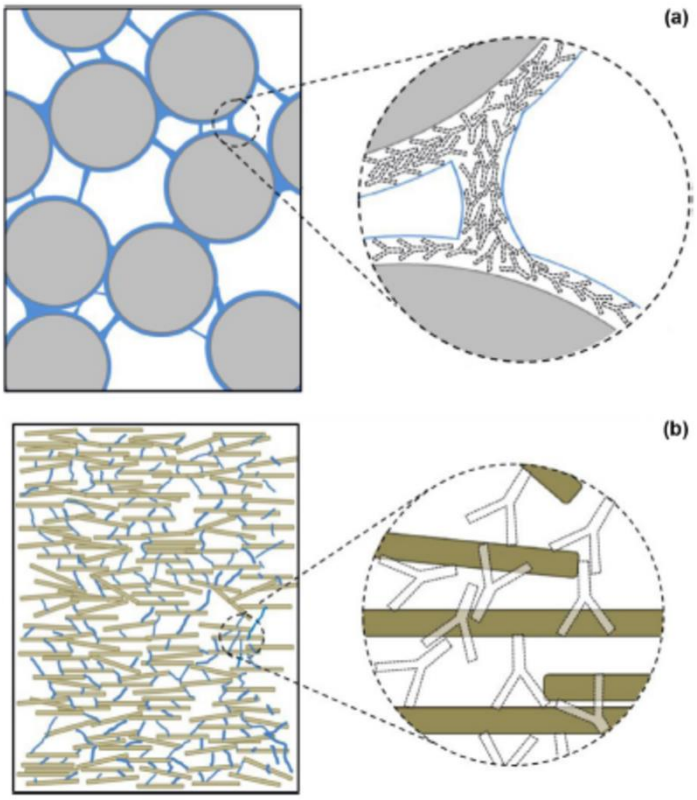


Figure I-18: Deux mécanismes proposés d'interaction de la gomme xanthane avec (a) un sol grossier et (b) un sol fin. Le gel de xanthane crée un gel qui lie entre eux les grains grossiers du sol grossier (a). Les particules de gomme xanthane interagissent directement avec les surfaces des argiles électriquement chargées pour créer des fortes liaisons hydrogènes au sein du sol fin (b)[151]

Autres polysaccharides

Parmi les bio-polymères, d'autres polysaccharides sont régulièrement évoqués. Il existe un grand nombre de gommes végétales différentes comme la gomme arabique ou la gomme de guar. L'amidon est aussi régulièrement cité mais sa gélification se fait à une température de 60°C. La chitosane, polysaccharide d'origine animale est aussi utilisée régulièrement [120, 141, 142].

b) Les lipides

Les lipides sont la matière grasse des êtres vivants. Ces bio-polymères sont insolubles dans l'eau, et sont donc utilisés pour leur caractère hydrophobe dans la construction en terre crue vernaculaire, notamment dans les enduits extérieurs des bâtiments [119]. Les principaux composants des lipides sont les acides gras insaturés.

Huile de lin

L'huile de lin est composée à plus de 90 % d'acides gras insaturés. Ces acides gras insaturés comptent parmi les lipides. Il s'agit de petites molécules amphiphiles de quelques nanomètres possédant une tête polaire et une chaine non ramifiée apolaire. Spontanément, lors du séchage et en présence d'oxygène, ces molécules s'oxydent puis polymérisent et réticulent grâce à l'ouverture de leurs doubles liaisons, et la création d'autres liaisons entre acides gras. Ce phénomène appelé siccativation, est un phénomène très lent, qui se produit spontanément et qui peut être catalysé par la disponibilité de l'oxygène, la présence d'ions métalliques ou encore la température ou l'énergie lumineuse [153–155]. Cette réaction est irréversible et durable. Dans la construction terre on retrouve de l'huile de lin dans les enduits selon certaines recettes traditionnelles. Après le séchage de cette huile dure, les acides gras insaturées qui se sont oxydés et polymérisés se sont liés fortement entre eux autour des particules d'argile notamment et protègent ainsi le matériau terre crue grâce à leurs propriétés hydrophobes [119, 120].

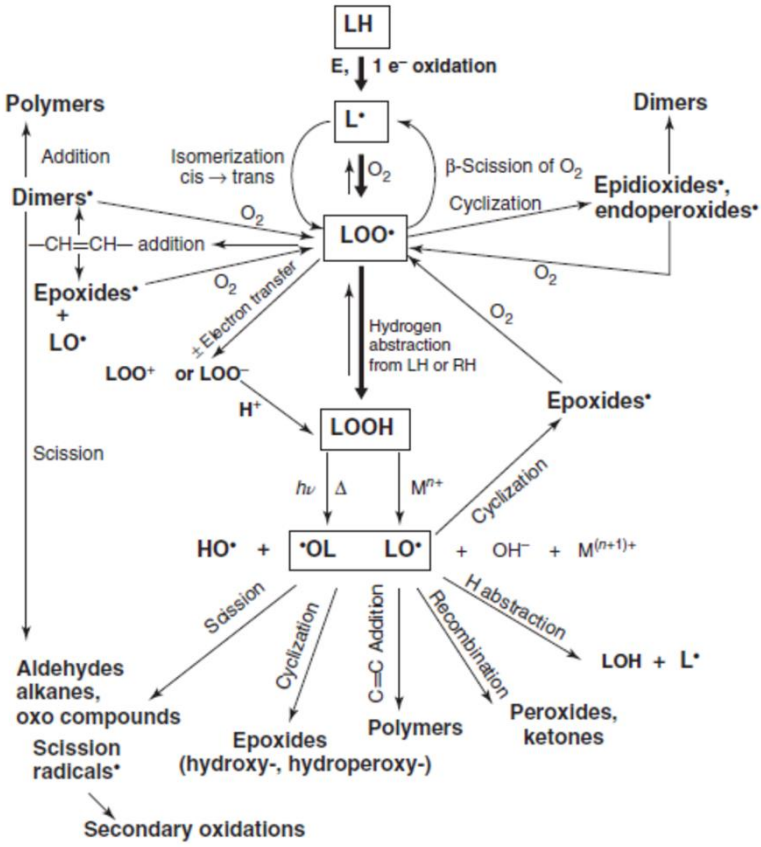


Figure I-19: Représentation schématique des réactions d'oxydation-polymérisation des lipides selon K. Schaih [155]

Vernis à base d'huiles végétales

Un vernis à base d'huiles végétales pourrait aussi être utilisé pour protéger en surface les matériaux à base de terre crue. Cette technique ne consiste pas à l'ajout d'un stabilisant au cœur du matériau mais dans la mise en place d'une couche protectrice vis-à-vis de l'eau liquide comme le sont les peintures pour le plâtre à l'intérieur des habitations.

c) Protéines

Les protéines sont des macromolécules du vivant qui assurent différentes fonctions cellulaires. Ce sont de longues chaines, généralement amphiphiles, dont les maillons sont des acides aminés. Ici seule la caséine sera brièvement présentée. Cependant des études sur l'ovalbumine, protéine du blanc d'œuf, ont donné des résultats très prometteurs pour stabiliser des blocs de terre crue [87].

Caséine

Depuis longtemps la caséine est utilisée pour créer de la colle en Europe [119]. Cette protéine est présente dans le lait sous forme de micelles : sphères composées de nombreuses molécules de caséine. Ces protéines sont amphiphiles et flexibles, elles s'adsorbent sur les argiles si elles sont dissociées des micelles. Pour réussir à dissocier ces micelles il faut que le milieu soit basique ou alors ajouter un dispersant à la formulation. Le pH du milieu fait fortement varier la conformation de ces macromolécules et leurs charges de surfaces [156]. Les colles de caséine sont utilisées depuis longtemps dans les enduits en terre crue. Cette molécule étant chargée négativement, elle peut, selon les conditions du milieu, disperser ou floculer les argiles par des interactions électrostatiques : elle peut jouer le rôle de dispersant ou le rôle de liant puissant pour les particules d'argiles [120]. En Bretagne l'industrie laitière étant développée, de la caséine pourrait potentiellement être extraite des déchets de cette industrie, puis utilisée comme stabilisant ou dispersant bio-sourcés pour la construction terre crue. Cependant, son efficacité semble soumise aux conditions de pH et de force ionique du milieu (mélange terre et eau) qu'il faudrait réussir à maitriser.

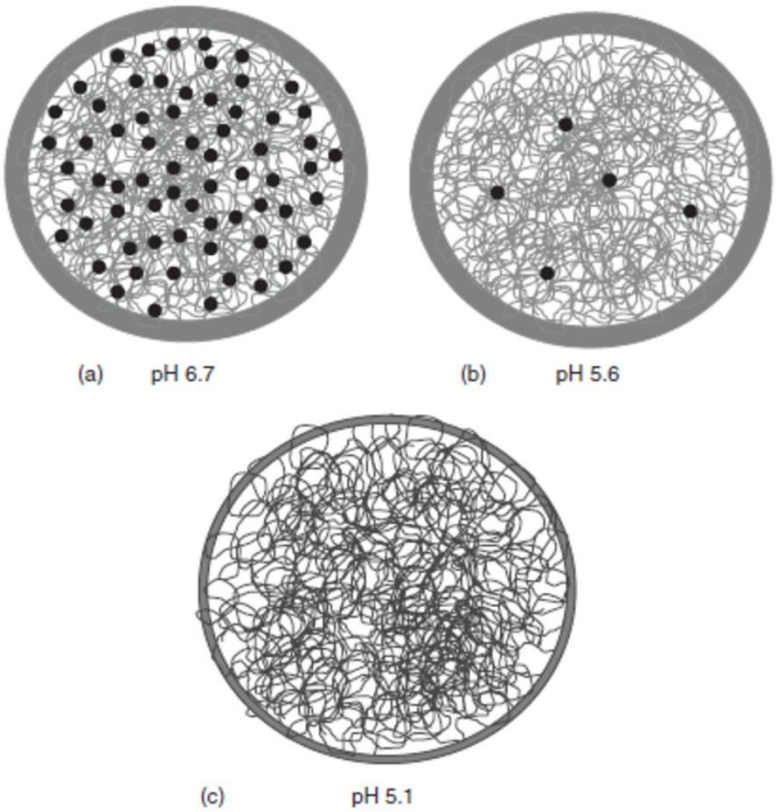


Figure I-20: Différentes conformations des micelles de caséine selon le pH du milieu étudié d'après Horne [156]

d) Tanins

Du mot Celte « tan » signifiant « chêne », les tanins sont des polyphénols complexes présents dans la plupart des plantes [137]. Les tanins sont utilisés depuis l'antiquité pour transformer les peaux en cuir. Le tannage établi des liaisons entre les fibres collagènes (protéine rigide) qui rend le cuir imputrescible. Au Ghana, au Nigéria et au Burkina Faso, les cosses de néré ou les gousses d'acacias, riches en tanins, sont utilisées pour renforcer leurs enduits terre contre la pluie [119, 138].

Tanins de châtaigniers et extrait de glands de chêne (Oak Seed Extract : OSE)

Il existe un grand nombre de tanins différents : les gallotanins, les ellagitanins, les tanins complexes et les tanins condensés [120, 157].

Différentes études scientifiques ont été menées sur les ajouts de tanins à la terre crue. Certains tanins seraient capables de chélater des cations métalliques (dans les terres comportant des oxydes de fer par exemple), libérant des ions multivalents qui collent fortement les plaquettes d'argiles entre elles, en rendant la terre insensible à l'eau. Dans certaines conditions, certains tanins pourraient aussi provoquer une répulsion électrostérique et défloculer les argiles [119, 120]. Une étude sur l'utilisation de glands de chêne broyés riches en tannins a prouvé leur efficacité pour défloculer les argiles des boues de forage [137]. Selon plusieurs études [25, 112, 120], l'utilisation de tanins de châtaigniers pourrait être intéressante pour défloculer les argiles, dans des conditions où le pH est maitrisé. Les tanins de châtaigniers ainsi que les extraits de glands de chêne seraient principalement des ellagitanins [120].

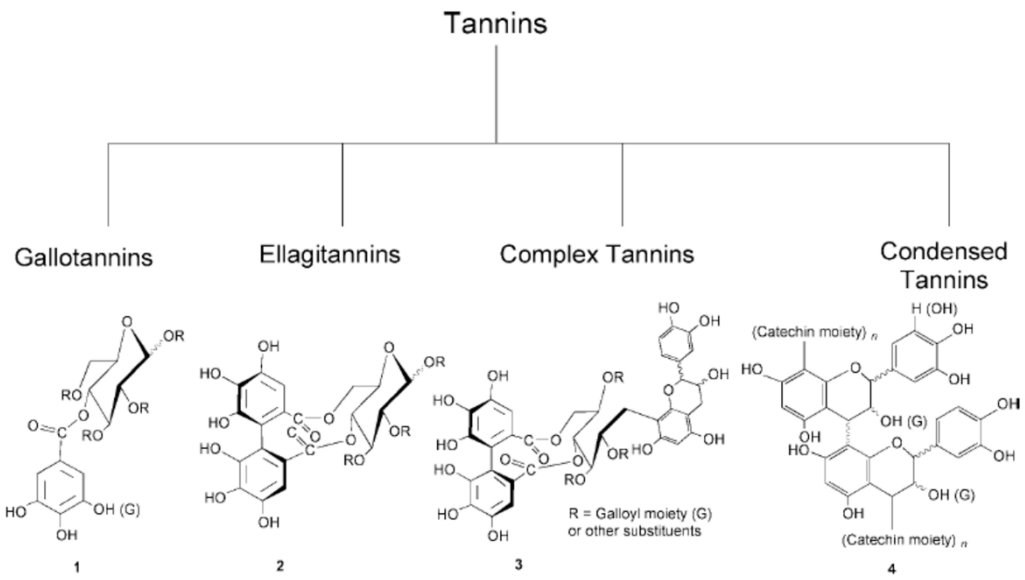


Figure I-21: Structures chimiques des 4 types de tanins rencontrés [120, 157]

e) Biocalcification

$$NH_2\text{-}CO\text{-}NH_2 + 2H_2O \rightarrow 2\ NH_4^+ + CO_3^{2-}$$
$$Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow CaCO_3$$

Figure I-22: Réaction chimique lors de la Bio-calcification [123]

Les procédés géotechniques de stabilisation des sols sont intéressants pour la construction en terre. L'ajout de chaux est exclu pour son empreinte écologique, mais la biocalcification pourrait être intéressante. Ce procédé consiste à reproduire les réactions enzymatiques de précipitation de calcite en nourrissant des bactéries. L'uréase catalyse l'hydrolyse de l'urée en ions ammonium et carbonate. Puis le carbonate réagit avec le calcium pour former de la calcite. Les ponts calcifiés entres les grains renforcent les sols. Cependant le procédé forme un sous-produit hautement concentré en chlorure d'ammonium. Sa toxicité est problématique mais le procédé pourrait être prometteur pour son efficacité et sa faible empreinte carbone [143].

f) Acides organiques et bases inorganiques

Selon R. Anger [25] le comportement des argiles peut être influencé par les caractéristiques chimiques de l'eau de gâchage (pH, force ionique, salinité). Les particules d'argiles seraient particulièrement sensibles aux variations de pH. La maniabilité apparente d'un matériau à base de terre crue à une teneur en eau donnée peut varier d'un état plastique à un état liquide avec seulement un changement de pH. Aussi les variations de pH pourraient permettre d'améliorer l'efficacité de certains bio-polymères en faisant évoluer leur conformation [120].

Acide citrique

L'acide citrique est un acide organique qui abonde dans la nature, qui ne présente pas de toxicité pour l'environnement. Il pourrait être utilisé pour une adjuvantation de la terre crue en dispersant les argiles des sols étudiés par interactions électrostatiques. Cet acide peut permettre d'abaisser le pH du milieu en dessous de 2.

Bicarbonate de sodium et carbonate de sodium

Le bicarbonate de sodium et le carbonate de sodium sont des bases que l'on peut facilement synthétiser et qui sont produites à grande échelle depuis longtemps. Ces deux bases sont biodégradables et ne sont pas toxiques pour l'environnement. Dans le cas de l'utilisation de carbonates de sodium il faut quand même prendre en compte son caractère irritant pour la peau. Ces bases peuvent permettre de faire évoluer le pH du milieu entre 8 et 12.

g) Effets connus de quelques bio-polymères et bio-procédés sur le matériau terre crue

Dans sa thèse J. Ouedraogo [87] répertorie un grand nombre de résultats déjà obtenus dans la littérature sur diverses caractéristiques de résistances et de durabilité des matériaux terre combinés avec des bio-polymères. Ici aussi, une synthèse subjective de certains résultats déjà obtenus est proposée selon les différents potentiels des ajouts testés. Ces résultats permettent d'entrevoir des potentiels effets très prometteurs de différents ajouts bio-sourcés sur la mise en œuvre, la résistance et la durabilité de la terre crue.

Référence	Ajout testé (% sol sec)	Effets observés/potentiels
Galán-Marín et al. [135]	Alginate + Lignum+ laine	**Rc Sèche :** Grâce à l'ajout de laine et d'alginate la résistance à la compression des blocs de terre crue passe **de 2,23 MPa à 4,44 MPa** sur des BTC d'élancement 1.
Dove et al. [136]	Alginate	**Rc Sèche (MPa) :** Différents types d'alginates à différents dosages ont été étudiés dans cette étude. Des **augmentations de résistance à la compression** à l'état sec ont été observées seulement pour certains types d'**alginates combinés à des sols à faibles potentiels de résistances**, présentant de faibles teneurs en argiles. **Durabilité :** Les matériaux stabilisés semblent légèrement plus résistants à l'eau, mais pas assez pour des matériaux de construction
Menasria et al. [139]	Alginate (5%)	**Rc Sèche :** à densité sèche donnée pour un sol à faible potentiel de résistance, la résistance à la compression passe **de 2,25 MPa à 7,1 MPa** pour des éprouvettes moulées d'élancement 1.
Nakamastu et al. [158]	Carraghénane (polysaccharide issu d'algues rouges)	**Rc Sèche :** la résistance à la compression passe **de 2,1 MPa à 3,9 MPa** pour des éprouvettes moulées d'élancement 2 quand on ajoute de la carraghénane en solution. **Durabilité :** Des essais qualitatifs de résistance à l'érosion ont été réalisés sur des éprouvettes stabilisés et la carraghénane semble **améliorer leur résistance à l'érosion.**
Chang et al. [150]	Gomme xanthane (1%)	**Rc Sèche :** Pour un sol donné les résistances à la compression évoluent **de 1 MPa à 6 MPa** pour des adobes d'élancement 1.
Muguda et al. [142]	Gomme xanthane (2%)	**Durabilité :** On observe une **limitation significative de l'érosion** des matériaux stabilisés (divisée par 4) et une **limitation significative de la perte de masse après immersion** de 10 minutes (de 19% à 1%).
Ouedraogo [87]	Ovalbumine (4%)	**Rc Sèche :** Augmentation **de 5,5 MPa à 12,9 MPa** et **de 3,1 MPa à 11,8 MPa** selon le sol (élancement 1) **Rc Humide :** Obtention d'une résistance après immersion de 2h, **de 2,6MPa ou 5,9MPa** au mieux selon le sol **Durabilité :** Résistance à la compression conséquente après 2h d'immersion. Tenue à l'eau pendant **7 Jours d'immersion.**
Ouedraogo [87]	Caséine + $Ca(OH)_2$	**Durabilité :** Tenue à l'eau pendant **7 Jours d'immersion.**
Banakinao et al.[138]	Tanins de Néré (8%)	**Rc Sèche :** Pour un sol donné les résistances à la compression évoluent de **1,29 MPa à 4,25 MPa** (élancement 1) **Rc Humide :** Obtention d'une résistance après 5 Cycles d'immersion de 5h/séchage, **de 2,05 MPa** **Durabilité :** Tenue à l'eau pendant 5 cycles d'immersion de 5h
Hafshejani et al. [137]	OSE (Extrait de Glands de Chêne)	**Rhéologie : Seuils de cisaillement et viscosité apparente** de dispersions de bentonite **divisés par 2** à une fraction volumique donnée dès 2% de concentration en OSE.
Eires et al. [159]	Huile de cuisine (1%) + Chaux vive (4%)	**Rc Sèche :** Augmentation **de 0,96 MPa à 2,88 MPa** (élancement 1) **Rc Humide :** Obtention d'une résistance de **0,65 MPa** (élancement 1) après saturation en eau. **Durabilité :** Coefficients d'absorption capillaire passant de **3,95 kg/(m².√h) à 0,05 kg/(m².√h)**

Tableau I-5: Synthèse bibliographique de résultats d'études sur la formulation d'ajouts bio-sourcés et de terres, ou d'argiles pures

5. Conclusions

Cette étude préalable de l'état actuel des connaissances autour de la construction en terre souligne d'abord le potentiel de la construction en terre crue porteuse et ses principales limites. La construction terre crue, riche d'un savoir-faire vernaculaire millénaire, présente des atouts majeurs pour répondre aux enjeux environnementaux auxquels le milieu de la construction doit actuellement faire face. Cependant, l'appréhension de la variabilité des ressources et la maîtrise de la sensibilité à l'eau restent pour l'instant des freins à son développement.

Ces dernières années, de nombreuses études ont permis d'envisager diverses stratégies pour appréhender, optimiser et maitriser les caractéristiques mécaniques des matériaux à base de terre crue. D'abord, une formulation des matériaux avec des ajouts dispersants à la mise en œuvre semble permettre de mieux maitriser la rhéologie des matériaux à l'état frais. Cette maitrise pourrait permettre d'augmenter systématiquement la densité sèche d'un matériau à base d'une terre donnée et donc ses caractéristiques mécaniques. Une seconde stratégie pour optimiser ces caractéristiques mécaniques des matériaux à base de terre crue, qui émane d'autres études de la littérature, est l'optimisation des modes de mise en œuvre. Si les techniques de construction vernaculaire ont été optimisées pour faciliter leur mise en œuvre et assurer des performances mécaniques garanties et suffisantes que peuvent requérir les normes actuelles, des méthodes plus récentes inspirées des techniques modernes de construction comme l'hyper-compaction, l'extrusion semblent aussi ouvrir la voie à une plus grande efficacité dans la mise en œuvre de la terre crue. Ces avancées récentes pourraient permettre de garantir systématiquement les meilleures propriétés mécaniques possibles aux matériaux de construction formulés faciliter leur démocratisation. Enfin une dernière stratégie inspirée de techniques traditionnelles et ancestrales est envisageable : la formulation de la terre crue avec des ajouts bio-sourcés. De nombreuses études ont mis en valeur les différents potentiels que certains ajouts bio-sourcés présentent pour améliorer les propriétés des matériaux à base de terre crue, à différentes échelles. En effet ces ajouts semblent pouvoir interagir de différentes manières avec les particules d'argiles des sols étudiés et pourraient agir sur différents paramètres. Ils peuvent jouer le rôle de dispersants pour les argiles, facilitant la maitrise des consistances des matériaux à la mise en œuvre et optimisant leurs caractéristiques mécaniques en service en créant des liaisons interparticulaires. Enfin ils peuvent protéger les matériaux à base de terre crue des effets de l'eau, diminuer leur sensibilité aux variations d'humidité et ainsi aider à maintenir des caractéristiques mécaniques en service suffisantes. Cette dernière stratégie permettrait de s'affranchir de l'utilisation de liants hydrauliques dans la formulation de matériaux porteurs en terre crue.

Si de nombreuses études ont déjà permis d'identifier ces différentes stratégies, elles se focalisent souvent sur un seul de ces aspects énoncés. Certaines études ont été particulièrement poussées sur l'optimisation des modes de mise en œuvre de la terre crue [108] ou de sa rhéologie à l'aide de dispersants [39] . D'autres études ont plutôt chercher à prendre en compte la variabilité des ressources utilisées en construction terre crue [35]. Enfin d'autres études se sont focalisées sur des stratégies de formulations avec des ajouts bio-sourcés sélectionnés afin de comparer leur efficacité à celle de stabilisants hydrauliques [87].

L'originalité de ces travaux de thèse prévus est de prendre en compte tous ses aspects et toutes ces stratégies afin de de les combiner pour formuler et mettre en œuvre des matériaux porteurs à base de terre crue prélevée localement qui pourraient répondre aux exigences normatives actuelles du milieu de la construction sans avoir à y intégrer des stabilisants hydrauliques à forte énergie grise. L'objectif final de ces travaux est d'ouvrir la possibilité de développer une fabrication de blocs porteurs à base de terre crue bretonne à une échelle semi-industrielle, induisant le plus faible impact environnemental possible.

II. Caractérisation des ressources et des formulations : « De la terre et des bio-polymères »

Dans cette partie, les différentes ressources sélectionnées dans le cadre de l'étude sont présentées. Dans un premier temps, la méthodologie qui a été envisagée pour sélectionner des terres bretonnes représentatives de la variabilité locale ainsi que des ajouts bio-sourcés pour leurs influences diverses sur les matériaux à base de terre crue (durabilité à l'eau, maintien de la résistance mécanique, augmentation de la résistance mécanique, optimisation de la rhéologie) sera brièvement décrite. Ensuite, des caractérisations géotechnique, chimique et minéralogique de chacune des trois terres sélectionnées seront réalisées. Le but est de dresser des fiches d'identités complètes de chacune de ces ressources. Finalement la détermination des gammes de dosages et formulations terre/ajouts bio-sourcés sélectionnées sera effectuée.

1. Méthodologie envisagée : terres et bio-polymères sélectionnés

a) 3 Terres sélectionnées

Comme expliqué précédemment, une grande variabilité de terres différentes est présente en Bretagne. Un des premiers objectifs de ces travaux de thèses est de réussir à proposer des stratégies de mise en œuvre et de formulation pour des terres locales bien différenciées afin de les qualifier en tant que matériaux porteurs pour des bâtiments de 3 étages. La première étape du travail a donc consisté à prélever des terres présentant des potentiels et caractéristiques variés à l'échelle de la région d'étude afin d'être des témoins de la variabilité locale de cette ressource. Ces terres ont été sélectionnées selon divers critères : type d'utilisation à l'origine, provenance, disponibilité d'un stock uniforme, potentiel de résistance, potentielle sensibilité à l'eau.

Trois terres à la variabilité suffisamment représentative de la diversité des ressources locales ont été prélevées : la terre K formulée en laboratoire à base de kaolin de Ploemeur (56- Morbihan), la terre R à Redon (35-Ille et Vilaine) et la terre à S à Saint-Sulpice-la-Forêt (35- Ille et Vilaine). La phase argileuse étant la phase liante d'une terre donnée, ces trois terres ont aussi été sélectionnées pour leurs phases argileuses aux natures variées. Les localisations des lieux de prélèvement de chacune des terres sont indiquées sur la figure II-1.

Figure II-1:Lieux de prélèvement des 3 terres sélectionnées

Ces trois terres semblent tout de suite présenter des propriétés différentes, que ce soit au niveau de leur couleur, leur granulométrie ou de l'utilisation qui leur était initialement donnée. La figure II-2 présente l'aspect de ces trois terres telles qu'elles ont été utilisées en laboratoire. La terre K est une terre blanche, la terre R est une terre ocre rouge, utilisée pour faire des enduits, et la terre S est une terre marron clair-ocre jaune, connue pour son utilisation dans les murs en bauge. Voici de manière légèrement plus détaillée les raisons des sélections de chacune des ressources. Une étude détaillée et approfondie de ces terres devrait justifier et confirmer les premières hypothèses faites à propos de celles-ci. Les ressources prélevées sur sites

ont toutes été séchées et tamisées à 4 mm. Il est important de noter que le refus à 4 mm, noté lors de cette phase de tri des ressources, était faible. Aussi, son retrait ne modifie pas le comportement global du matériau et permet de faciliter le travail à l'échelle de petites éprouvettes de laboratoire.

Figure II-2: Aspect des 3 terres différentes étudiées

Terre formulée en laboratoire à base de Kaolin de Ploemeur (56-Morbihan) : Terre K

La première terre étudiée dans le cadre de ces travaux et une terre de synthèse formulée en laboratoire à partir de kaolin industriel produit à la carrière des kaolins située à Ploemeur (56) et de sables de granulométries variées : un sable fin 0-200µm et un sable normalisé 0-4mm, tous les deux fournis par la société nouvelle du littoral (Leucate, Aude). Cette terre a été formulée, pour obtenir une courbe granulométrique la plus continue possible et pour permettre au matériau de présenter des densités élevées (à la manière de la formulation du squelette granulaire d'un béton ordinaire). Sa partie argileuse étant composée de kaolinite, son potentiel cohésif, et ainsi de résistance en tant que matériau de construction est donc limitée. Préalablement étudié [110, 111, 139], ce matériau est fait pour être un matériau peu sensible à l'eau, aux dimensions stables et aux résistances limitées sur lequel les effets d'ajouts bio-sourcés sont facilement visibles. Ce matériau de couleur blanche, facilement reproductible de façon fidèle, représente aussi un type de terre à très faible potentiel en tant que matériau de construction, qui ne serait pas utilisé en construction vernaculaire. Elle représente donc un « extrême » des types de matériaux terre que l'on pourrait trouver en Bretagne et utiliser dans le cadre de construction en terre. On peut d'ailleurs mettre en parallèle de cette remarque la quasi-absence de construction en terre au niveau de la côte Sud Bretonne.

C'est une bonne terre de référence « mono-minéralogique » (une seule nature d'argile compose sa fraction fine), maitrisée, qui permet de simplifier le comportement du matériau, d'en faire un modèle d'étude théorique et qui simplifie aussi la compréhension des phénomènes dont il sera siège : stabilisation aux ajouts bio-sourcés, variation du comportement rhéologique, pertes de cohésion et de résistance, sensibilité à l'eau… Aussi, comme les ressources de kaolin pur et de sables de granulométries variées sont identifiées, il est assez simple de la reproduire et donc d'en avoir une quantité suffisante pour 3 années de travaux de thèse.

Terre prélevée à Redon (35-Ille et Vilaine) : Terre R

La terre R n'est pas une terre formulée en laboratoire et c'est une terre de couleur ocre rouge. Elle a donc été prélevée à Redon (35-Ille et Vilaine) sur le site d'un centre de formation d'artisans en construction terre crue [160]. Du fait de sa couleur, dans ce centre de formation elle est utilisée pour la réalisation d'enduits et de cloisons intérieures. C'est une terre qui semble assez fine sableuse, limoneuse et peu argileuse. Comme matériau porteur en terre crue, sa mise en œuvre serait plus aisée en BTC ou pisé qu'en bauge. Cependant malgré son caractère limoneux et sableux cette terre semble plus cohésive que la terre K. Sa fraction argileuse, bien que présente en faible proportion, semble plus active et devrait permettre à ce matériau de présenter de bonnes caractéristiques mécaniques une fois mis en œuvre : un retrait limité et des dimensions

stables, une cohésion et des résistances mécaniques correctes, une sensibilité à l'eau modérée. Cette terre R est donc un matériau qui peut être qualifié « d'intermédiaire » pour une terre prélevée en Bretagne, en terme de potentiel de résistance. Cette terre venant d'une source identifiée a pu être prélevée en quantités suffisantes et homogénéisée pour être utilisée durant les 3 années de ces travaux de thèse.

Terre prélevée à Saint Sulpice la Forêt (35-Ille et Vilaine) : Terre S

La terre S aussi n'est pas une terre formulée en laboratoire et c'est une terre de couleur marron clair-ocre jaune. Elle a été prélevée à Saint-Sulpice-La-Forêt (35-Ille et Vilaine) au nord de Rennes dans une région ou les constructions traditionnelles en bauge sont très fréquemment rencontrées [161]. Elle provient d'un merlon de terres inertes extraites lors des travaux de terrassements de la salle de sport de la commune : le volume des terres excavées est de ce fait assez important. C'est une terre qui semble fine, limoneuse et argileuse. Comme matériau porteur en terre crue, sa mise en œuvre serait très aisée en bauge ou adobes, cependant on peut aussi facilement imaginer sa mise en œuvre en BTC voire en pisé. De prime abord cette terre semble très cohésive, et est de loin la plus cohésive des trois terres étudiées : on peut considérer que c'est une terre typique des endroits de la région ou l'on a construit en terre des siècles durant. Sa fraction argileuse, présente en un peu plus grande proportion que pour la terre R, semble active et devrait permettre à ce matériau de présenter une cohésion et des résistances mécaniques très correctes une fois mise en œuvre, avec cependant un retrait à appréhender, des dimensions moins stables et une sensibilité à l'eau élevée. Cette terre S est donc un matériau qui peut être qualifié « d'optimal » et typique pour une terre prélevée en Bretagne, en terme de potentiel de résistance. Cette terre a d'ailleurs déjà fait l'objet d'études préalables à ces travaux de thèse [111, 139]. Ce stock de terre étant très important, il a aussi pu être prélevé en quantités suffisantes et homogénéisé pour être utilisé durant les 3 années de ces travaux de thèse.

Terre de la région toulousaine (31-Haute Garonne) étudiée pour comparaison

Les terres bretonnes étudiées présentant toutes quelques similitudes sur certains points (il sera notamment montré qu'elles contiennent toutes une même variété d'argile dans leur composition), une terre à la composition et aux propriétés très différentes a été brièvement étudiée lors de certaines campagnes d'essais. Cette terre étudiée dans le cadre de la thèse de J. Ouedraogo [87] est une terre fournie par la briqueterie de Nagen dans la région toulousaine, typique de la vallée de la Garonne, contenant notamment de la chlorite, de l'illite et de la montmorillonite. Dans la thèse de J. Ouedraogo, cette terre a été caractérisée finement et sa fiche d'identité y est dressée. Sa caractérisation détaillée n'a donc pas été réalisée dans ces travaux.

b) Des ajouts bio-sourcés, des bio-procédés et d'autres ajouts utilisés pour leurs potentiels variés

Comme évoqué précédemment, les ajouts bio-sourcés potentiellement intéressant pour la construction terre sont très nombreux. Un certain nombre de ces ajouts ont ainsi été sélectionnés pour représenter au mieux les différentes familles de bio-polymères et les potentiels effets qu'ils pourraient avoir sur le matériau terre crue. Ils ont été choisis pour leur potentiel ou leurs effets déjà connus Ils ont aussi été sélectionnés pour leur accessibilité : ressources locales, ou faciles à se procurer dans le commerce. Des acides et bases ont aussi été sélectionnés pour faire évoluer le pH du milieu, ainsi qu'un procédé de biocalcification. Un dispersant non bio-sourcé a également été sélectionné pour son efficacité déjà connue sur certain type d'argile, même en faible quantité : l'hexametaphosphate de sodium. Un récapitulatif concernant ces différents ajouts sélectionnés est présenté dans les Tableaux II-1 et II-2.

Les informations données par les fournisseurs sur les propriétés des ajouts sont souvent peu nombreuses mais la composition des ajouts est quand même garantie. Les fournisseurs « classiques » ont été privilégiés pour avoir des prix d'achat de matières assez faibles et accessibles au plus grand nombre dans le but de trouver des solutions accessibles facilement pour un développement rapide de matériau à base de terre crue sans ajout de liants hydrauliques : la mise en œuvre de la terre ne doit pas être rendue complexe par sa formulation.

Famille de l'ajout	Origine	*Nom Ajout*	Notation	Fournisseur	Prix fournisseur ou commerce	Référence/Informations fournisseur
Polysaccharides	Algues brunes	***Alginates***	Alg	Cimaprem ® (Rieux, Bretagne)	Environ 27€/kg (Rougier & Plé)	Poudre blanche de sel alginique HS3®
Polysaccharides	Végétale	***Colle végétale***	Col	Axton®	14€50/kg	Colle à papier peint industrielle d'origine 100% végétale
Polysaccharides	Végétale	***Eaux de fermentation de fibres végétales (foin ou paille)***	Foi ou pai	-	-	Fibres végétales (foin ou paille) fermentées dans de l'eau durant un mois à l'abri de la lumière. 500g de fibres dans 10L d'eau.
Polysaccharides	Végétale	***Gomme Xanthane***	Xan	Wake-up-easy.eu Sportsfood® (Allemagne)	15€/kg disponible à 8€/kg en plus grand volume	Additif alimentaire E415 obtenu à partir de substrats contenant du sucre à l'aide de bactéries du type
Lipides	Végétale	***Huile de Lin***	HDL	Onyx Bricolage® (France)	8,5€/L	Huile de lin pour bricolage, extraite à froid
Lipides	Végétale	***Vernis à base d'huiles végétales***	Ver	Nature et Harmonie ® (France)	30€/L	Vernis vitrificateur haute résistance satiné à base d'émulsions d'huiles végétales sans COV ni formaldéhydes
Tanins	Végétale	***Tanins de châtaigner***	Tan	Vinoferm ® (Belgique)	20€/kg	Tanins en poudre (Tannorouge ®) solubles dans l'eau, de couleur marron foncé, de densité 500-600 kg/m³
Tanins	Végétale	***Extrait de gland de chêne –Oak Seed Extract***	OSE	Prélevés en forêt de Rennes	-	Glands de chêne séchés, broyés et tamisés à 315 µm

Tableau II-1: Ajouts biosourcés, bio-procédés et autres ajouts selectionnés (1/2)

Famille de l'ajout	Origine	*Nom Ajout*	Notation	Fournisseur	Prix fournisseur ou commerce	Référence/Informations fournisseur
Protéines	Animale	***Caséine***	Cas	Bulk Powders FR ®	25€/kg	Caséine micellaire, grande teneur en protéines
Bio procédé géotechnique	Bactérienne	***Bio-calcification***	Biocal	AMONIT ® (Paris)	-	Procédé CALCITE® qui utilise la capacité naturelle de certains micro-organismes à créer du carbonate de calcium à la surface de la pierre.
Acide organique	Végétale	***Acide Citrique***	Ac. Citr.	La Droguerie Écologique ® (St Nolff-Bretagne)	9€/kg	- Fabrication à partir de matières premières végétales - Non toxique pour l'homme et l'environnement - Entièrement biodégradable
Base minérale	Minérale	***Bicarbonate de Sodium***	$Na\text{-}HCO_3$	La Droguerie Écologique ® (St Nolff-Bretagne)	3,6€/kg	- Fabrication à partir de matières premières minérales abondantes - Non toxique pour l'homme et pour l'environnement. - Indice carbone faible.
Base minérale	Minérale	***Carbonate de Sodium***	Na_2CO_3	La Droguerie Écologique ® (St Nolff-Bretagne)	3,9€/kg	- Fabrication à partir de matières naturelles communes (craie, sel). - Non toxique pour l'environnement. - Indice carbone faible.
Sel inorganique	Minérale	***Hexametaphosphate de sodium***	HMP			Dispersant à l'efficacité prouvée utilisé en très faible quantité

Tableau II-2: Ajouts biosourcés, bio-procédés et autres ajouts selectionnés (2/2)

2. Caractérisation des terres étudiées : caractéristiques géotechniques, chimiques et minéralogiques

a) Méthodes de caractérisation

Les trois terres de cette étude ont été sélectionnées afin d'illustrer la variabilité locale des ressources disponibles pour la construction en terre crue. Dans le milieu de la construction terre vernaculaire, de nombreux essais qualitatifs existent et permettent une approche fiable de cette variabilité mais restent très empiriques et adaptés à une problématique locale. Cette variabilité des sols étant aussi à considérer dans d'autres domaines (en géotechnique routière par exemple [62]) , la géotechnique préconise beaucoup d'essais et de normes de caractérisations des sols et des terres excavées. Certaines études ont d'ailleurs cherché à lier des essais de chantiers typiques du milieu de la construction en terre crue avec les essais de laboratoire géotechniques [133]. Des caractérisations chimiques et minéralogiques plus poussées permettent aussi d'identifier très précisément les compositions des sols et terres excavées et d'en dresser des fiches d'identité précises. Ici l'illustration de la variabilité des ressources locales étant un aspect important de l'étude, les essais et procédures de caractérisation seront multipliés afin de l'appréhender au mieux. Il est important de noter que les méthodes de caractérisation sont expérimentales, et que chacune d'elle peut mener à des approximations et des petites erreurs : en diversifiant ces méthodes, du recul pourra être pris et cela permettra une caractérisation plus fine de chacune des ressources.

Les enjeux de cette caractérisation sont principalement de déterminer la granulométrie des terres, leur composition minéralogique (surtout à l'échelle des argiles), leur activité argileuse et leurs comportements avec l'eau (limites d'états rhéologiques, retraits, liens entre teneurs en eau et potentiels mécaniques, succion). Différents essais ont donc été menés selon différentes méthodes expérimentales afin de caractériser le plus précisément possible chacune des terres étudiées et d'en avoir un aperçu global. Beaucoup de ces essais sont issus des normes NF EN ISO 14688-1 et NF EN ISO 14688-2 [162, 163] relatives à l'identification et la classification des sols (ancienne norme XP P 94-011[164]) qui font notamment référence aux normes NF EN ISO 17892-1 :12 [165, 83] qui détaillent de nombreux essais de laboratoire effectués sur les sols dans le domaine de la géotechnique. D'autres essais relatifs à d'autres normes ou méthodes seront réalisés de manière complémentaire.

Mesures de la teneur en eau d'un sol

Lorsque l'on étudie les sols et leurs états, une mesure est primordiale à maitriser puisqu'elle est réalisée à de nombreuses occasions : c'est la mesure de la teneur en eau de ce sol que l'on note W(%). Cette mesure est réalisée selon les règles décrites par la norme NF EN ISO 17892-1 [166]. Pour mesurer la teneur en eau d'un échantillon donné de sol, on pèse au préalable la masse m_c d'un contenant vide. Ensuite, on place dans ce contenant l'échantillon de sol humide et on pèse la masse m_1. On place le contenant et le sol humide à l'étuve, à une température de 60°C, jusqu'à l'obtention d'une valeur stabilisée de la masse que l'on mesure et que l'on note m_2. On peut ainsi grâce à un calcul aisé déterminer la teneur en eau W de cet échantillon de sol, exprimé comme le pourcentage de masse d'eau par rapport à la masse de sol sec:

$$\mathrm{W}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_c} \times 100 \qquad \text{(II-1)}$$

Études granulométriques

Les courbes granulométriques de chaque terre prélevée sur site (Terre R et Terre S) ont été déterminées chacune de deux manières différentes. Une première étude granulométrique a été d'abord réalisée par tamisage par voie humide puis par sédimentométrie par méthode gravimétrique selon les préconisation de la norme ISO 17892-4 :2016 [165] et une seconde étude a été réalisée par tamisage par voie humide puis par granulométrie laser selon les normes ISO 17892-4 :2016[165] et ISO 13320:2020[167].

Tamisage par voie humide

Pour les deux études la première étape commune consiste en un tamisage par voie humide réalisé selon les indications de la norme XP P94-041 [168] : cette méthode comparée à un tamisage par voie sèche permet de séparer correctement les grains les plus grossiers des fines argileuses. Une masse normalisée de sol est

lavée à l'eau sur une colonne de tamis d'ouverture de maille augmentant de bas en haut surmontée d'un dispositif arroseur. L'ouverture de maille du tamis supérieur est adaptée à la taille des plus gros éléments trouvés dans l'échantillon étudié et l'ouverture de maille du tamis inférieur est de 80 µm. Le nombre de tamis intermédiaires est déterminé afin qu'il n'y ait pas de surcharge à chaque niveau. Les tamis et le refus qu'ils contiennent sont ensuite séchés à l'étuve et pesés à l'état sec, ce qui permet d'en déduire les refus cumulés en fonction des tailles de maille de tamis et permet ainsi d'obtenir une première partie de la distribution granulométrique de l'échantillon donné.

C'est ensuite pour analyser la distribution granulométrique des particules passant à 80 µm que plusieurs méthodes peuvent être envisagées. Deux méthodes ont été ici considérées, la granulométrie par sédimentation (méthode du densimètre) et la granulométrie laser.

Granulométrie par sédimentation

En ce qui concerne la granulométrie par sédimentation (ISO 17892-4 et NF P94-057 [165, 169]), 80 g du passant à 80 µm sont mis en suspension dans une solution défloculante de sodium hexametaphosphate dans une grande éprouvette cylindrique placée dans un bain thermostaté à 20°C. On agite ensuite pour homogénéiser la suspension avant essai puis l'on mesure à différents temps donnés la densité de la suspension en surface à l'aide d'un densimètre. L'évolution de cette densité de surface de la suspension dans le temps permet de suivre la sédimentation des particules du sol en fonction de leur diamètre grâce à la loi de Stokes en les assimilant toutes à des grains sphériques présentant le même poids volumique (souvent on prend un γ_s= 26,5kN/m^3). On peut ainsi obtenir une distribution granulométrique de la phase fine du sol. Il faut toutefois considérer ce résultat avec précaution : les particules d'argiles se présentent sous forme de plaquettes et ont ainsi une morphologie très éloignée de celle d'une sphère et leur poids volumique moyen est généralement inférieur à 26,5 kN/m^3. Ces écarts par rapport à la théorie utilisée pour déterminer la granulométrie par sédimentation conduisent à surestimer la fraction fine lorsque celle-ci est composée de particules argileuses. La méthode reste tout de même un bon indicateur souvent pris comme référence dans les études à propos des matériaux de construction à base de terre crue [46, 87, 88, 90, 92, 105, 109, 128].

Granulométrie Laser

La diffraction laser permet aussi d'estimer la distribution granulométrique de la phase fine d'un sol selon la norme ISO 13320:2020 [167]. Le principal intérêt de cette méthode est qu'elle est rapide à effectuer sur un très petit échantillon de terre. Dans ce cas on mesure la variation angulaire de l'intensité de la lumière diffractée lorsque l'on fait passer un faisceau laser monochromatique au travers d'une dispersion de l'échantillon dans une solution défloculante. Selon l'intensité diffusée en fonction des angles de diffraction on est aussi capable d'estimer la distribution granulométrique d'un échantillon de sol selon ses propriétés optiques estimées en estimant que les particules qui le composent sont sphériques. Cette technique elle aussi peut mener à des approximations selon les paramètres utilisés et les types de sols étudiés. Notamment, dans le cas de particules argileuses ayant une forme de feuillets très éloigné d'une sphère, l'interprétation conduit à sous-estimer la fraction fine du sol. Et en effet plusieurs études ont conclu que la diffraction laser pouvait mener à une sous-estimation de la fraction argileuse du sol, en comparaison aux méthodes de granulométrie par sédimentation [170–172]. Cependant en prenant certaines précautions à propos des propriétés optiques des particules, l'estimation de cette fraction argileuse peut aussi être considérée et prise comme indicateur. Dans le cadre de cette étude la granulométrie par diffraction laser sera déterminée, à l'aide d'un granulomètre Cilas 1180, prenant en compte l'approximation de Fraunhoffer et la théorie de Mie [173].

Optimum Proctor Normal

Le test Proctor Normal a été réalisé dans un premier temps pour estimer les potentiels de densités atteignables pour chacune des terres selon leur état hydrique pour un mode de mise en œuvre donné. Cette estimation permet d'avoir une première approche des conditions nécessaires à une mise en œuvre optimale par compactage. En effet, cet essai réalisé selon la norme NF P 94-093[84], est issu du domaine de la géotechnique routière et permet de déterminer les caractéristiques de compactage optimales d'un matériau donné pour une utilisation en remblai ou en couche de forme. Il s'applique uniquement aux matériaux fins définis par la norme NF P 11-300[174] utilisée par le Guide des Terrassements Routiers [62] (D_{max}<50 mm),

ce qui est le cas des 3 types de terre étudiés ici. Pour une terre donnée, 6 échantillons de 2,5 kg de sol sec ont été prélevés puis humidifiés et malaxés à 6 teneurs en eau différentes et enfin maintenus dans des sacs hermétiques pendant 24h. Ils ont ensuite été compactés selon la procédure normalisée, à l'aide d'une dame de compactage normalisée, dans un moule Proctor aux dimensions fixées. Les densités de chaque échantillon et leurs teneurs en eau après compactage normalisé ont ainsi été déterminées. Cela a permis d'estimer les caractéristiques de compactage normalisé optimales pour les 3 terres prélevées et d'appréhender un peu plus des paramètres importants pour leur future mise en œuvre.

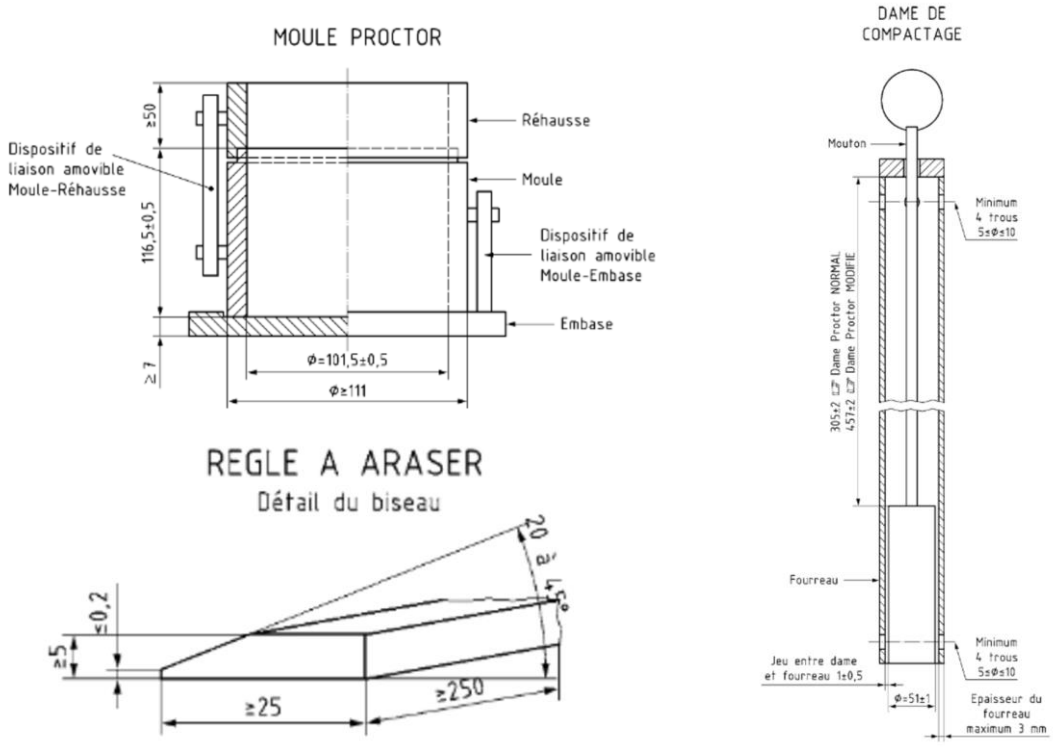


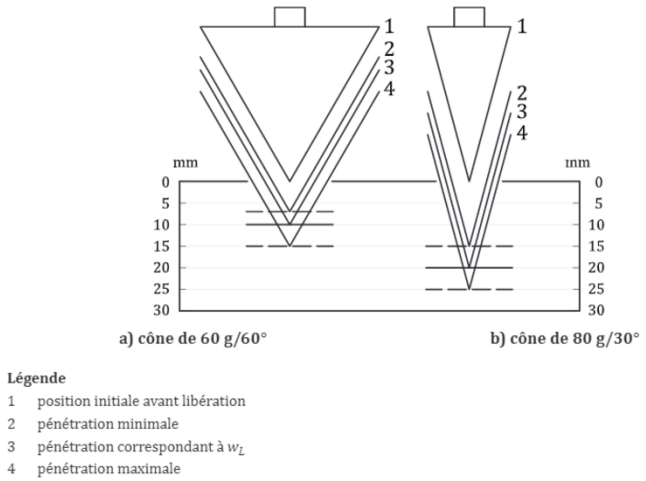
Figure II-3: Outils normalisés nécessaire à l'essai Proctor Normal selon NF P 94-093[84]

Limites d'Atterberg : limites d'états rhéologiques

Comme précisé précédemment, la consistance d'une terre évolue avec sa teneur en eau. Elle peut varier entre trois états très distincts : l'état solide, l'état plastique et l'état liquide. La consistance évolue avec la teneur en eau du matériau, et on définit des limites entre ces états qui correspondent à des teneurs en eau particulières du matériau : ce sont les limites d'Atterberg qui mettent en valeur le passage d'un état peu humide, pulvérulent et sans retrait à un état plastique pour la limite de plasticité (notée W_P) et le passage d'un état plastique à un état liquide pour la limite de liquidité (notée W_L). La détermination de ces limites d'états pour une terre donnée est une première étude rhéologique (étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous contrainte plus ou moins élevée) de ce matériau. En mécanique des sols on détermine ainsi le domaine de plasticité d'une terre qui permet de la classer parmi les différents types de sols fins. L'étude de ces limites permet d'identifier et de mettre en valeur les effets physico-chimiques des interactions entre eau et grains de la phase fine du sol, et permet indirectement de donner des informations sur l'activité ou l'argilosité d'une terre donnée, caractères très importants à appréhender pour construire en terre. Pour les trois terres sélectionnées les limites d'Atterberg ont ainsi été déterminées.

La norme NF EN ISO 17892-12 [83] propose différentes méthodes pour déterminer les limites de liquidité et de plasticité des sols. Pour la détermination de la limite de liquidité d'un sol, cette norme en propose deux : un essai à l'aide d'un cône tombant et un autre à l'aide de la coupelle de Casagrande. L'ancienne méthode régulièrement utilisée était la méthode de la coupelle de Casagrande, mais cette méthode est très dépendante de l'opérateur et cela peut influer fortement sur le résultat obtenu. Dans cette étude, l'essai retenu pour déterminer la limite de liquidité est donc l'essai au cône tombant, qui consiste à observer l'enfoncement moyen d'un cône de masse et de forme définies, lâché pendant une durée de 5 secondes

depuis la surface libre d'un échantillon de sol à une teneur en eau homogène donnée. En répétant plusieurs fois cette opération à des teneurs en eau différentes, on peut tracer l'évolution de l'enfoncement du cône en fonction de la teneur en eau et ainsi déterminer la limite de liquidité du sol W_L qui correspond à la teneur en eau du sol pour un enfoncement de cône particulier. Le cône utilisé ici est un cône de 80g et de 30° d'angle au sommet. Pour ces caractéristiques, la limite de liquidité est définie pour un enfoncement de 20 mm [83, 175]. Le dispositif utilisé permet d'automatiser la libération et le blocage du cône sur des durées de 5 secondes et permet aussi de limiter l'influence de l'opérateur sur les mesures réalisées. Cette méthode est plus facile à réaliser et permet d'obtenir des résultats plus fiables et facilement répétables. C'est pour ces raisons qu'elle a été sélectionnée.



(a) (b)

Figure II-4: Dispositif automatisé utilisé pour les mesures au cône tombant (a) et types des cônes préconisés (b) par la norme NF EN ISO 17892-12[83]

Pour la limité de plasticité, si on peut l'estimer par mesures au cône tombant, à l'aide d'une régression linéaire à partir de la représentation graphique du logarithme de l'enfoncement du cône en fonction du logarithme de la teneur en eau pour un enfoncement de 2mm [176], c'est la méthode du rouleau décrite par la norme ISO 17892-12 [83] qui a été retenue. Cette méthode consiste à modeler à la main un rouleau de sol hydraté d'une dizaine de centimètres de longueur et d'un diamètre de 3 mm. Si quand le rouleau atteint cette forme il se fissure, on a atteint la limite de plasticité de ce sol. Il faut alors mesurer la teneur en eau de ce rouleau pour estimer la limite de plasticité. Cette opération est ainsi répétée plusieurs fois et permet de calculer une moyenne de teneurs en eau qui est ainsi la limite de plasticité W_P(%) du sol étudié.

À partir de ces limites d'états on peut déterminer l'indice de plasticité I_P du sol qui correspond à l'étendue du domaine de teneurs en eau où un sol donné aura un comportement plastique.

$$I_P = W_L - W_P \qquad \text{(II-2)}$$

On peut aussi selon cette norme déterminer d'autres paramètres comme l'indice de liquidité I_L, l'indice de consistance I_C et l'indice d'activité I_A de ce sol. L'indice d'activité I_A d'un sol, qui est le rapport de l'indice de plasticité du sol sur le pourcentage de particules inférieures à 2 µm le composant, peut d'ailleurs être un bon indicateur indirect des propriétés colloïdales des argiles composant sa phase fine. Sa détermination peut ainsi être un indicateur simple du potentiel cohésif et donc de résistance d'une terre à construire.

Les limites d'Atterberg des trois terres étudiées dans le cadre de cette thèse ont ainsi été déterminées.

Limites de retrait

Pour un matériau donné, sa limite de retrait est sa teneur en eau pondérale de dessiccation en dessous de laquelle son volume reste constant. Dans les normes françaises, on peut déterminer la limite de retrait conventionnelle d'un sol fin sur la fraction passant à 400 µm selon la norme XP P 94-060-1 [177]. Cet essai consiste à déterminer, après humidification et mélange du sol à une teneur en eau supérieure à sa limite de

liquidité, la perte de volume après dessiccation à l'étuve d'un échantillon de volume connu mis en œuvre dans une coupelle cylindrique. En déterminant plusieurs paramètres comme le volume initial V_h, le volume final après dessiccation V_d, la masse volumique de l'eau ρ_w, la masse initiale m_h et la masse finale m_d, on peut déterminer cette limite de retrait conventionnelle notée W_R à l'aide de la formule suivante :

$$W_R = \frac{m_h - \rho_W (V_h - V_d)}{m_d} - 1 \qquad \text{(II-3)}$$

Au Royaume-Uni la mesure du retrait linéique horizontal est décrite dans les normes d'études des sols (BS 1277:2 [178]). Cet essai consiste à mesurer après dessiccation la longueur d'un échantillon de matériau mis en œuvre dans un moule demi-cylindrique de 250 mm de longueur (l_0) et de 25 mm de diamètre. Le matériau y est moulé en 3 couches et laissé à l'air libre 12h au moins puis placé à l'étuve. On mesure ensuite la longueur l_d de l'échantillon après dessiccation complète. On détermine ainsi le retrait linéique LS grâce à la formule suivante :

$$LS = \left(1 - \frac{l_d}{l_0}\right) \times 100 \qquad \text{(II-4)}$$

Figure II-5: Dispositif de mesure du retrait linéique sur la terre S

Ces 2 mesures de retrait différentes ont ainsi été réalisées sur les 3 terres sélectionnées dans cette étude.

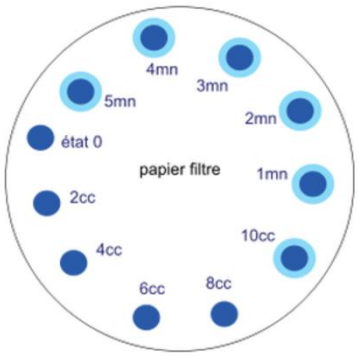
VBS et CEC : activité argileuse

Pour caractériser la quantité et l'activité des argiles dans un sol donné, deux méthodes principales peuvent être envisagées. Elles permettent d'avoir une estimation de la surface spécifique externe et interne des argiles composant la fraction fine d'un sol donné et d'estimer leur capacité d'interagir avec les cations naturellement présents dans l'eau. Une des méthodes est utilisée traditionnellement en géotechnique (mesure de la valeur au bleu de méthylène) et l'autre l'est plutôt dans le domaine agronomique (capacité d'échange cationique) comme témoin de la fertilité d'un sol.

La première méthode est la valeur au bleu de méthylène d'un sol (notée VBS) et est issue des normes spécifiques à la géotechnique. Le détail de cet essai commun est décrit dans les normes NF P 94-068 et NF EN 933-9+A1 [179, 180]. Cette méthode consiste à prélever 30 à 60g de la fraction inférieure à 5 mm d'un sol (ici les trois terres sélectionnées ne présentent pas de particules de taille supérieure à 5 mm), d'en estimer la teneur en eau puis la masse sèche réelle de sol, de le mettre en suspension dans 500 mL d'eau déminéralisée

et d'agiter cette suspension à l'aide d'un agitateur mécanique à ailettes à une vitesse d'environ 700 tr/min durant au moins 5 min pour homogénéiser la suspension. Ensuite, le dosage de bleu de méthylène mis en solution à 10 g/L peut être réalisé dans cette suspension agitée à 400tr/min par ajouts successifs de 5 à 10 cm^3. Une minute après le premier ajout de solution de bleu de méthylène, on peut réaliser la première mesure en déposant une goutte de la suspension sur un papier filtre à l'aide d'une baguette. La goutte, d'une teinte bleutée, est constituée d'une tache bleue concentrée au centre et d'une auréole humide qui est incolore tant qu'il n'y a pas de bleu de méthylène libre dans la solution. À un moment de l'essai, après des ajouts successifs de 5 à 10 cm^3 de bleu de méthylène, l'auréole prend une couleur bleu clair : l'essai est positif une première fois. À ce moment pendant 5 minutes, le dosage est interrompu et chaque minute une goutte est déposée : si pendant 5 minutes, on observe toujours l'apparition d'une auréole bleutée autour de la goutte le test est positif et le volume V de bleu de méthylène ajouté est retenu. Sinon, on poursuit le dosage par ajouts successifs plus faibles (de 2 à 5 cm^3) jusqu'à la non-disparition de l'auréole pendant la période de 5 minutes. Du volume V, on peut déduire la masse B en g de bleu de méthylène ajoutée jusqu'à saturation. C'est à partir de cette valeur B, de la masse m_h en g de sol prise au début de l'essai et de sa teneur en eau initiale w que l'on détermine la VBS d'un sol selon la formule suivante :

$$VBS = \frac{B}{\frac{m_h}{1+w}} \times 100 \qquad \text{(II-5)}$$



(a)

(b)

Figure II-6: Détermination de la valeur au bleu de méthylène du sol théorie(a), taches de bleu de méthylène sur papier filtre(b) d'après [181]

Concrètement dans cette méthode on mesure la saturation des surfaces échangeables des particules fines du sol par la molécule du bleu de méthylène, et elle permet d'estimer de manière approximative la surface spécifique des argiles du sol testé. À partir de cette VBS et des mesures de la distribution granulométrique on peut estimer un degré d'activité de la fraction argileuse d'un sol en effectuant le rapport de cette VBS sur la fraction des particules de tailles inférieures à 2 µm de ce sol.

La principale critique de cet essai réside en la dépendance forte à l'appréciation de l'opérateur, et à la qualité de la solution de bleu de méthylène utilisée. Les résultats doivent être considérés avec prudence : l'essai permet de discriminer des sols entre eux, lorsque les valeurs de bleu sont significativement différentes.

La deuxième méthode est la mesure de la capacité d'échange cationique (CEC), méthode chimique d'analyse des sols, déterminée suivant la norme NF X 31-130 [182]. Elle permet d'estimer la quantité de cations qu'un sol peut fixer à un certain pH et ainsi estimer la surface spécifique de ses particules fines. Cette CEC est souvent exprimée en $cmol^+/kg$ ou en mEq/100g.

Ces deux méthodes expérimentales permettent ainsi d'estimer de 2 manières différentes la surface spécifique d'une terre donnée et de sa fraction fine pour finalement en estimer son potentiel cohésif. Ces méthodes expérimentales, par définition, peuvent être parfois approximatives mais elles donnent des indications importantes sur les comportements potentiels des terres étudiées et de leurs fractions fines : Dans le cadre de cette thèse les VBS et CEC des trois terres ont été déterminées.

Si la VBS et la CEC d'une terre donnent des informations importantes sur l'activité argileuse de ses particules fines, elles ne permettent pas de déterminer leur nature minéralogique. Pour déterminer la nature des argiles d'une terre d'autres méthodes de caractérisation physico-chimique peuvent ainsi être envisagées.

Diffraction des rayons X (DRX)

Dans le but de réaliser une caractérisation minéralogique de la composition des terres, des analyses par diffraction des rayons X (DRX) ont été conduites sur des lames orientées de sols. La préparation de lames orientées de sols permet d'amplifier les raies basales relatives aux espaces interfoliaires des différentes argiles et en permet une caractérisation plus aisée par diffraction RX [183–187]. Cette analyse consiste à préparer des suspensions des fractions fines des sols à analyser et d'en déposer des gouttes sur des lames de verre. Pour chaque type de terre on prépare 3 lames qui subissent des traitements différents : séchage à l'air libre, traitement à l'éthylène glycol et séchage à 550°C. Ces différents traitements permettent de différencier les argiles comme les smectites ou les vermiculites, qui y réagissent différemment : évolution des espaces interfoliaires selon les variétés d'argiles et donc des angles de diffraction mesurés. Les angles de diffraction ainsi mesurés permettent une identification des natures minéralogiques d'argiles composant la fraction fine des terres étudiées [185, 188]. Les diffractogrammes aux rayons X sont obtenus à température ambiante en utilisant un diffractomètre Panalytical X'Pert Pro avec un détecteur X'Celerator. Le voltage et l'intensité de la source sont de 40kV et de 40mA pour une anticathode au cuivre (Cu Kα, λ = 1.542 Å). Les diagrammes ont été enregistrés en mode pas à pas entre 3° et 75° (2θ) avec un pas de 0.0084° pendant 60 minutes. Les diffractogrammes des deux terres R et S ont ainsi été réalisés. Pour la terre K reconstituée en laboratoire, ses caractéristiques minéralogiques sont déjà connues.

Comme certaines interprétations des diffractogrammes de sols ne permettent pas forcément d'identifier avec certitude certaines natures d'argiles, des analyses physico-chimiques complémentaires peuvent être réalisées pour confirmer ou infirmer certaines hypothèses et permettre une meilleure appréhension des caractéristiques d'un sol étudié. C'est pour cela que des analyses thermiques différentielles et thermogravimétriques, une analyse de la composition chimique des terres par ICP-AES, et une cartographie EDS d'observation au MEB ont été réalisées.

Analyses thermiques différentielles – thermogravimétriques (ATD-TG)

Des analyses thermiques différentielles et thermogravimétriques ont ainsi été réalisées à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique thermo-différentiel Perkin Elmer Diamond depuis la température ambiante jusqu'à 970°C. Les différentes natures d'argile présentant des propriétés thermiques bien différentes et les suivis thermogravimétrique et thermodifférentiel de leurs transformations et pertes de masse avec la température permettent ainsi d'identifier certaines natures d'argile composant la fraction fine des sols étudiés [189]. Les trois terres étudiées dans cette thèse ont été broyées, tamisées à 80 µm et analysées, et la connaissance de leur composition minéralogique a ainsi été renforcée et vérifiée suite au premières observations réalisées par DRX.

Spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)

Une analyse de la composition chimique des sols a aussi été réalisée par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence. Cette analyse permet de doser les différents éléments chimiques présents dans un sol donné et de les quantifier facilement. Cette méthode est par exemple utilisée pour doser les éléments traces dans les sols afin de contrôler leur qualité comme la norme NF ISO 22036 le décrit [190]. Dans le cas de cette étude cette composition chimique permettra d'affiner et de confirmer la composition minéralogique des 3 terres étudiées.

Observations au microscope électronique à balayage (MEB) avec micro-analyse EDS

En complément de ces analyses, des observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées sur des fragments des 3 terres étudiées, après mise en œuvre. Ces observations ont été réalisées sur un microscope à balayage électronique (MEB) JEOL JSM 7100 F équipé d'un détecteur EDS Oxford instruments pour effectuer des analyses EDS. Sur un fragment de matériau donné il est ainsi possible d'obtenir une composition chimique, soit par zone, soit ponctuelle.

Méthode de composition de la terre reformulée en laboratoire

Comme précisé précédemment, de par ses caractéristiques, la kaolinite est une argile qui peut être qualifiée de très peu cohésive, ce qui mène à des résistances mécaniques limitées et ne permet pas en l'état de concevoir des matériaux porteurs pour des bâtiments de 3 étages, bien qu'elle permettrait malgré tout d'élever un mur autoporteur de quelques mètres [67]. C'est quand-même une argile que l'on peut trouver facilement pure et dont on connait bien les caractéristiques et la composition. La terre K étant composée en laboratoire à partir de kaolin pur, de sable fin (0-200 µm) et de sable normalisé (0-4mm), l'enjeu premier a été d'optimiser sa composition afin d'en obtenir les meilleurs potentiels de résistance malgré la nature de sa phase argileuse. Il a aussi été précédemment évoqué que pour un matériau terre donné, plus la densité sèche est élevée, plus ses caractéristiques mécaniques sont élevées. Ainsi pour une terre formulée à partir de cette argile peu cohésive, optimiser son squelette granulaire pour viser les plus grandes densités possibles parait être une stratégie prometteuse. Les méthodes d'optimisation du squelette granulaire utilisées dans le domaine de la formulation des bétons pour en garantir les compacités les plus élevées peuvent ainsi être de bons outils à adapter à la formulation de ce matériau terre. Ainsi la méthode de Dreux-Gorisse [191] peut être envisagée pour développer la terre K la plus dense possible, présentant la courbe granulométrique la plus continue possible et les meilleures caractéristiques mécaniques possible (qui restent faibles pour une terre à construire). Les études préliminaires à ces travaux de thèses présentent d'ailleurs précisément l'étude menée pour optimiser la composition de cette terre K [111]. Dans cette partie caractérisation des terres étudiées, cette méthode d'optimisation de la formulation de la terre K sera donc présentée pour établir une caractérisation complète de cette terre K au même titre que pour les terres R et S. Les natures minéralogiques de cette terre K étant connues (Kaolinite, Micas et Quartz essentiellement), les DRX n'ont pas été réalisées sur cette dernière.

Une fiche d'identité de chacune des 3 terres

L'objectif de tous ces essais de caractérisation est d'obtenir une fiche d'identité relative à chaque terre caractérisant leurs minéralogies, leurs distributions granulométriques, leurs propriétés de surface et leurs interactions avec l'eau. Ces fiches d'identité devraient permettre de confirmer nos choix de terres, leur caractère représentatif de la variabilité locale de cette ressource et témoigner de leurs caractéristiques :

- La terre K, terre peu active à faible potentiel en tant que matériau de construction porteur
- La terre R, terre moyennement active à potentiel modéré en tant que matériau de construction porteur
- La terre S, terre très active à potentiel élevé en tant que matériau de construction porteur

Le tableau II-3 récapitule la méthodologie des essais réalisés, caractéristique par caractéristique, pour établir ces fiches d'identités.

Aspects caractéristiques étudiés	Méthode	Normes suivies / Méthodologie / Appareillage	Terres concernées
Distribution granulométrique	Tamisage par voie humide	XP P94-041 [168], ISO 17892-4 [165]	R et S
	Granulométrie par sédimentation	ISO 17892-4 et NF P94-057 [165, 169]	R et S
	Granulométrie Laser	ISO 13320:2020 [167] / Granulomètre Cilas 1180	R et S
	Méthode de Dreux-Gorisse	Optimisation d'un mélange ternaire Kaolin – Sable fin (0-200µm) –Sable Normalisé (0-4 mm) [111, 191]	K
Interactions avec l'eau	Teneur en eau	NF EN ISO 17892-1 [166]	K, R et S
	Limites d'Atterberg	ISO 17892-12 [83]	K, R et S
	Limites de retrait	XP P 94-060-1 [177], BS 1277:2 [178]	K, R et S
	Optimum Proctor	NF P 94-093[84]	K, R et S
Propriétés de surface	VBS	NF P 94-068 et NF EN 933-9+A1 [179, 180]	K, R et S
	CEC	NF X 31-130 [182]	K, R et S
Caractérisation minéralogique – physico chimique	Diffraction de rayons X (DRX)	NF EN 13925 [192] / Étude DRX sur Lames orientées traitées de 3 manières différentes : naturel, éthylène Glycol, séchage 550°C [183–188] / diffractomètre Panalytical X'Pert Pro	R et S
	Analyses thermiques différentielles – thermogravimétriques (ATD-TG)	Études et interprétations [189] d'ATD-TG obtenues à l'aide d'un analyseur Perkin Elmer Diamond	K, R et S
	Spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)	NF ISO 22036 [190] – détermination composition chimique des terres	K, R et S
	Microscope électronique à balayage (MEB) – Analyse EDS	Analyse EDS au MEB sur JEOL JSM 7100 F équipé d'un détecteur EDS Oxford	K, R et S

Tableau II-3: Récapitulatif des méthodes expérimentales de caractérisation permettant la création de fiches d'identité des terres sélectionnées

b) Caractérisation des 3 terres sélectionnées

Les trois terres sélectionnées ont ainsi pu être caractérisées. Voici les différents résultats significatifs obtenus lors des essais de caractérisation.

Distribution granulométrique

Pour la terre K, sa distribution granulométrique a donc été établie à partir de kaolin pur, de sable fin et de sable normalisé, avec pour objectif d'obtenir un matériau suffisamment dense, présentant de bonnes caractéristiques mécaniques à l'aide de la méthode de Dreux-Gorisse [191] empruntée aux méthodes de formulation du béton. L'objectif de cette méthode est d'élaborer, à partir de matériaux de différentes natures et granulométries, un matériau présentant la distribution granulométrique la plus continue possible. Ici il a été décidé de formuler ce matériau à partir de kaolin pur de Ploemeur (56-Bretagne) fourni par Imerys, de sable fin (63-200µm) et de sable normalisé (0-4mm). La kaolinite utilisée présente les caractéristiques suivantes: d=0 – 10µm avec d_{50} = 4µm, densité spécifique de 2,65 et une surface spécifique de 10 m²/g. à partir des distributions granulométriques de ces 3 ressources (figure II-7), et à l'aide de la méthode de Dreux-Gorisse, la distribution granulométrique de la terre K (figure II-9) a été établie en 2 étapes : la formulation d'un premier mélange binaire kaolin-sable fin (figure II-8-a), puis d'un mélange ternaire kaolin-sable fin-sable normalisé (figure II-8-b). Comme évoqué précédemment, la terre K a déjà été étudiée dans des travaux préalables à cette thèse [111], et donc sa formulation a déjà été décrite. Ici un récapitulatif de ces étapes de formulation est tout de même proposé.

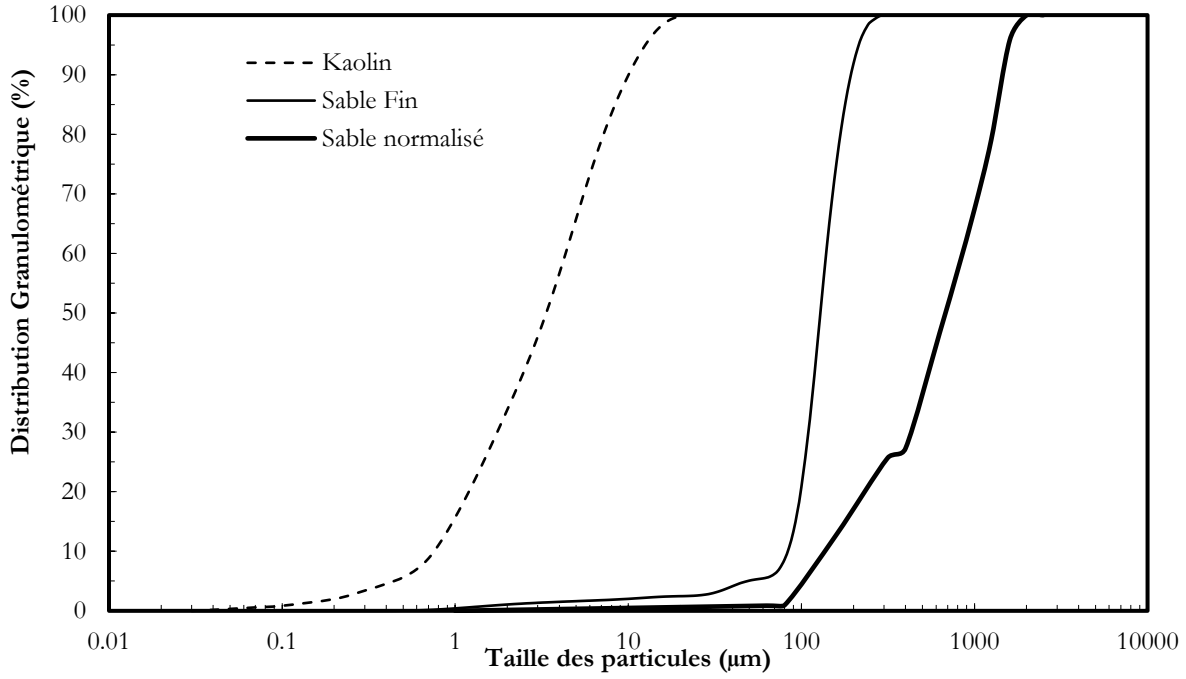
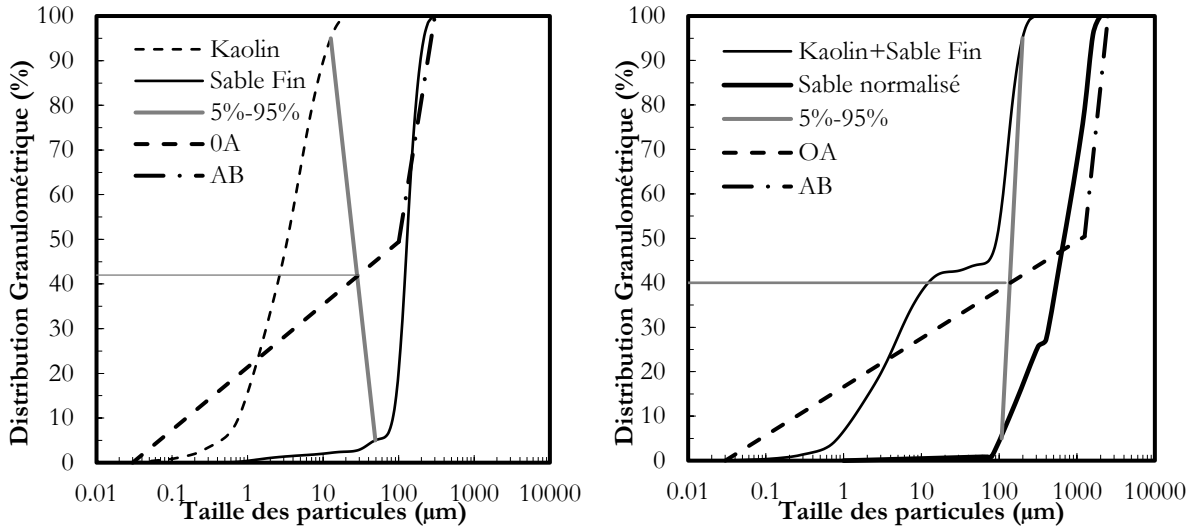


Figure II-7: Distribution granulométrique du Kaolin, du sable fin et du sable normalisé utilisés d'après [111]



Proportions mélange binaire : K=42,5%, SF=57,5%

(a)

Proportions mélange ternaire : K-SF=40%, SN=60%
K=17%, SF=23%, SN=60%

(b)

Figure II-8: Représentations graphiques de la méthode utilisée pour formuler les mélanges (a) binaire (Kaolin+Sable Fin) et (b) ternaire (Kaolin+Sable Fin+Sable Normalisé : Terre K)

La composition massique optimale de la terre K, déterminée par cette méthode est ainsi de 17% de kaolin, 23% de sable fin et de 60% de sable normalisé. Dans l'étude préliminaire [111], le suivi des résistances mécaniques du Kaolin pur, du mélange binaire et du mélange ternaire (la terre K) mis en œuvre selon les même procédés ont permis de justifier que pour la terre K, les plus grandes densités sèches donnaient les résistances à la compression les plus élevées. La distribution granulométrique de la terre K ainsi formulée est visible sur la figure II-9.

Pour les terres R et S les distributions granulométriques ont été obtenues par tamisage par voie humide (XP P94-041 [168], ISO 17892-4 [165]) pour les éléments plus larges que 80 µm et par sédimentation (ISO 17892-4 et NF P94-057 [165, 169]) ou granulométrie laser (ISO 13320:2020 [167]) pour les éléments fins. Les distributions granulométriques obtenues selon les différentes méthodes pour les sols R et S sont aussi visibles sur la figure II-9.

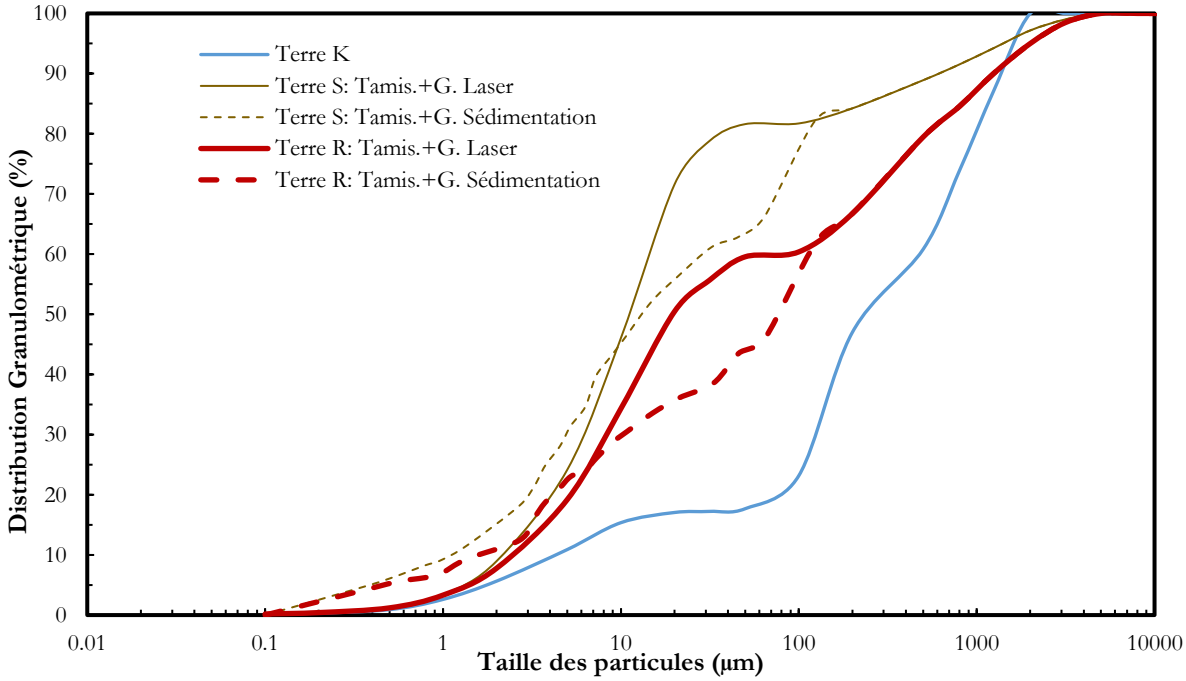


Figure II-9: Distribution granulométrique des 3 terres étudiées : K R et S

Le tableau II-4 récapitule les proportions (en % cumulés et % partiels) des classes granulaires pour chacune des terres étudiées, selon la méthode d'analyse granulométrique utilisée. Pour la terre K la composition Kaolin/sable fin/Sable normalisé sera préférée. Par la comparaison des tailles de grains médians, on remarque rapidement que la terre S est la plus fine des trois terres étudiées, alors que la terre K est la plus grossière. La terre S présente bien des fractions argileuses (au sens granulométrique du terme) plus élevées que la terre R et la terre K.

Échantillon	%	*Argiles*	*Limons fins*	*Limons grossiers*	*Sables fins*	*Sables grossiers*	*Graviers*	***Grain médian (mm)***
		0-2 µm	*2-20 µm*	*20-63 µm*	*63-200 µm*	*0.2-2 mm*	*2-20 mm*	
Terre R (Laser)	% Cumulés	7,8%	50,4%	59,8%	66,7%	95%	100%	***0,02***
	% Partiels	7,8%	42,6%	9,4%	6,9%	28,3%	5%	
Terre R (Sédimentation)	% Cumulés	10,8%	35,6%	45,8%	66,7%	95%	100%	***0,084***
	% Partiels	10,8%	24,8%	10,2%	20,9%	28,3%	5%	
Terre S (Laser)	% Cumulés	9,0%	71,6%	81,6%	84,2%	97,2%	100%	***0,012***
	% Partiels	9,0%	62,6%	10%	2,6%	13%	2,8%	
Terre S (Sédimentation)	% Cumulés	14,6%	55,7%	66%	84,2%	97,2%	100,0%	***0,013***
	% Partiels	14,6%	41,1%	10,3%	18,2%	13%	2,8%	
Terre K	% Cumulés	5,6%	17,5%	19,1%	47%	100%	100%	***0,234***
	% Partiels	5,6%	11,9%	1,6%	27,9%	53%	0%	
		Kaolin		*Sable fin (63-200 µm)*		*Sable normalisé (0-4 mm)*		
	% Cumulés	17%		40%		100%		
	% Partiels	17%		23%		60%		

Tableau II-4: Proportions en % de chaque classe granulaire pour les terres K, R et S

Interactions avec l'eau

Les interactions avec l'eau ont ensuite été appréhendées pour chaque terre à l'aide de différents essais communs du domaine de la géotechnique : limites d'Atterberg (ISO 17892-12 [83]), limites de retrait (XP P 94-060-1 [177], BS 1277:2 [178]) et optimum Proctor normal (NF P 94-093[84]). Ces indicateurs permettent de mieux estimer les états hydriques nécessaires à atteindre pour chaque terre pour obtenir une consistance convenable à leur mise en œuvre par compactage dynamique et permet d'estimer leur comportement à la mise en œuvre et au séchage. Les résultats de ces essais sont résumés dans le tableau II-5. Sur la figure II-10 les courbes Proctor sont représentées pour chaque type de terre, mettant bien en valeur leurs interactions variées avec l'eau.

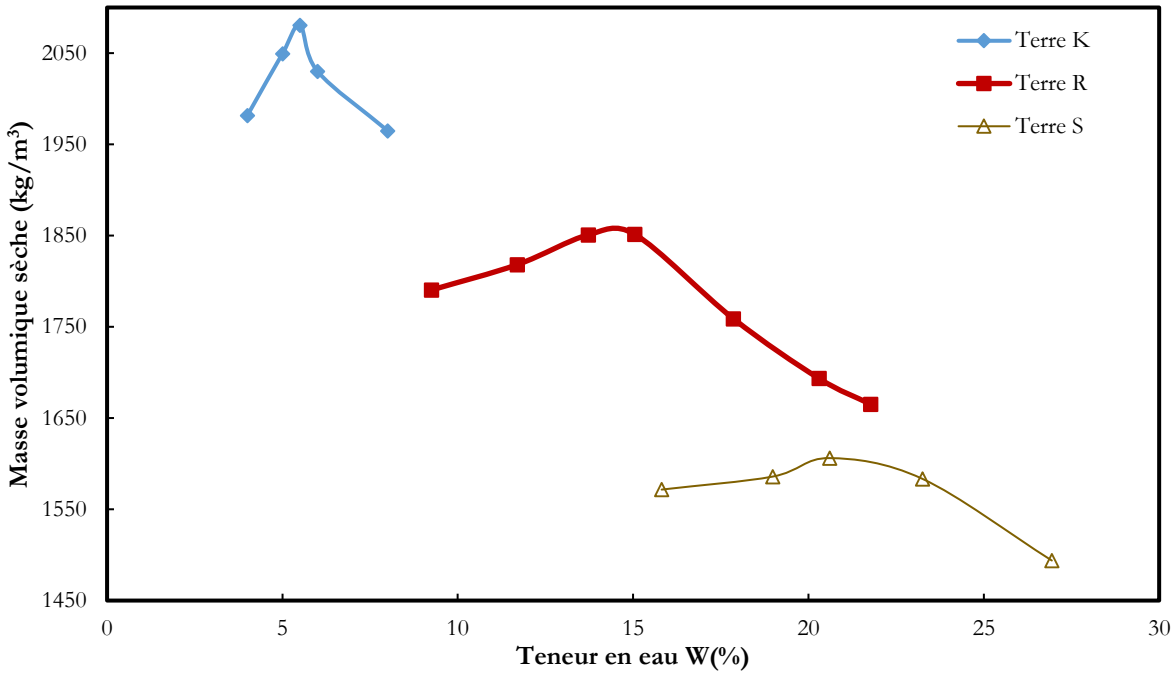


Figure II-10: Résultats des essais Proctor pour les terres K, R et S

Sur cette figure II-10, il est déjà visible que la terre S nécessite la teneur en eau la plus élevée à la mise en œuvre, ce besoin en eau plus élevé étant probablement lié à sa teneur en argile et à la nature minéralogique de ces argiles. Aussi, pour cette terre S il apparait que pour une même énergie de compaction, la densité optimale atteinte est la plus faible. Cela peut être lié à sa plus grande teneur en particules fines (argiles) qui mènent à un squelette granulaire moins dense.

Études	Paramètre	Terre K	Terre R	Terre S
Limites d'Atterberg	*Fraction granulométrique étudiée*	*42.5% Kaolin -57.5% Sable Fin (<200 µm)*	*<400 µm*	*<400 µm*
	W_p (%)	18,6 %	21,8 %	29,7 %
	W_l (%)	32 %	36,5 %	46,2 %
	I_p (%)	13,4 %	14,7 %	16,5 %
Limites de retrait	*Fraction granulométrique étudiée*	*50% Kaolin - 50% Sable Fin (<200 µm)*	*<400 µm*	*<400 µm*
	Limite de retrait W_R	19,1 %	20,4 %	23,7 %
	Retrait linéique LS	6,2 %	3,2 %	7,1 %
Optimum Proctor Normal	*Fraction granulométrique étudiée*	*Tout*	*Tout*	*Tout*
	W_{OPN} (%)	5,5%	14,5 %	20,6 %
	ϱ_{OPN} (kg/m³)	2080	1858	1606

Tableau II-5: Résumés des essais géotechniques mettant en valeur l'interaction des terres avec l'eau pour les terres K, R et S

Propriétés de surface

Les propriétés de surface de chaque type de terre ont été évaluées par la mesure des CEC et VBS de chacune d'entre elles selon les protocoles présentés précédemment. Les résultats de ces essais ont aussi été ramenés à la fraction argileuse (au sens granulométrique du terme) estimée de chaque terre pour avoir une première estimation des propriétés de surface des argiles les composant. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau II-6.

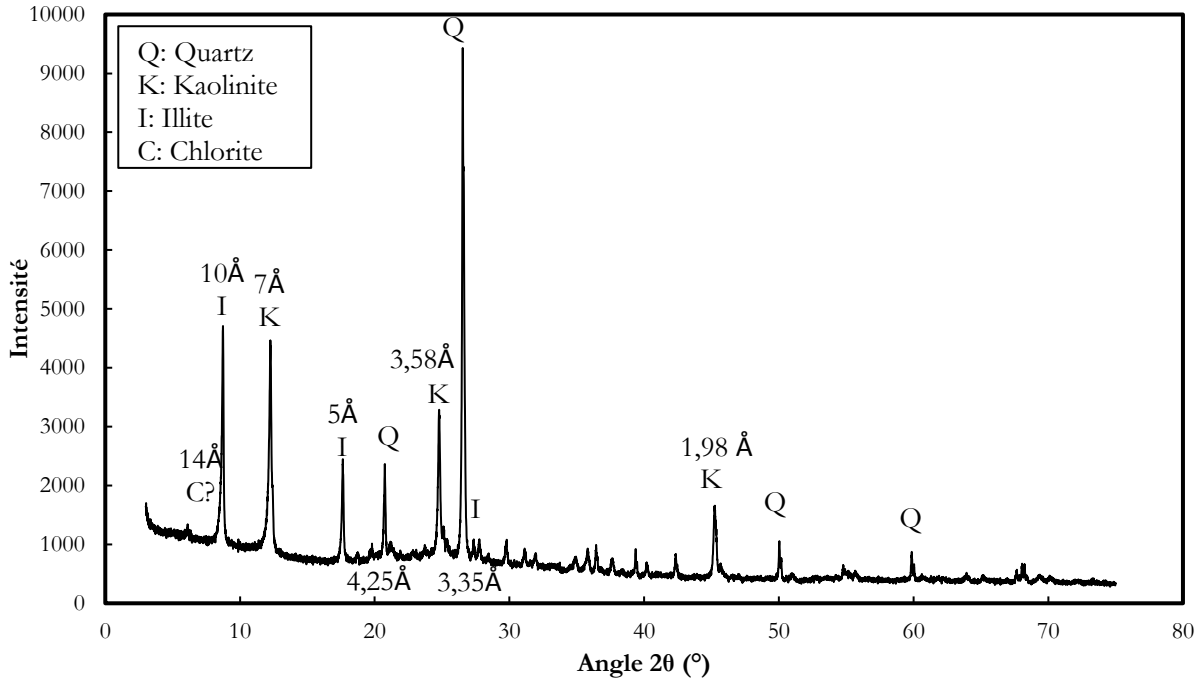
Étude	Fraction granulométrique considérée	Terre K	Terre R	Terre S
VBS (g/100g)	Tout	0,17	0,7	1,1
	Argiles	1	6,5<VBS<9,0	7,5<VBS<12,2
CEC (mEq/100g ou $Cmol^+/kg$)	Tout	0,9	3,0	7,9
	Argiles	5,3	27,8<CEC<38,5	54,1<CEC<87,8

Tableau II-6: Estimation des propriétés de surfaces des terres K, R et S et de leurs fractions argileuses par VBS et CEC

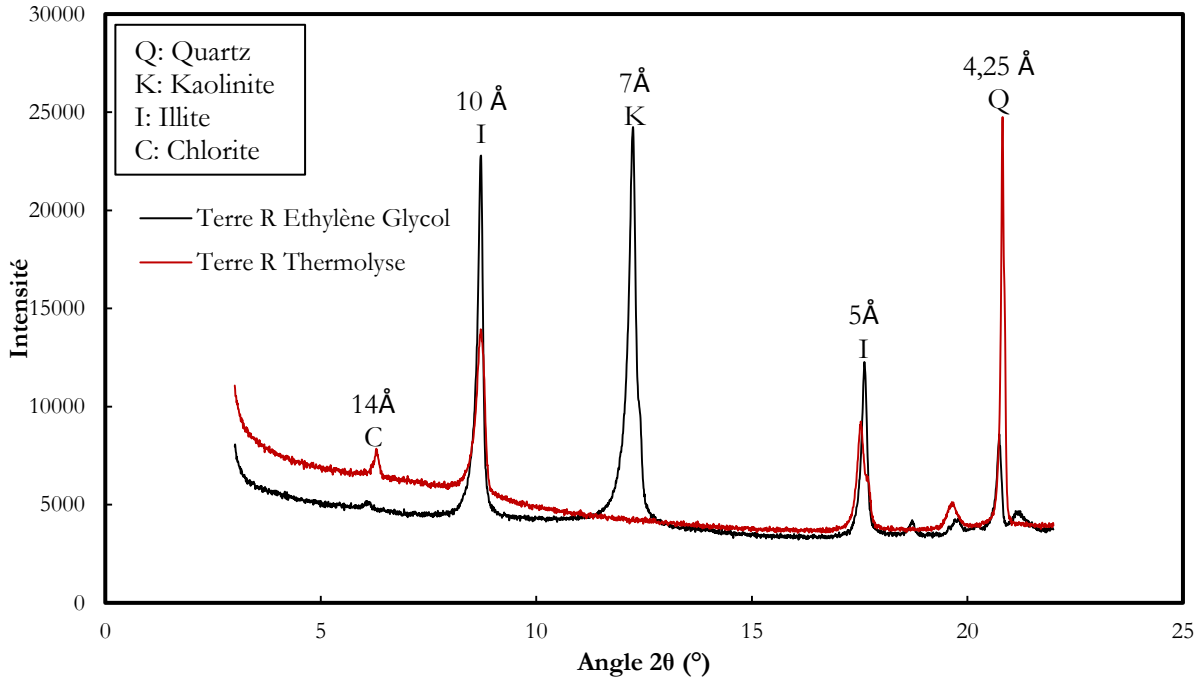
Ici aussi les propriétés de surface des trois terres sont très variables et différentes. Quand les CEC obtenues sur les terres sont ramenées à leurs fractions argileuses estimées, ces variations sont même très parlantes. En effet la CEC de la fraction argileuse (estimée par 2 méthodes d'étude granulométrique) de la terre R est comprise entre 27,8 mEq/100g et 38,5 mEq/100g ce qui correspondrait à la CEC théorique de chlorites ou d'illites pures (10-40 mEq/100g [25, 63, 73]). Au contraire la CEC de la fraction argileuse (estimée par 2 méthodes d'étude granulométrique) de la terre S est comprise entre 54,1 mEq/100g et 87,8 mEq/100g ce qui serait compris entre les CEC théoriques des illites ou chlorites et des smectites ou vermiculites [25, 63, 73]. Pour la terre K, quand la CEC mesurée est ramenée à sa fraction argileuse connue (17%) on obtient une CEC de 5,3 mEq/100g ce qui correspond bien à une CEC théorique de kaolinite pure. Cela confirme bien que, en plus des variabilités granulométriques et de sensibilités à l'eau observées, les trois terres présenteraient également des natures de fractions fines très différentes. Cela confirme un peu plus le choix initial de ces 3 terres pour leur représentativité de la variabilité locale de la ressource terre en Bretagne.

Caractérisation minéralogique et physico-chimique

Enfin les minéralogies et compositions chimiques des trois terres ont été déterminées. Dans un premier temps, une analyse de la diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée pour les terres R et S afin de déterminer les natures des argiles composants leur fraction fine. Pour la terre K cette étude n'a pas été nécessaire car la nature minéralogique des éléments la composant est déjà connue (essentiellement des kaolinites, des quartz et des micas). Les DRX ont d'abord été réalisées sur des lames orientées des terres séchées naturellement à l'air. Elles ont ensuite été réalisées sur les lames orientées des terres traitées à l'éthylène glycol, et après thermolyse à 550°C. Les différents pics de diffractions mesurés en 2θ permettent d'identifier des distances inter-réticulaires caractéristiques à certains types d'argiles et les traitements (éthylène glycol ou thermolyse) permettent de différencier certaines natures d'argiles [185, 188]. Ainsi les natures minéralogiques des phases fines des terres peuvent être déterminées. La figure II-11 résume les étapes d'identification de ces phases fines pour la terre R. La figure II-12 résume les étapes d'identification de ces phases fines pour la terre S.



(a) Terre R Naturel

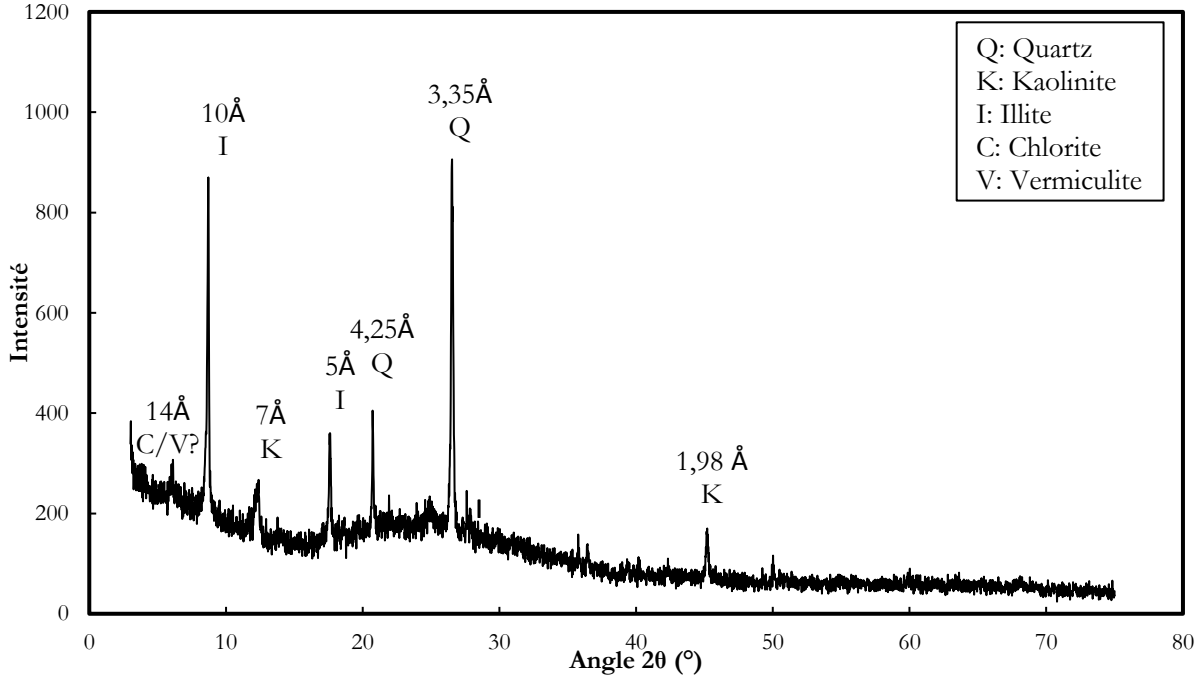


(b)Terre R traitée à l'éthylène glycol et thermolysée

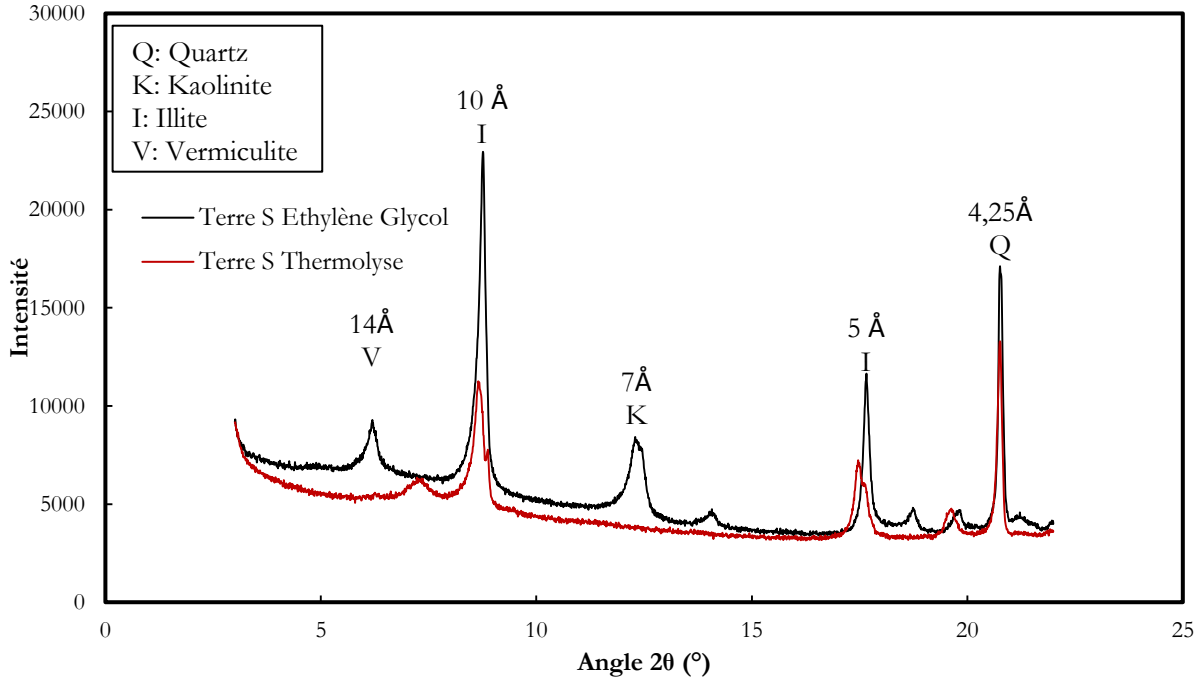
Figure II-11: Diffractogrammes terre R (a) naturelle et (b) traitée à l'éthylène glycol ou thermolysée interprétés à l'aide de [185, 187, 188]

Les données des différentes analyses DRX de la terre R, visibles sur la figure II-11, ont ensuite été analysées à l'aide de différentes sources [185, 187, 188]. Sur le matériau naturel, séché à l'air libre, les pics de diffractions visibles à 10 Å (illites), 7 Å (kaolinites), 5 Å (illites), 4,25 Å (quartz), puis 3,58 Å (kaolinites), 3,35 Å (quartz) et 1,98 Å (kaolinites) indiquent bien la présence de kaolinites, d'illites et de quartz dans la phase fine de cette terre. Sur ce diffractogramme du matériau non traité on observe aussi un léger pic à 14 Å qui pourrait correspondre à la présence de chlorites, de vermiculites ou encore de smectites. Étant donné qu'après traitement à l'éthylène glycol et thermolyse à 550°C on observe que ce léger pic à 14 Å est maintenu, on en déduit que la terre R contient très probablement une légère proportion de chlorites. Ces observations coïncident aussi avec les estimations de la CEC de la fraction argileuse de cette terre qui serait proche de la CEC théorique des illites ou des chlorites. Sur les diffractogrammes de la terre R traitée à l'éthylène glycol,

on observe bien le maintien de tous les pics observés initialement. Aussi sur les diffractogrammes de la terre R thermolysée, on constate la disparition du pic à 7 Å, typique de la kaolinite. La fraction argileuse de la terre R serait donc composée de kaolinite, de chlorite en faible quantité et d'illite.



(a) Terre S Naturel

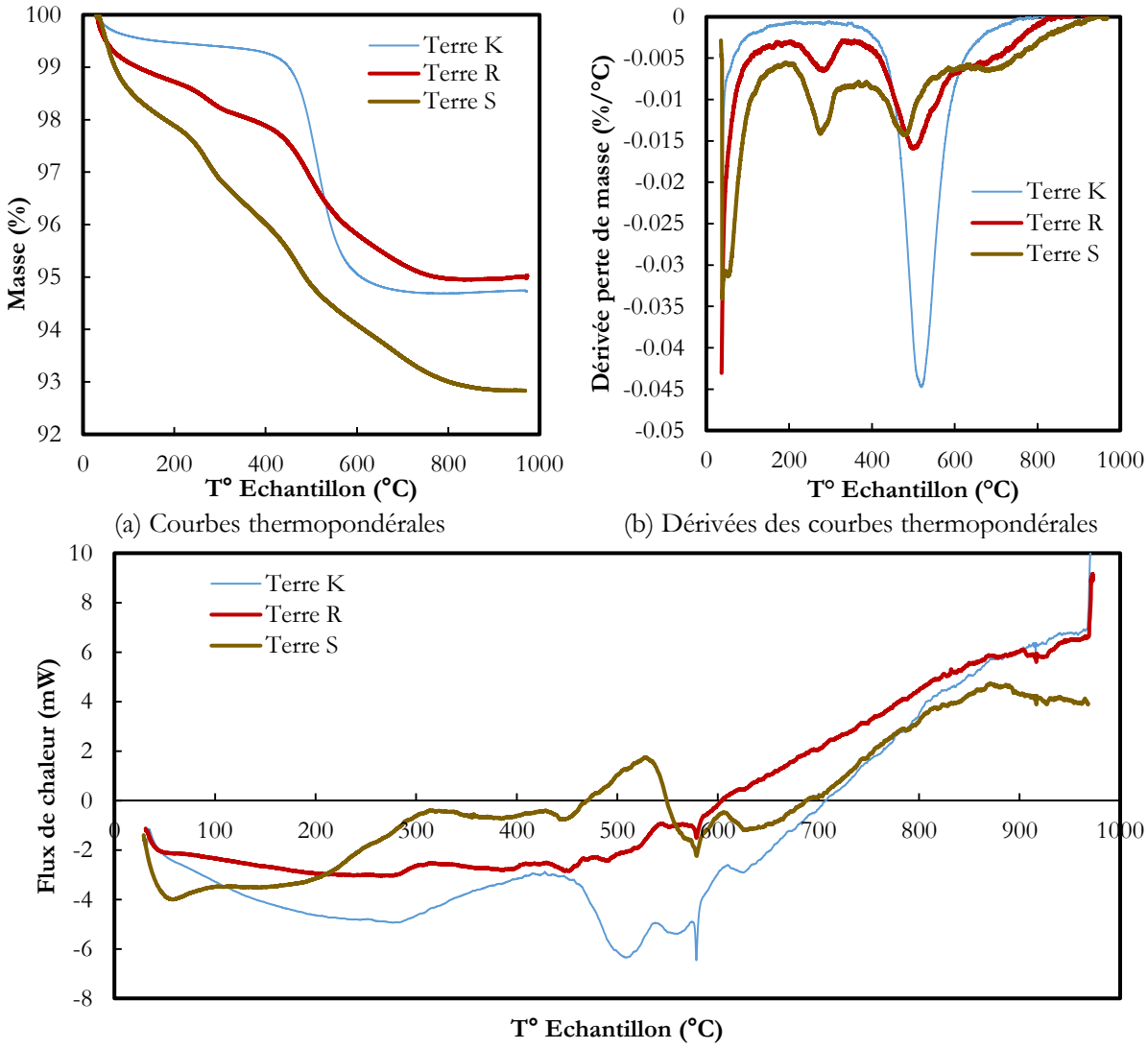


(b)Terre S traitée à l'éthylène glycol et thermolysée

Figure II-12: Diffractogrammes terre S (a) naturelle et (b) traitée à l'éthylène glycol ou thermolysée interprétés à l'aide de [185, 187, 188]

Les données des différentes analyses DRX de la terre S, visibles sur la figure II-12, ont aussi été analysées [185, 187, 188]. Sur le matériau naturel, séché à l'air libre, les pics de diffractions visibles à 10 Å (illites), 7 Å (kaolinites), 5 Å (illites), 4,25 Å (quartz), puis 3,35 Å (quartz) et 1,98 Å (kaolinites) indiquent bien la présence de kaolinites, d'illites et de quartz dans la phase fine de cette terre. Sur ce diffractogramme du matériau non traité on observe aussi un léger pic à 14 Å qui pourrait aussi bien indiquer la présence de chlorites, de vermiculites ou encore de smectites. Après traitement à l'éthylène glycol, on observe que ce

léger pic à 14 Å est maintenu, mais qu'il disparait après thermolyse à 550°C : cela pourrait être la signature de la présence de vermiculite dans cette terre S (les pics observés à 14 Å sont décalés à 10 Å après thermolyse pour la vermiculite). Ces observations pourraient aussi coïncider avec les estimations de la CEC de la fraction argileuse de cette terre S réalisée précédemment qui serait trop élevée pour ne correspondre qu'à la présence d'illites ($CEC_{Terre\ S,\ 2\mu m}$>>40 mEq/100g). Sur les diffractogrammes de la terre S traitée à l'éthylène glycol, on observe bien le maintien de tous les pics observés initialement. Aussi sur les diffractogrammes de la terre S thermolysée, on constate la disparition du pic à 7 Å, typique de la kaolinite. La fraction argileuse de la terre S serait donc composée de kaolinite, d'illite et très probablement de vermiculite (argile gonflante). Les analyses physico-chimiques complémentaires de cette terre devraient permettre de confirmer ou d'infirmer cette présence potentielle de vermiculite.



(a) Courbes thermopondérales (b) Dérivées des courbes thermopondérales

(c) Courbes thermiques différentielles

Figure II-13: ATD-TG des trois terres étudiées (a) courbes thormopondérales, (b) dérivées des courbes thermopondérales et (c) courbes thermiques différentielles

Des analyses thermogravimétriques et thermiques différentielles (ATD-TG) ont ainsi été réalisées sur les trois terres K, R et S. Elles devraient ainsi permettre de confirmer les natures des argiles en présence dans leurs fractions fines. Les études thermo pondérales et les analyses des courbes thermiques différentielles ont été réalisées à l'aide de l'ouvrage de S. Caillère et al. [189]. La figure II-13 présente les résultats obtenus par ATD-TG pour les trois terres étudiées.

La composition de la terre K étant connue (kaolinite, mica et quartz), on peut considérer que les courbes thermo-pondérales et thermiques différentielles de cette terre sont représentatives des comportements de la

kaolinite utilisée. Pour les trois terres, en s'intéressant aux courbes thermo-pondérales, on observe des pics communs de perte de masse : un en dessous de 100°C qui correspond au départ de l'eau hygroscopique et un autour de 500°C qui semble correspondre à la décomposition de la couche octaédrique des kaolinites, minéraux argileux présents dans la composition de toutes les terres testées dans cette étude. Cette perte de masse est d'ailleurs la plus importante pour la terre K dont la fraction argileuse est composée uniquement de kaolinite, ce qui peut confirmer cette hypothèse régulièrement décrite dans la littérature (importante perte de masse pour la kaolinite à partir de 425 °C [189]). Pour la terre R, on observe un pic aux alentours de 250-300°C, qui pourrait correspondre à une perte de masse des illites pour lesquelles on observe plusieurs inflexions des départs d'eau dans les gammes de températures basses en dessous de 350°C [189]. Pour la terre S une perte de masse beaucoup plus marquée est observable aux alentours de 300°C qui pourrait aussi être représentative de la présence de vermiculites pour lesquelles on observe régulièrement un départ d'eau entre 250°C et 400°C de 5% de leur masse qui représente l'eau liée aux cations, en particulier les cations Mg^{2+} échangeables [189]. De plus, pour cette terre S, on observe une perte de masse légèrement plus importante que pour les autres terres autour de 700°C, qui là aussi pourrait être la signature de la présence de vermiculites qui perdent encore 5% de leur masse entre 700°C et 900°C du fait de la déshydroxylation de la couche octaédrique. En s'intéressant de plus près aux courbes thermiques différentielles, pour la terre S, un phénomène endothermique plus important que pour les autres terres est facilement visible en dessous de 250°C, ce qui est assez typique des vermiculites. La signature de la présence de kaolinite dans les terres R et S semble aussi confirmée par le phénomène endothermique très clair, observé à 580°C pour toutes les terres. Pour la terre K on observe aussi très bien un fort crochet exothermique à 950°C typique de la kaolinite. Pour la terre R on observe aussi de forts crochets exothermiques dans ces gammes de températures, qui peuvent être liés à la présence de kaolinites et de chlorite éventuellement. Comme les terres R et S sont composées de différentes variétés de minéraux, il est assez complexe d'analyser avec certitude ces courbes thermo-pondérales et thermiques différentielles, mais les hypothèses de compositions établies lors des analyses DRX semblent tout de même être validées par ces analyses. Une analyse EDS lors d'observation au MEB pourrait permettre de mettre en valeur certains éléments chimiques typiques de certaines variétés d'argiles pour confirmer ces observations.

Le tableau II-7 présente les résultats des analyses EDS réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage sur des fragments des terres K, R et S. Pour la terre K, elle est logiquement composée des éléments O, Al et Si, typique des kaolinites. En ce qui concerne la terre R, sa composition inclue aussi des éléments K, qui peuvent correspondre aux cations interfoliaires K^+ des illites ce qui confirme encore la présence d'illites dans cette terre. La terre S contient elle aussi les éléments O, Si, Al et K, qui confirment bien qu'elle est composée en partie de kaolinites et d'illites, mais on observe aussi qu'elle présente dans sa composition les éléments Fe et Mg. Or les vermiculites classiques contiennent la plupart du temps des cations Fe^{3+}, Fe^{2+} et Mg^{2+}. Cela semble encore une fois confirmer la présence de vermiculites dans la composition de la terre S.

Element	Terre K		Terre R		Terre S	
	% Masse	% Atomique	% Masse	% Atomique	% Masse	% Atomique
O	59,6 %	71,8 %	54,5 %	68,1 %	43,4 %	60,4 %
Al	16,3 %	11,7 %	14,5 %	10,8 %	13 %	10,7 %
Si	24,1 %	16,5 %	26,2 %	18,7 %	25,9 %	20,5 %
K			4,8 %	2,4 %	4,3 %	2,5 %
Mg					1 %	1 %
Fe					12,4 %	4,9 %

Tableau II-7: Résultats des analyses EDS réalisées sur les terres K, R et S.

Concernant la terre S, des études complémentaires sont prévues pour approfondir la connaissance de sa nature minéralogique, afin de valider la présence de vermiculite dans sa fraction fine ou d'explorer la possible présence de minéraux argileux interstratifiés de type vermiculite-chlorite dans sa composition. Le tableau II-8 résume les compositions minéralogiques déterminées lors de ces travaux de thèse pour les trois terres étudiées, estimées à l'aide des analyses DRX, ATD-TG et EDS :

Terre	Composition minéralogique
Terre K	*Argiles :* Kaolinite *Autres minéraux :* Quartz, Micas
Terre R	*Argiles :* Kaolinite, Illite, Chlorite *Autres minéraux :* Quartz, Micas
Terre S	*Argiles :* Kaolinite, Illite, Vermiculite *Autres minéraux :* Quartz Micas

Tableau II-8: Compositions minéralogiques des terres K, R et S

Finalement des analyses ICP-AES ont été réalisées sur les terres R et S, afin de déterminer leurs compositions chimiques. Le tableau II-9 donne le détail des résultats de ces analyses. Ces deux terres sont composées essentiellement d'alumine et de silice. Néanmoins dans les deux cas, une proportion non négligeable d'oxydes de fer Fe_2O_3 est remarquable en quantités équivalentes. Pour la terre S on remarque aussi que la quantité d'oxyde de magnésium MgO est aussi légèrement plus importante. Pour la terre S, la présence d'atomes de fer et de magnésium, composants de la vermiculite, pourrait confirmer que cette argile entre dans sa composition. Pour la terre R, il est probable que sa forte proportion en oxydes de fer soit à l'origine de sa couleur rouge ocre.

Oxydes		SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_{3T}	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	TiO_2	P_2O_5	Total
Terre R	%	63,34	18,55	6,61	0,03	0,51	0,08	0,31	3,14	1	-	99,9
Terre S		65,02	16,26	5,64	0,04	0,84	0,17	0,65	2,89	0,94	-	99,94

Tableau II-9: Compositions chimiques des terres R et S

Fiches d'identité des terres étudiées

Toutes ces étapes de caractérisation ont permis de mettre en valeur les comportements et potentiels très variés des trois terres étudiées dans le cadre de cette thèse. Il semble que ces trois ressources seront de bons indicateurs de la variabilité locale de la ressource terre en Bretagne. La terre K sera un bon matériau pour représenter les terres à faible potentiel en tant que matériaux de construction. Au contraire la terre S, beaucoup plus sensible à l'eau, présentant des indicateurs d'activité de surface assez élevées et comprenant très probablement une argile gonflante (vermiculite) dans sa composition sera une bonne illustration des terres à fort potentiel de résistance en tant que matériaux de construction. La terre R sera quant à elle une terre intermédiaire, peu appropriée au premier abord à la mise en œuvre en tant que matériau porteur selon les méthodes vernaculaires bretonnes (cette terre n'est pas une « terre à bauge »). Les fiches d'identités de ces trois terres ont ainsi été réalisées et sont disponibles en annexe 1.

3. Détermination des formulations avec ajouts bio-sourcés testées pour chaque terre

Après avoir caractérisé correctement les trois terres étudiées, l'autre enjeu important du début de ces travaux de thèse a été de déterminer les dosages des formulations Terres/Ajouts bio-sourcés à tester. Selon les potentiels des ajouts testés les essais de primo-formulation ont été différents. Cependant une philosophie commune a été adoptée pour tous les ajouts : le dosage a été optimisé afin que l'addition en bio-polymères ou autres ajouts soit la plus faible possible.

a) Méthodologie adoptée

Comme évoqué précédemment, dans la littérature un grand nombre d'ajouts bio-sourcés ou de bio-procédés sont utilisés pour améliorer les caractéristiques du matériau terre selon des stratégies très différentes : certains ajouts vont augmenter les caractéristiques mécaniques du matériau à l'état sec, certains vont le protéger de l'eau en limitant son absorption ou son érosion, d'autres encore vont influer sur son comportement rhéologique à la mise en œuvre et certains vont même pouvoir rendre ce matériau résistant à l'immersion. Les ajouts ou procédés sélectionnés lors de ces travaux de thèse l'ont été pour ces différentes raisons. Les premiers essais permettant de déterminer les bons dosages (les plus faibles possible) pour chacun des ajouts ou procédés ont alors été réalisés selon les stratégies suivantes.

Essais préliminaires

Une pré-étude rhéologique a été menée pour les ajouts identifiés comme potentiels dispersants. Cette étude rhéologique a été menée sur la kaolinite pure composant la fraction argileuse de la terre K. Cette argile seule ou formulée avec les potentiels dispersants, a été amenée à chaque fois à une teneur en eau équivalente à sa limite de liquidité (connue, de 65,5 %). Les états de consistance ont ainsi visuellement été comparés de la sorte : pour une formulation donnée, sa consistance a été estimée plus ou moins liquide que la référence (argile seule).

L'impact de certains ajouts sur la résistance à la compression de la terre K à l'état sec (notée R_c sèche) ou ponctuellement de la terre R a été évaluée et les masses volumiques sèches des matériaux ont été mesurées. Les essais de compression ont été réalisés suivant les recommandations généralement décrites dans différentes normes comme la norme NF EN 196-1 relative à la mesure des résistances mécaniques sur les mortiers de ciment, la norme XP P 13-901 relative aux briques de terre crue ou encore la norme NF EN ISO 17892-7 relative aux essais de compression uni-axiaux sur les sols [23, 193, 194]. Tous ces essais préliminaires ont été réalisés sur des éprouvettes d'élancement 1 après séchage à l'étuve à une température inférieure à 60°C jusqu'à stabilisation en masse. Pour ces essais préliminaires des éprouvettes moulées dans des moules à mortier de ciment 40*40*160 mm^3 à base de la terre K ont été préparées et quelques éprouvettes cylindriques de diamètre 35mm à base de la terre R ont été extrudées. L'impact des ajouts bio-sourcés sur les R_c sèches et les masses volumiques sèches mesurées des matériaux étudiés a ainsi été évalué, permettant d'estimer le dosage optimal pour un ajout donné.

Pour certains ajouts, la tenue à l'immersion des terres formulées a été évaluée pendant des durées de 5 minutes. Des demi-éprouvettes moulées (40*40*80 mm^3) de formulations de la terre K ont été immergées pendant 5 minutes et leur tenue à l'eau a été notée : si l'éprouvette restait intacte après cette immersion le test était positif.

Pour certaines formulations du sol K, les R_c après immersion de 5 min ont aussi été évaluées suivant la même procédure que pour les R_c sèches. Cet indicateur a aussi permis d'estimer des dosages en ajouts nécessaires.

Pour les traitements de surface, les dosages ont été déterminés selon les recommandations des fournisseurs, ou par défaut ont été appliqués au pinceau en trois couches.

Potentiels dispersants

Les ajouts pouvant jouer un rôle de dispersant potentiel pour les fractions argileuses sont de différentes natures : tanins, acides organiques, bases minérales et sels inorganiques. Parmi ces ajouts testés, on liste les tanins de châtaigniers (tan), l'extrait de glands de chêne (OSE), l'acide citrique (Ac. Citr.), le bicarbonate de sodium ($Na\text{-}HCO_3$), le carbonate de sodium (Na_2CO_3) et l'hexametaphosphate de sodium (HMP).

Tous ces dispersants sélectionnés semblent fonctionner par répulsion électrostatique. Cependant, on peut les classer en trois groupes : les tanins, les acides/bases, et le dispersant de référence (HMP).

Pour chaque type de dispersants, différents aspects ont été étudiés. Parmi ces aspect, l'impact sur la rhéologie a été systématiquement étudié. Comme l'ajout de dispersant semble avoir un effet sur les propriétés mécaniques du matériau terre crue après mise en œuvre, mais que le nombre d'ajouts testés pouvait vite multiplier le nombre d'essais à réaliser, seulement deux des dispersants potentiels les plus prometteurs selon la littérature [25, 39, 46, 111, 114, 116, 137, 138] ont été sélectionnés à différents dosages pour étudier leur effet sur ces propriétés. Pour les influences des dispersants sur ces propriétés mécaniques après mise en œuvre c'est le dispersant de référence qui a été retenu (HMP) ainsi que les tanins de châtaigniers (tan).

Les dosages retenus, récapitulés dans le tableau II-10, l'ont été au regard de leurs effets sur les différents critères précédemment listés. Pour les études de leurs impacts sur les comportements rhéologiques des matériaux terre les tanins (tan et OSE) ont été dosés en « excès », inspirés par différentes études [137, 138], tout en limitant leur ajout pour qu'il ne soit pas supérieur à 5% de la masse sèche de la terre, afin d'être sûr d'observer un impact visible sur ces caractéristiques. Pour ces études rhéologiques, les acides et bases ont été mis en solutions à différents pH selon leurs propriétés pour faire varier le pH du milieu de 2 à 12 environ. Pour le dosage en HMP les premiers dosages retenus étaient de 0,25% de la masse de la fraction fine étudiée selon les conclusions de l'étude de Perrot et al. (2016) [116]. Pour les études des propriétés mécaniques (Résistance à la compression R_c sèche) des mélanges terres/dispersant, le dosage a été établi afin de ne pas dépasser 1% en masse sèche de la terre pour les tanins de châtaigniers en poudre. Pour cet aspect, l'ajout de HMP considéré a été le même pour toutes les terres et fixé à 0,25% de la fraction argileuse d'un point de vue granulométrique.

Ajout	Aspect étudié	Dosage
HMP	Études rhéologiques	0,25% masse sèche fraction fine
	R_c sèche	0,0425% masse sèche terre
Tan	Études rhéologiques	4% masse sèche fraction fine
	R_c sèche	0,2%, 0,4% et 0,8% masse sèche terre
OSE	Études rhéologiques	4% masse sèche fraction fine
Ac. Citr.	Études rhéologiques	Solutions pH2 et pH4
$Na\text{-}HCO_3$	Études rhéologiques	Solution pH8
Na_2CO_3	Études rhéologiques	Solutions pH10 et pH11.9

Tableau II-10: Dosages sélectionnés pour les potentiels dispersants

Les essais préliminaires ont aussi porté sur l'impact de 2 ajouts sur les R_c sèches de terres sélectionnées (soit la terre K soit la terre R).

C'est d'ailleurs le principal paramètre qui a été considéré au départ des travaux de thèse pour établir les dosages étudiés : l'impact d'ajouts sélectionnés sur la R_c sèche.

Augmentation de la résistance à l'état sec

L'impact des différents dosages en ajout sur les résistances à l'état sec et sur les masses volumiques de terres données a donc été évalué. Le tableau II-11 liste les dosages qui ont été étudiés pour cet aspect.

Ajout	Terre /procédé mis en œuvre	Dosages étudiés
Référence K	Terre K/moulée	-
Référence R	Terre R/extrusion	-
HMP	Terre K/moulée	0,0425% masse sèche terre
Tan	Terre R/ extrusion	0,2%, 0,4% et 0,8% masse sèche terre
HDL	Terre K/Moulée	0,25%, 0,5%, 1%, 2%, 4% masse sèche terre
Xan	Terre K/Moulée	0,1%, 0,25%, 0,5%, 1%, 2%, 5% masse sèche terre
Col	Terre K/Moulée	6,25 g/L eau de gâchage, instructions fournisseur
Foi/Pai	Terre K/Moulée	Terre mis en œuvre après avoir été formulée avec ces eaux de fermentations de foin ou de paille.
Cas	Terre K/Moulée	0,2%, 0,6%, 1%, 1,2% masse sèche terre
	Terre R/extrusion	0,5%, 1%, 2% Masse sèche terre
Alg	Terre K/Moulée	0,6% + étude Perrot et al. [111] 1%, 3% et 5% de la masse de la fraction argileuse, soit 0,2% 0,6 % et 1% de la masse de terre sèche
	Terre R/extrusion	1% masse sèche terre

Tableau II-11: Dosages pré-études R_c Sèche

Tenue à l'immersion de 5 minutes

Cet essai de tenue à l'immersion n'a été réalisé que pour quelques ajouts testés déjà identifiés : la gomme de xanthane et l'huile de lin qui ont les potentiels de conférer à la terre une résistance à l'immersion élevée d'après l'étude bibliographique initiale. Cette tenue à l'immersion peut être considérée comme étant un marqueur d'une bonne durabilité à l'eau de la formulation étudiée.

Obtention d'une résistance après immersion de 5 minutes

Ces essais n'ont initialement été réalisés que pour les formulations Terre K + HDL.

Autres dosages étudiés

Pour les ajouts et bio-procédés correspondant à un traitement de surface des éprouvettes, leur application s'est faite en 3 couches sur toutes les surfaces des éprouvettes pour l'huile de lin (HDL) et le vernis à base d'huiles végétales (Ver). En revanche, elle a été réalisée selon le procédé préconisé par Amonit© pour la biocalcification en surface (Biocal).

b) Résultats préliminaires

Ces essais préliminaires ont donc été réalisés et leurs résultats les plus marquants sont récapitulés dans les tableaux II-12, II-13 et II-14. Toutes les formulations en vert dans ces tableaux vont ensuite faire l'objet d'une étude plus approfondie dans la mesure ou leur effet sur au moins un des aspects identifiés est intéressant à étudier.

Terre/Procédé	Ajout	Dosage	Rhéologie
Kaolinite rhéol.	**Ref**	**-**	**Consistance réf. À W_l=65,5%**
	HMP	**0,25%**	**+++ fluide**
	Tan	**4%**	**++ fluide**
	OSE	**4%**	**+ fluide**
	Ac. Citr .	**pH4**	**+ fluide**
		pH2	**++ fluide**
	Na-HCO_3	**pH8**	**++ fluide**
	Na_2CO_3	**pH10**	**Équivalent réf.**
		pH11,9	**++ fluide**

Tableau II-12: résultats études préliminaires dosages ajouts/ rhéologie

Comme attendu, tous les ajouts identifiés comme dispersants potentiels semblent avoir un effet sur le comportement rhéologique de la kaolinite pure, mais avec des efficacités très variables. Sans surprise aux vues des études existantes et étudiées dans l'état de l'art, l'hexametaphosphate semble être le dispersant le plus efficace sur la kaolinite. Cependant les changements de pH, s'ils sont maitrisés, semblent aussi être très prometteurs pour disperser les kaolinites. Enfin les ajouts de tanins (OSE ou tan) semblent aussi assez efficaces pour modifier le comportement rhéologique de la kaolinite. Les études rhéologiques de cette thèse porteront donc sur tous ces ajouts et dosages sélectionnés, pour tous les types de terres étudiés et seront approfondies.

Pour les ajouts HMP et Tan, des études plus poussées sur les caractéristiques mécaniques des matériaux terres à l'état sec seront menées. Pour tous les ajouts dispersants avérés, les changements au niveau de la microstructure des matériaux durcis seront aussi étudiés dans la mesure du possible.

Terre/Procédé	Ajout	Dosage	R_c Sèche / masse volumique sèche	Tenue immersion 5 min	R_c immersion 5min
Terre K/moulée	**Ref**	**-**	**1,16 MPa 1951 kg/m³**	Non	Non
	HMP	**0,0425 %**	**1,9 MPa 1958 kg/m³**	Non	Non
	HDL	0,2 %	1,38 MPa 1833 kg/m3	Oui	0,38 MPa
		0,5 %	2,45 MPa 1847 kg/m3	Oui	0,91 MPa
		1 %	**2,26 MPa 1718 kg/m3**	**Oui**	**0,98 MPa**
		2 %	**2,41 MPa 1722 kg/m3**	**Oui**	**1,32 MPa**
		4 %	3,46 MPa 1887 kg/m3	Oui	2,85 MPa
		5%	5 MPa 1961 kg/m3	Oui	-
	Xan	0,1 %	3 MPa 1911 kg/m³	-	-
		0,25 %	5,07 MPa 1913 kg/m³	Oui	-
		0,5 %	**5,37 MPa 1948 kg/m³**	**Oui**	**-**
		1 %	**8,25 MPa 1901 kg/m³**	**Oui**	**-**
		2 %	5,97MPa 1788 kg/m³	Oui	-
		5 %	7,9 MPa 1801 kg/m³	Oui	-
	Col	**6,25 g/L**	**1,86 MPa 1949 kg/m³**	Non	Non
	Foi	**-**	**2,18 MPa**	Non	Non
	Pai	**-**	**2,19 MPa 1978 kg/m³**	Non	Non
	Cas	0,2 %	2,57 MPa 1970 kg/m³	Non	Non
		0,6 %	4,06 MPa 1989 kg/m³	Non	Non
		1 %	**5,57 MPa 1988 kg/m³**	Non	Non
		1,2 %	4,64 MPa 1894 kg/m³	Non	Non
	Alg	0,6 %	2,38 MPa 1932 kg/m³	Non	Non
		0,2 % [111]	2,25 MPa	Non	Non
		0,6 % [111]	5,9 MPa	Non	Non
		1% [111]	**7,1 MPa**	Non	Non

Tableau II-13: Résultats études préliminaires ajouts/ R_c sèche-immersion terre K

Terre/Procédé	Ajout	Dosage	R_c Sèche / masse volumique sèche	Tenue immersion 5 min	R_c immersion 5min
Terre R / Extrusion	**Ref**	**-**	**1,8 MPa 1793 kg/m³**	Non	Non
	HMP	**0,0425 %**	**2,03 MPa 1837 kg/m³**	Non	Non
	Tan	0,2 %	2,82 MPa 1749 kg/m³	Non	Non
		0,4 %	**3,29 MPa 1789 kg/m³**	Non	Non
		0,8 %	**2,82 MPa 1793 kg/m³**	Non	Non
	Alg	**1%**	**4,55 MPa 1780 kg/m³**	Non	Non
	Cas	0,5 %	4,68 MPa 1796 kg/m³	Non	Non
		1 %	**4,87 MPa 1754 kg/m³**	Non	Non
		2 %	1,69 MPa 1684 kg/m³	Non	Non

Tableau II-14: Résultats études préliminaires dosages ajouts/ R_c sèche pour la terre R extrudée.

Pour la plupart des ajouts, une augmentation des caractéristiques mécaniques à l'état sec est visible pour la terre K. Pour certains ajouts comme l'alginate ou la caséine dosées à 1% de la masse sèche de terre, la résistance à la compression sèche peut atteindre 5 à 7 MPa ce qui augmente considérablement les résistances des terres K et R. Cependant ces ajouts ne semblent pas renforcer très fortement la résistance à l'immersion des matériaux. Pour les ajouts de gomme xanthane dosés à 0,5 % et 1 %, l'augmentation de la résistance à la compression à l'état sec semble aussi importante, mais l'ajout de xanthane dans ces proportions semble aussi rendre le matériau résistant à l'immersion ce qui est un aspect très intéressant de cet ajout concernant la protection à l'eau du matériau terre crue. Pour l'ajout d'huile de lin dosée à 1 et 2 % on observe aussi une augmentation, moins importante, de la résistance à la compression à l'état sec et une bonne résistance à l'immersion qui permet au matériau de conserver une résistance à la compression après immersion de l'ordre de 1 MPa. Les dosages plus importants en huile de lin semblent être encore plus efficaces, mais par volonté de limiter les apports en ajouts bio-sourcés, les dosages ont été limités à 1% ou 2% de la masse sèche d'un matériau donné. Enfin les ajouts de tanins de châtaigniers semblent jouer un rôle sur une augmentation des caractéristiques mécaniques des matériaux à l'état sec, en optimisant d'une part leurs masses volumiques sèches par leur effet dispersant et d'autre part en augmentant leurs résistances à la compression à des densités données. Pour l'ajout de tanins de châtaignier (tan), ce seront les dosages de 0,4% et 0,8% de la masse sèche des terres étudiées qui seront retenus. Aussi l'ajout de HMP permet d'optimiser les masses volumiques sèches des matériaux et donc leurs résistances à la compression à l'état sec. Quoiqu'il en soit, la plupart des ajouts étudiés semblent avoir un ou plusieurs effets bénéfiques sur l'optimisation des caractéristiques rhéologiques, mécaniques et de durabilité du matériau « terre crue ».

L'impact des ajouts renforçant les propriétés du matériaux terre crue mais n'étant pas identifiés comme dispersants sur les propriétés rhéologiques des différentes terres sera aussi étudié.

Le tableau II-15 récapitule les dosages retenus par type d'ajout ou de procédé étudiés dans ces travaux de thèse.

Ajout	Dosages retenus	
	Études rhéologiques	Autres études
HMP	0,25 % fraction fine terres	0,0425 % masse sèche terre
Tan	4% fraction fine terres	0,4 % et 0,8 % masse sèche terre
HDL	2% fraction fine terres	1 %, 2 % masse sèche terre
Xan	0,5% à 2,5% fraction fine terres	0,5 %, 1 % masse sèche terre
Col	6,25 g/L eau de gâchage	6,25 g/L eau de gâchage
Foi/Pai	Eau de gâchage = foi ou pai	Eau de gâchage = foi ou pai
Cas	5% fraction fine terres	1% masse sèche terre
Alg	5% fraction fine terres	1% masse sèche terre
Ac. Citr.	Solutions pH2 et pH4	Solution pH2
Na-HCO_3	Solution pH8	
Na_2CO_3	Solutions pH10 et pH11,9	
OSE	4% fraction fine terres	0,4 % masse sèche terre
HDL Surf		3 couches appliquées en surface
Ver		3 couches appliquées en surface
Biocal		Procédé AMONIT© traitement de surface

Tableau II-15: Dosages des ajouts retenus pour les différentes études

4. Conclusions

Ainsi, après une brève présentation de la méthodologie envisagée pour sélectionner des terres locales et des ajouts bio-sourcés, cette partie a d'abord permis de réaliser des caractérisations détaillées des trois différentes terres principalement étudiées dans cette thèse et de mettre en valeur leurs comportements et potentiels très variés. Cette variété des ressources étudiées, allant d'une terre à faible potentiel en tant que matériau de construction à une terre à potentiel plus élevé présentant des caractéristiques typiques des terres à bauge, devrait permettre de réaliser une étude sur le développement la construction en terre crue en Bretagne en prenant bien en compte la variabilité locale de la ressource terre. Ces terres caractérisées par des natures minéralogiques et des distributions granulométriques assez variées devraient ainsi être un échantillon d'étude suffisamment large pour généraliser certains des potentiels résultats obtenus à une partie importante des terres excavées en Bretagne.

Aussi, dans cette partie, quelques essais préliminaires ont été réalisés afin de déterminer les proportions des différents ajouts bio-sourcés qui seront ajoutés à la formulation des différentes terres étudiées au cours de ces travaux, selon leurs différents effets observés. Ces proportions ont été déterminées pour les propriétés différentes des ajouts : certains ajouts permettent d'augmenter les caractéristiques mécaniques du matériau à l'état sec, certains le protègent de l'eau en limitant son absorption ou son érosion, d'autres encore influent sur son comportement rhéologique à la mise en œuvre et certains peuvent même rendre ce matériau résistant à l'immersion. Les proportions déterminées ont été les plus faibles possibles à chaque fois afin de limiter au maximum les modifications du matériau initial et de limiter l'impact environnemental des matériaux développés.

III. Comportement rhéologique des matériaux formulés, optimisation du matériau au mode de mise en œuvre : « Mettre en œuvre la terre porteuse »

La rhéologie est communément décrite comme étant la science de la matière en écoulement : elle étudie la déformation et l'écoulement de la matière sous les contraintes qui lui sont appliquées. La rhéologie intègre donc l'étude d'énormément de matériaux liquides ou solides et peut ainsi s'appliquer au matériau terre crue. Par exemple, sous l'effet d'un cisaillement entre deux plans (un fixe, et un mobile), un matériau va s'écouler par couches à différentes vitesses depuis une vitesse nulle pour la couche en contact avec le plan fixe et à une vitesse V pour le matériau en contact avec le plan mobile (en supposant qu'il n'y ait pas de glissement aux interfaces). Ce cisaillement est quantifié par deux grandeurs caractéristiques : une vitesse de cisaillement ou gradient de vitesse ($\dot{\gamma}$ en s^{-1}) qui correspond à la variation de la vitesse entre les couches limites, et une contrainte de cisaillement (τ en Pa) qui est induite par les forces de frottement entre les couches limites [195, 196]. Selon le matériau étudié, son comportement rhéologique va être différent et présenter des caractéristiques spécifiques. Le comportement rhéologique d'un matériau est représenté dans un rhéogramme, représentant l'évolution de la contrainte de cisaillement avec la vitesse de cisaillement. Si, pour un liquide newtonien, la relation entre contrainte et vitesse de cisaillement est proportionnelle et dépend de la viscosité du fluide, ce n'est pas le cas pour tous les liquides non-newtoniens. Certains vont avoir un comportement rhéoépaississant, d'autres un comportement rhéofluidifiant et enfin les derniers auront un comportement à seuil de contrainte représenté couramment par les modèles de Bingham ou de Herschel-Bulkley. La figure III-1 représente les rhéogrammes types de tous ces comportements rhéologiques [197].

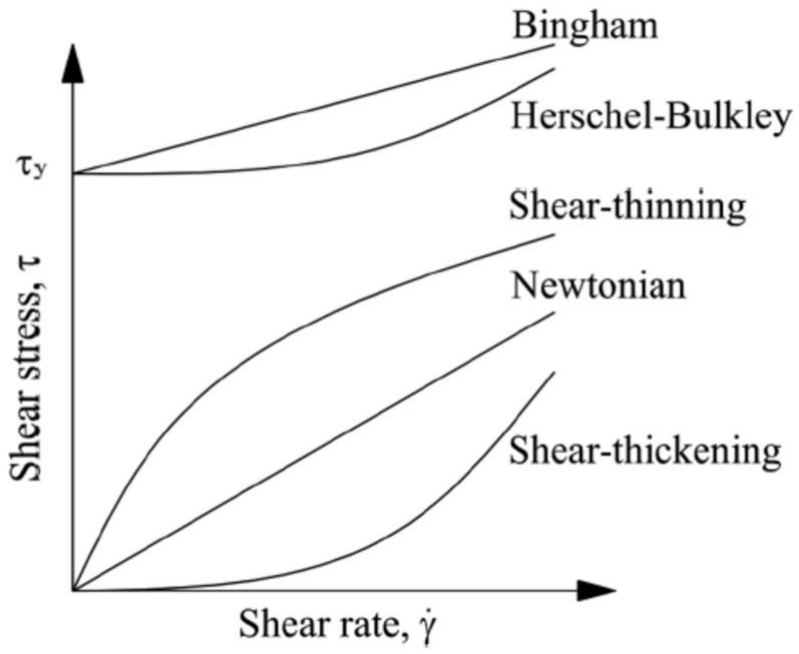


Figure III-1: Rhéogrammes : types de fluides aux comportements rhéologiques différents d'après [197]

De manière générale, tous les matériaux granulaires de construction présentent un comportement à seuil de contrainte et ne s'écoulent qu'à partir d'une contrainte de cisaillement critique appelée seuil d'écoulement. Les modèles de Bingham ($\tau = \tau_0 + \mu\dot{\gamma}$ où μ est la viscosité du matériau et τ_0 le seuil d'écoulement) et de Herschel-Bulkley ($\tau = \tau_0 + \mu\,\dot{\gamma}^n$ où μ est la viscosité du matériau, τ_0 le seuil d'écoulement et n un coefficient modélisant le comportement rhéofluidifiant ou rhéoépaississant du matériau) permettent donc de modéliser et d'étudier le comportement rhéologique des matériaux à base de terre crue à leur mise en œuvre, qui peuvent donc être considérés, dans des états plastiques ou liquides, comme des fluides à seuil ou des matériaux viscoplastiques. Il est important de noter que les variations de température et de pression peuvent aussi influencer le comportement rhéologique des matériaux en faisant évoluer notamment leur

résistance à l'écoulement, et que lors d'études rhéologiques ce sont des paramètres à prendre en compte. Dans le cas d'étude du matériau terre crue, il est donc préférable de travailler dans des gammes de température ambiante variant peu et autour de 20°C. La compréhension de ce comportement rhéologique de la terre est essentielle pour réussir à l'adapter à chaque mode de mise en œuvre envisagé et de l'optimiser pour maitriser les caractéristiques mécaniques finales du matériau de construction mis en œuvre.

Dans l'état humide, en dessous d'une teneur en eau égale à la limite de plasticité, l'étude de la mise en forme du matériau terre relèvent plus de la mécanique des poudres non saturées. Dans ce cas, les modèles rhéologiques classiques ne peuvent rendre compte du comportement du matériau. Toutefois, des outils de géotechnique classique, comme le cisaillement direct peuvent nous aider à étudier le comportement de la terre à de telles teneurs en eau.

Dans cette partie, le comportement rhéologique des différentes formulations des terres sélectionnées sera investigué afin d'optimiser leur mise en œuvre à l'aide de différents procédés. Notamment, l'influence de chacun des ajouts sélectionnés sur le comportement rhéologique de chacune des terres sera analysée pour maitriser l'état du matériau à la mise en œuvre et garantir systématiquement les caractéristiques mécaniques les plus élevées possible pour ces matériaux formulés à base de terres bretonnes.

Comme précisé précédemment, quatre modes de mise en œuvre sont étudiés et de nombreux ajouts bio-sourcés ont été sélectionnés pour leurs effets variés sur 3 terres représentant la variabilité locale de cette ressource : c'est autant de comportements rhéologiques à la mise en œuvre à appréhender dans le but de la fabrication de blocs de terre crue aux caractéristiques mécaniques maitrisées et garanties. Dans cette partie, un premier intérêt sera porté sur l'étude des différents modes de mise en œuvre étudiés et de leurs spécificités propres. Ensuite, par différentes méthodes d'études et des essais variés, l'impact des différents ajouts sur les comportements rhéologiques des trois terres sélectionnées sera évalué. Une limite sera aussi soulevée sur l'effet des dispersants sur certains types d'argiles. Puis, une tentative d'explication des modifications induites par les ajouts dispersants au niveau de la structure du matériau « terre crue » à différentes échelles sera réalisée. Finalement le lien entre ces comportements rhéologiques et les modes de mise en œuvre sera fait, afin de définir les consistances optimales pour chaque formulation et pour chaque mode de mise en œuvre.

1. Modes de mise en œuvre étudiés

Comme décrit dans l'état de l'art, quatre modes de mise en œuvre distincts de blocs de terre crue ont été étudiés : le moulage, la compaction, la vibro-compaction et l'extrusion. Ces quatre procédures de confection de blocs ont été choisies pour illustrer les différentes stratégies qui peuvent être adoptées lors de la mise en œuvre de briques de terre crue. Si la plupart des méthodes ont déjà été étudiées et peuvent parfois être déjà utilisées dans le cadre de la construction de terre crue, la vibro-compaction n'a pas encore été étudié dans le cadre de travaux de recherche. Voici un bref descriptif de ces méthodes de mise en œuvre de la terre crue et de leurs aspects spécifiques.

a) Moulage

Cette méthode de mise en œuvre de blocs de terre crue est assez proche de la technique de l'adobe [21, 26, 32]. En effet, elle consiste à mettre en œuvre à la main (par un opérateur) une terre à la consistance plastique dans un moule, sans appliquer d'effort mécanique. La teneur en eau de la terre à l'étape du moulage doit donc être suffisamment élevée pour faciliter la tâche de l'opérateur. En effet, une diminution de la teneur en eau nécessitera un effort plus conséquent de l'opérateur pour la mise en œuvre dans le moule. Selon l'opérateur qui mettra le matériau en œuvre, sa teneur en eau initiale pourra être très variable, et donc ses caractéristiques mécaniques à l'état sec seront aussi impactées et variables. Cependant, pour des teneurs en eau plus élevées, lorsque l'on se rapproche de la limite de liquidité, la technique se rapproche de celle de la terre coulée, quasi autoplaçante [39, 114]. Dans ce cas, la teneur en air occlus est limitée et les densités humide et sèche du matériau facilement reproductibles. Toutefois, la forte valeur en eau nécessaire à la méthode ne permet pas d'atteindre les caractéristiques mécaniques maximales atteignables pour une terre donnée. Cette méthode de mise en œuvre, est donc la moins complexe de ces travaux de thèse, et nécessite

peu de matériel et de moyens mécaniques. En revanche, elle mène à des variabilités de caractéristiques mécaniques des matériaux assez larges et est très opérateur-dépendante.

Dans cette étude, cette méthode est prise comme méthode traditionnelle de référence pour la confection de blocs porteurs de terre crue, afin de pouvoir comparer et évaluer l'intérêt de la mécanisation des techniques de mise en œuvre. Pour chaque sorte de sol, le mélange est préparé à une teneur en eau assez élevée (légèrement supérieure à la limite plastique du matériau sans ajout). Une fois le mélange réalisé, il est moulé dans des moules pour mortier de ciment de dimensions 40*40*160 mm^3. Au cours de cette thèse, il a été décidé de travailler avec des teneurs en eau les plus basses possibles à l'étape de mise en œuvre par moulage. Ainsi, la mise en œuvre a très régulièrement nécessité un travail de « compactage manuel » de la part de l'opérateur. Cela a permis de viser les meilleures caractéristiques mécaniques possibles pour chacune des éprouvettes moulées : la consistance à la mise en œuvre était ainsi moins plastique que celle qui est traditionnellement visée lors de la fabrication d'adobes. Une demi-éprouvette 40*40*160 moulée avec la terre S, testée en compression, est visible sur la figure III-2 (a).

b) Extrusion

Cette méthode de mise en œuvre est beaucoup plus récente et est une technique communément utilisée dans la fabrication de briques de terre cuite. Ces dernières années quelques briqueteries ont d'ailleurs commencé à extruder des briques de cloisonnement en argile, non porteuses. Il est donc probable qu'un certain savoir-faire industriel existe autour de l'extrusion de terres très fines et très argileuses [198]. Ce procédé pourrait ainsi être intéressant pour développer à grande échelle la mise en œuvre de terre plus grossières et moins argileuses, plus typiques de la construction en terre crue, formulées avec des ajouts bio-sourcés dans le but de fabriquer des blocs porteurs. L'extrusion permet de réduire la teneur en air du matériau extrudé à sa mise en œuvre afin d'en optimiser ses caractéristiques mécaniques à l'état sec tout en travaillant à des teneurs en eau relativement faibles, proches de la limite de plasticité. Plusieurs études ont d'ailleurs déjà mis en valeur l'intérêt de la mise en œuvre de mortiers argileux stabilisés au ciment par un procédé d'extrusion [101, 103, 199, 200]. Cependant la robustesse de ce mode de mise en œuvre reste assez dépendante de la variation de teneur en eau du matériau et du type de terre extrudée : en effet pour les terres peu argileuses, plus limoneuses ou sableuses, comportant de plus gros grains, les frottements de ces derniers sur les parois internes de l'extrudeuse pourraient être néfastes pour la garantie de bonnes et systématiques caractéristiques mécaniques des blocs de terre crue. D'ailleurs, dans le cas de l'extrusion de matériaux cimentaires, c'est ce phénomène de frottement qui limite son utilisation [201, 202]. Des projets récents comme le projet Cycle Terre® dans le cadre de la valorisation des déchets d'excavation du Grand Paris® envisagent d'ailleurs d'utiliser des lignes d'extrusion de terre crue pour réaliser des panneaux de doublages et des briques de cloisonnement non porteuses [33]. Un objectif de ces travaux de thèse est de mettre en valeur le potentiel de l'extrusion comme procédé de fabrication fiable et robuste de blocs porteurs en terre crue.

Dans le cadre de ces travaux, l'extrudeuse utilisée est une extrudeuse de laboratoire du type VAQRS 50 du fabricant ECT-kema. Une vis extrudeuse cylindrique de 70mm y est utilisée pour pousser le matériau à travers une filière de diamètre 35mm. Quand le matériau se trouve en sortie de filière, il est découpé en échantillons de longueur 35mm de sorte à obtenir des éprouvettes d'élancement 1. La vitesse de rotation qui est imposée à la vis extrudeuse est définie de la même manière que dans les travaux de Khelifi et al. [103] et est de 20 tr/min. Un système de vide est intégré au cylindre d'extrusion pour limiter la présence d'air dans le matériau à sa mise en œuvre et ainsi limiter la porosité du matériau extrudé. La teneur en eau du matériau à la mise en œuvre est alors légèrement plus faible que celle du matériau moulé, inférieure à la limite de plasticité du sol. Un extrudât de terre K, réalisé selon cette procédure est visible sur la figure III-2(b).

c) Compaction

Cette méthode de mise en œuvre est assez régulièrement rencontrée dans le milieu de la construction en terre crue car elle correspond à la procédure de fabrication des BTC. Comme expliqué précédemment, les BTC se sont démocratisées lors du 20ème siècle grâce au développement de presses manuelles de chantier, simples d'utilisation, et permettant la préfabrication sur site d'éléments porteurs (dans une certaine limite)

aux caractéristiques facilement maitrisables pour un matériau donné. Généralement stabilisées à la chaux ou au ciment, souvent compactées à une contrainte de 5MPa, ces briques font dernièrement l'objet d'un intérêt certain dans des projets architecturaux contemporains [203] et certaines entreprises, ou projets d'entreprises développent des chaines de production de briques compactées [33, 204]. Ici l'enjeu est de mettre en valeur cette technique de mise en œuvre par compaction de terre crue, et de justifier que son utilisation pourrait être envisagée sur une chaine de production de blocs de terre crue porteurs pour du R+3, stabilisés aux ajouts bio-sourcés, sans liants hydrauliques dans leur composition. Cette technique de mise en œuvre mécanisée, assez simple à mettre en place, devrait permettre sans difficulté d'assurer systématiquement des caractéristiques mécaniques maitrisées et optimisées pour une formulation de sol donnée.

Des échantillons cylindriques de diamètre et hauteur 70 mm ont été confectionnés par compactage dans un moule spécifiquement fabriqué pour cette étude (Voir figure III-2(c)) à l'aide d'une presse Zwick-Roell® de capacité 200 kN, sous des efforts de compaction maximaux variant entre 20 kN et 60 kN. Dans ce moule, le matériau est compacté à l'aide d'un système de compaction double-effet afin d'éviter au maximum les gradients de densité sur la hauteur de l'éprouvette. Entre les pistons et les surfaces du matériau compacté, des grilles perforées en aluminium sont placées avec des papiers filtres afin de permettre le drainage de l'eau interstitielle des deux côtés, tout en évitant une migration des plus fines particules de la terre compactée sous l'effet du gradient de pression interstitielle. La vitesse de compaction varie entre 2 mm/min et 5 mm/min (2 mm/min pour la grande majorité des éprouvettes). Pour chaque type de formulation, trois efforts de compaction maximum ont été appliqués pour confectionner des échantillons de différentes densités : 5,2 MPa, 10,4 MPa et 15,6 MPa. Le but est de mettre en valeur le fait que les variations des efforts de compaction maximums appliqués lors de la mise en œuvre des échantillons influencent leurs propriétés mécaniques à l'état sec. Dans le cas de ce mode de mise en œuvre, la teneur en eau du matériau est plus faible que celle des échantillons mis en œuvre par extrusion, bien inférieure à la limite de plasticité.

d) Vibro-compaction

Comme expliqué dans l'état de l'art, des procédures innovantes de mise en œuvre par compaction ont été étudiées et développées ces dernières années, comme par exemple l'hyper-compaction [92, 108, 109, 128, 129]. Cependant, son application industrielle reste peu aisée de par les efforts de compaction très élevés qu'il faut appliquer au matériau, ainsi qu'en raison de la longue durée que nécessite ce procédé de mise œuvre. Cependant d'autres innovations, potentiellement plus faciles à mettre en place, inspirées du processus de fabrication industrielle de blocs de béton manufacturés ou de la compaction des couches de sols à l'aide de compacteurs vibrants en géotechnique routière, sont envisageables. Un processus de vibro-compaction des blocs de terre crue, pas encore étudié dans la littérature jusqu'ici, est ainsi envisagé dans ces travaux. Il devrait permettre grâce à l'ajout de vibreurs à air comprimé sur des moules de compaction, de limiter encore plus la teneur en eau des formulations de terre mises en œuvre et ainsi de potentiellement optimiser encore plus les caractéristiques mécaniques des matériaux à l'état sec. Bien maitrisé, ce procédé de mise en œuvre devrait permettre d'assurer systématiquement des caractéristiques mécaniques suffisantes aux blocs de terre crue pour qu'ils soient porteurs pour des bâtiments en R+3. Ce procédé pourrait aussi potentiellement permettre une fabrication industrielle robuste de blocs de terre crue à grande échelle. Ce procédé sera donc étudié de près dans ces travaux de thèse et attentivement comparé à un procédé de mise en œuvre par compaction, dans le but de proposer un procédé de fabrication innovant mais relativement simple et facile d'accès pour aller vers une fabrication à grande échelle de blocs de terre crue sans liants hydrauliques ajoutés à leur composition.

La procédure suivie pour l'étude en laboratoire de cette méthode de mise en œuvre est proche de celle utilisée pour le compactage. La différence réside en la fixation de 3 vibrateurs à air comprimé sur le moule, qui vibrent durant toute la durée de la mise en œuvre (voir figure III-2(d)). L'air comprimé arrive à une pression de 7 bars. Les vibrateurs utilisés sont des vibrateurs à turbine NCT 1 de la marque Netter Vibration [205].Pour cette procédure également, trois efforts de compaction maximums seront appliqués pour confectionner des éprouvettes: 5,2 MPa, 10,4 MPa et 15,6 MPa. Le but est donc de mettre en valeur le fait que les variations des efforts de compaction maximums appliqués lors de la mise en œuvre des échantillons influencent leurs propriétés mécaniques à l'état sec mais aussi que l'ajout d'une vibration durant le procédé

permet d'atteindre des caractéristiques mécaniques plus élevées pour un effort de compaction donné. Sans surprise, le matériau à sa mise en œuvre par vibro-compaction présente la teneur en eau la plus faible.

(a)

(b)

(c)

(d)

*Figure III-2: Quatre procédés de mise en œuvre différents étudiés lors de ces travaux de thèse : (a) demi-éprouvette 40*40*160 de la terre S testée en compression, (b) terre K mise en œuvre par extrusion, (c) moule de compaction et éprouvettes des terres K, R et S compactées, (d) moule de compaction avec des vibreurs à air comprimé installés sous une presse Zwick Roell lors d'une vibro-compaction.*

2. Étude rhéologique des différentes formulations

Pour ces quatre procédés, les états rhéologiques des terres à la mise en œuvre seront très différents, et ils doivent être maitrisés. Aussi, les trois terres testées dans le cadre de cette étude présentent des caractéristiques rhéologiques très variées. Enfin, les différents ajouts utilisés dans les formulations de terres, dispersants ou non, vont induire des modifications des caractéristiques d'écoulement (comportement rhéologique, frottement interne et à la paroi) des mortiers mis en œuvre.

Il est primordial de prendre en compte tous ces aspects afin d'optimiser chaque matériau formulé à chaque procédé pour en obtenir systématiquement les meilleures caractéristiques mécaniques en service. Par le biais de différents essais de laboratoire, les comportements rhéologiques des différentes formulations des terres K, R et S ont été investigués : certains ajouts semblent être des dispersants efficaces sur ces trois terres, alors que d'autres ajouts jouent le rôle d'agents viscosants.

Aussi, les trois terres K, R et S contiennent toutes de la kaolinite dans leur fraction argileuse, et les effets des ajouts dispersants identifiés sont assez radicaux sur cette famille d'argiles. Des essais ont été menés avec ces mêmes ajouts identifiés sur une terre ne contenant pas du tout de kaolinite dans sa composition : c'est la terre N, étudiée et caractérisée précisément dans les travaux de thèse de K. A. J. Ouedraogo [87], dont la fraction argileuse est composée uniquement d'illite, de chlorite et de montmorillonite. Les influences des ajouts dispersants sur les comportements rhéologiques de cette terre N ont été mesurées et les résultats ont mis en lumière certaines limites quant à l'effet dispersants de certains ajouts préalablement identifiés comme tels.

a) Méthodes d'étude

Différentes méthodes d'études des comportements rhéologiques et des frottements internes des terres ont donc été envisagées pour caractériser l'influence des ajouts testés sur les terres sélectionnées dans le cadre de cette thèse et de comprendre les comportements des différentes terres soumises à divers modes de mise en œuvre.

Essai géotechnique : évolution des limites d'Atterberg d'une terre selon les ajouts considérés.

Comme précisé dans l'étude de Perrot et al. [116] la consistance d'un matériau comme la terre peut être caractérisée et suivie à partir de la mesure de son comportement apparent au cisaillement, et cette consistance est déterminée à l'aide de différentes méthodes selon les disciplines d'étude : les rhéologues mesurent des seuils de cisaillement apparents à de faibles vitesses de cisaillement, alors que les géotechniciens déterminent plutôt des limites entre états de consistance d'un matériau donné. Dans tous les cas, cette consistance variera toujours en fonction de la teneur en eau du matériau étudié [206]. L'étude de Perrot et al. [116] a donc mis en valeur le fait que la détermination des limites de consistances au sens géotechnique du terme pouvait être considérée pour caractériser le comportement rhéologique à faible taux de cisaillement d'un sol (seuil de cisaillement).

Dans cette étude, les méthodes de mesure des limites d'Atterberg au pénétromètre à cône et au rouleau selon la norme NF EN ISO 17892-12 [83] présentées en détails précédemment (partie II), sont utilisées pour caractériser les consistances des trois terres étudiées combinées avec différents ajouts bio-sourcés ou autres dispersants. Le but ici est d'estimer la maniabilité de chacune des formulations terre-ajout par la mesure de ses limites de plasticité (W_P) et de liquidité (W_l). Ces limites de consistance permettent ainsi de déterminer l'indice de plasticité I_p d'une formulation de terre donnée qui indique la gamme de teneurs en eau pour laquelle cette formulation a un comportement plastique. Les essais ont d'abord été menés sur de la kaolinite pure, unique constituant de la phase fine de la terre K, afin d'observer les effets des ajouts sur cette argile. Ensuite les mêmes essais sur les formulations des terres R et S tamisées à 400 µm ont été réalisées pour tenter d'observer les mêmes comportements sur ces terres prélevées sur site en Bretagne. Enfin quelques essais sur des formulations de la terre N qui ne contient pas de kaolinite contrairement aux terres bretonnes ont été réalisés avec des ajouts identifiés comme dispersants.

Il est aussi important de noter que ces essais au pénétromètre à cône peuvent permettre d'estimer des seuils de cisaillement et que le seuil de cisaillement qui correspond à la limite de liquidité est d'environ 2 kPa [40].

En fonction des évolutions de ces limites de consistance selon l'ajout considéré pour une terre, il est possible de conclure sur le comportement dispersant ou viscosant d'un ajout donné. Ces essais vont donc permettre d'appréhender l'impact des différents ajouts sur les caractéristiques rhéologiques des matériaux lors de leur mise en œuvre selon différents procédés.

Cependant, ces mesures sont déterminées à partir du frottement d'un cône de masse donnée sur un mélange de terre et d'eau de viscosité donnée. Certains ajouts pourraient modifier fortement cette viscosité du mélange et ainsi modifier la durée de pénétration (mesurée à 5 secondes d'application de la charge) et la nature du frottement à l'interface sol/cône et donc fausser les déterminations de ces limites de consistance. C'est pourquoi d'autres méthodes de détermination des comportements rhéologiques des formulations testées ont été envisagées pour s'affranchir de ces limites de mesure.

Mesures de seuils de cisaillement au rhéomètre

Des mesures rhéologiques plus classiques ont aussi été réalisées à l'aide d'un rhéomètre coaxial à géométrie vane. Pour ces essais, un rhéomètre Anton Paar MCR 702 a été utilisé. Les mesures ont été réalisées sur des mélanges terre/ajouts à une teneur en eau visée, équivalent à la limite de liquidité de la terre seule. Les mélanges ont été agités et homogénéisés à la main avant essai. Les mesures ont été effectuées à la température ambiante du laboratoire (20°C ±2°C) afin d'avoir des conditions équivalentes pour tous les essais. Pour chaque échantillon testé, une déformation constante a d'abord été appliquée à une vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$=0,01 s^{-1} pendant 400 secondes. À cette faible vitesse, les effets de la viscosité sont négligeables et la contrainte de cisaillement seuil peut être estimée à partir de la valeur maximale du couple appliqué à l'échantillon [116]. La courbe d'écoulement du mélange a ensuite été tracée dans un rhéogramme en mesurant le couple appliqué à différents paliers de vitesse de déformation variant de 5,5 s^{-1} à 0,55 s^{-1} environ. L'outil de géométrie vane utilisé, mesure 40 mm de hauteur et présente un rayon R_0 de 11 mm et le contenant cylindrique présente un rayon R_1 de 13 mm. La paroi interne du cylindre contenant a été recouverte d'une surface rugueuse afin d'empêcher le glissement du matériau à la surface du cylindre. La vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ a été calculée de la manière suivante (hypothèse d'un entrefer étroit avec un cisaillement homogène) :

$$\dot{\gamma}(s^{-1}) = \frac{\omega}{\frac{R_1}{R_0} - 1} \, avec\ \omega: vitesse\ de\ rotation\ (rad.s^{-1}) \qquad \text{(III- 6)}$$

À faible vitesse, le seuil de cisaillement a été estimé à l'aide de la formule suivante (équation III-2) :

$$\tau_0 = \frac{M}{2\pi R_0^2 \left(H + \frac{R_0}{3}\right)} \, avec\ M: couple\ maximal\ en\ N.m \qquad \text{(III- 7)}$$

Et pour la courbe d'écoulement, le calcul de la contrainte de cisaillement a été effectué selon la formule suivante (équation III-3) :

$$\tau_0 = \frac{M}{2\pi R_0^2 H} \, avec\ M: couple\ maximal\ en\ N.m \qquad \text{(III- 8)}$$

Les valeurs de cisaillement seuils à faibles vitesses et les courbes d'écoulements pour certaines formulations de terres à des teneurs en eaux fixées permettant une bonne mise en place de l'échantillon (W_l des terres seules) ont ainsi été déterminées. Cela a permis de mettre en valeur les effets dispersants ou viscosants de certains ajouts pour lesquels ce n'était pas possible à l'aide du pénétromètre à cône. Cela a aussi permis de vérifier et optimiser les dosages en HMP, dispersant reconnu comme efficace [46, 114, 116] nécessaires pour obtenir une dispersion optimale pour chaque terre « kaolinitique » étudiée.

Essais de cisaillement direct : détermination des angles de frottement interne des terres étudiées

Les trois terres bretonnes K, R et S principalement étudiées dans cette thèse présentent des distributions granulométriques très variées qui impliquent des comportements au cisaillement très différents, principalement influencés par leurs teneurs en argiles, limons ou sables. Cette distribution granulométrique des terres pourrait être un facteur d'influence sur l'efficacité de certains modes de mise en œuvre comme l'extrusion : en effet pour certains types de terres plus sableuses ou limoneuses, les particules les composant

pourraient interagir fortement avec la surface interne de l'extrudeuse et ainsi causer des frottements non négligeables à la surface des échantillons extrudés limitant l'efficacité du procédé. Ces frictions vont d'une part augmenter l'effort nécessaire à l'extrusion, et d'autre part engendrer une dégradation de la surface latérale des éprouvettes et ainsi amoindrir la qualité et les caractéristiques mécaniques des matériaux mis en œuvre. Afin de mettre en évidence ces possibles effets des grains grossiers de certaines terres, des essais de cisaillement direct ont été réalisés pour chacune des trois terres K, R et S (NF EN ISO 17892-10 [207]) à une même consistance donnée correspondant à un état « extrudable » : cet état de consistance a été fixé à un enfoncement de 5 mm au pénétromètre à cône correspondant à un état plastique satisfaisant pour l'extrusion. Certains essais ont aussi été menés sur plusieurs formulations de la terre K pour appréhender les effets de certains ajouts sur ces paramètres de cisaillement. Ces essais ont été réalisés à une vitesse de cisaillement constante de 1,5 mm/min pour six contraintes normales appliquées variant de 0 kPa à 150 kPa. Une cohésion apparente c et un angle de frottement interne ϕ de chacune des formulations testées ont ainsi été déterminés. La comparaison de ces paramètres donnera des indices complémentaires quant au comportement de certaines terres ou formulations pour certains modes de mise en œuvre.

b) Comportement rhéologique des différentes formulations des terres K, R et S : des dispersants et des viscosants

Essais géotechniques : évolution des limites d'Atterberg

Les influences de différents ajouts sur les comportements rhéologiques des trois terres bretonnes K, R et S ont donc été étudiées. C'est donc d'abord des essais au pénétromètre à cône qui ont été réalisés. Les limites de plasticité ont été déterminées pour un grand nombre de formulations de ces 3 terres combinées aux ajouts sélectionnés. Les dosages pour les ajouts testés sont les dosages précisés dans le chapitre précédent. D'abord pour la kaolinite, unique constituant de la fraction fine de la terre K, le suivi des essais au pénétromètre à cône a été réalisé. La figure III-3 montre l'évolution des enfoncements du cône en fonction de la teneur en eau pour différentes formulations kaolinite/ajouts. Cette figure ne concerne que les formulations où une diminution de la limite de liquidité a été observée. Sur la figure III-3 la limite de liquidité est matérialisée par une droite verticale tracée à l'enfoncement au cône de 20 mm.

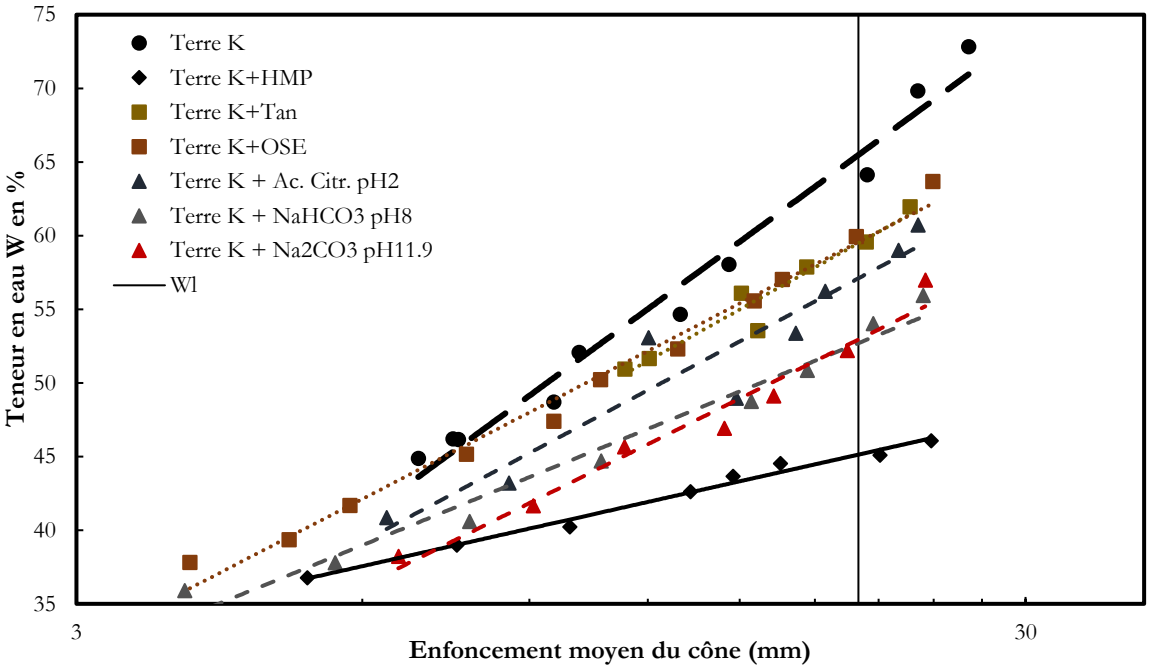


Figure III-3: Évolution de l'enfoncement au cône en fonction de la teneur en eau pour certaines formulations de la fraction fine de la terre K réduisant la limite de liquidité du mélange.

Les premières observations permettent de justifier qu'une diminution de la limite de liquidité de la kaolinite est envisageable grâce à sa formulation avec des ajouts pouvant être définis comme « dispersants ». D'abord

le HMP dosé à 0,25% de la masse sèche de terre, comme observé précédemment dans la littérature [46, 114, 116], joue bien le rôle de dispersant et diminue très fortement la limite de liquidité du mélange étudié. Aussi les ajouts de la famille des tanins (Tan et OSE) ont des effets très similaires et diminuent cette limite de liquidité, mais dans une moindre mesure. Enfin, les changements de pH de la solution à l'aide d'acide citrique, de bicarbonate de sodium et de carbonate de sodium ont aussi un effet dispersant intéressant et diminuent ces limites de liquidités. Les ajouts d'hexamétaphosphate ou de tanins ainsi que le changement de pH du milieu semblent donc bien jouer le rôle de dispersants pour les argiles de la terre K. D'autres ajouts au contraire semblent jouer le rôle de viscosants pour cette terre étudiée comme la caséine (cas) et la colle végétale (col). Enfin des ajouts comme les alginates, et les eaux fermentées de fibres végétales (Foi et Pai) ne semblent pas avoir d'effet sur la rhéologie du matériau terre K. Ces résultats sont visibles sur la figure III-4. Il semble aussi que les ajouts ont une influence importante sur les enfoncements au cône dans les gammes élevées de teneurs en eau. En effet pour les teneurs en eau assez faibles (< 40%) il n'y a pas de grandes différences de consistances pour toutes les formulations testées, que les ajouts soient dispersants ou viscosants. L'effet des dispersants ou viscosants est visible pour les valeurs plus élevées de teneurs en eau et d'enfoncement de cône, comme Perrot et al. [116] l'ont montré. Ainsi, proche d'une concentration volumique critique, dite de « packing », l'encombrement granulaire est tel que l'effet des dispersants sur la réorganisation microstructurelle du matériau semble limité.

Ces essais ont aussi été réalisés pour les ajouts d'huile de lin (HDL) et de gomme xanthane (Xan) au mélange, mais les résultats obtenus au pénétromètre à cône ne semblaient pas cohérents. En effet les matériaux ne semblant pas avoir atteint une consistance « liquide » (au sens géotechnique des limites d'Atterberg), que l'enfoncement au cône dépassait 20 mm, seuil qui est sensé marquer le passage de la limite de liquidité (W_l). Cette incohérence est probablement dû au fort changement de l'élasticité et de la viscosité de la pâte étudiée suite à ces ajouts. La nature des frottements à l'interface terre/cône a trop évoluée pour que les résultats obtenus soient comparables à ceux des autres formulations. Cela semble être une première limite de cette méthode d'estimation des caractéristiques rhéologiques des formulations étudiées. Pour certains ajouts, la méthode du pénétromètre à cône n'est pas très appropriée car elle donne des résultats incorrects, peu en phase avec l'observation. C'est pourquoi certains essais complémentaires, comme les essais au rhéomètre vont être nécessaires pour observer la réelle influence de la gomme xanthane ou de l'huile de lin sur la rhéologie des terres étudiées.

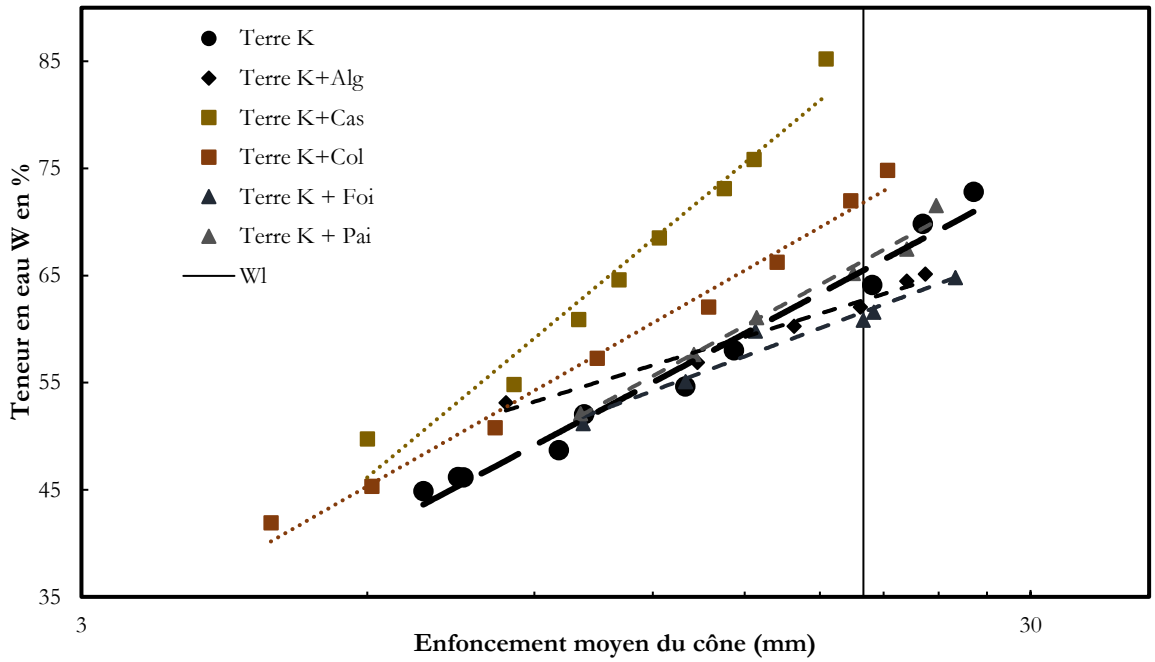


Figure III-4 : Évolution de l'enfoncement au cône en fonction de la teneur en eau pour certaines formulations de la fraction fine de la terre K augmentant la limite de liquidité du mélange ou ne la faisant pas évoluer.

Les mêmes essais au cône ont été réalisés sur les fractions fines des terres R et S tamisées à 400 µm et les mêmes tendances ont globalement été constatées. Le tableau III-1 récapitule toutes les valeurs de W_p, W_l et I_p obtenues pour toutes les formulations de ces trois terres testées. Les ajouts se comportant comme des dispersants y-sont notés en vert (les limites de liquidité et de plasticité sont réduites) alors que les ajouts se comportant comme des agents viscosants y-sont notés en rouge (les limites de liquidité et de plasticité sont augmentées). Les limites d'Atterberg obtenues pour chaque formulation sont alors comparées aux limites d'Atterberg des terres seules. Les valeurs obtenues pour la gomme xanthane et l'huile de lin y sont notées en italique, car elles ne sont pas à considérer comme étant très fiables : les limites mesurées ne sont pas du tout cohérentes avec l'état apparent des mélanges testés, leur impact sur la rhéologie des matériaux testés sera évalué de manière plus fiable à l'aide du rhéomètre coaxial à géométrie vane.

Les figures III-5 et III-6 mettent en valeur de manière plus claire les évolutions des limites de liquidité W_l et de plasticité W_p que les différents ajouts ou procédés induisent. C'est par l'analyse de ces figures que les effets dispersants ou viscosants des ajouts/procédés testés seront justifiés.

Des combinaisons ajout de tanins/changement de pH ont aussi été étudiées pour la terre K, afin d'observer si un effet combiné de ces procédés pouvait agir de façon plus efficace pour disperser les argiles. Il s'est avéré que l'effet dispersant n'a pas été plus fort que pour les ajouts testés de manière indépendante (tableau III-1).

Formulation	Terre K			Terre R			Terre S		
	W_p (%)	W_l (%)	I_p	W_p (%)	W_l (%)	I_p	W_p (%)	W_l (%)	I_p
Terre seule	31,3	65,5	34,2	21,8	36,5	14,7	29,7	46,2	16,4
HMP (0,25%)	27,5	45,1	17,7	18,1	22,2	4,1	21,7	33,3	11,5
Tan	30,3	59,5	29,2	15,5	27,8	12,2	23,9	38,1	14,1
OSE	30,2	59,6	29,4	23,5	32,7	9,2	26,9	45,2	18,2
Ac. Citr. pH2	25,8	57,1	31,3	16,7	30,3	13,6	21,9	42,3	20,4
Ac. Citr. pH4	29,8	60,3	30,5	18,0	34,7	16,7	23,6	45,7	22,2
$NaHCO_3$ pH 8	29,4	52,7	23,3						
Na_2CO_3 pH10	29,1	64,7	35,7						
Na_2CO_3pH 11,9	26,6	52,9	26,3						
Col	32,5	71,8	39,4	21,3	40,3	19,0	30,2	54,5	24,3
Alg	33,5	62,7	29,2	24,3	36,4	12,2	28,7	51,6	22,9
Cas	34,4	84,7	50,3	31,3	54,5	23,2	34,1	60,6	26,5
Pai	32,4	66,4	34,0	23,0	36,4	13,3	27,9	46,1	18,1
Foi	33,6	61,6	28,0	22,6	35,4	12,8	26,5	45,0	18,5
Xan	*30,0*	*54,4*	*24,4*						
HDL	*30,8*	*53,8*	*23,0*	*18,1*	*27,6*	*9,4*	*23,7*	*35,2*	*11,5*
Tan + Ac. Citr. pH2		56,6							
Tan + $NaHCO_3$ pH 8		61,3							
Tan + Na_2CO_3 pH10		58,0							
Tan + Na_2CO_3 pH 11,9		58,2							

Tableau III-1: Récapitulatif des limites de consistance mesurées pour différentes formulations des terres K, R et S.

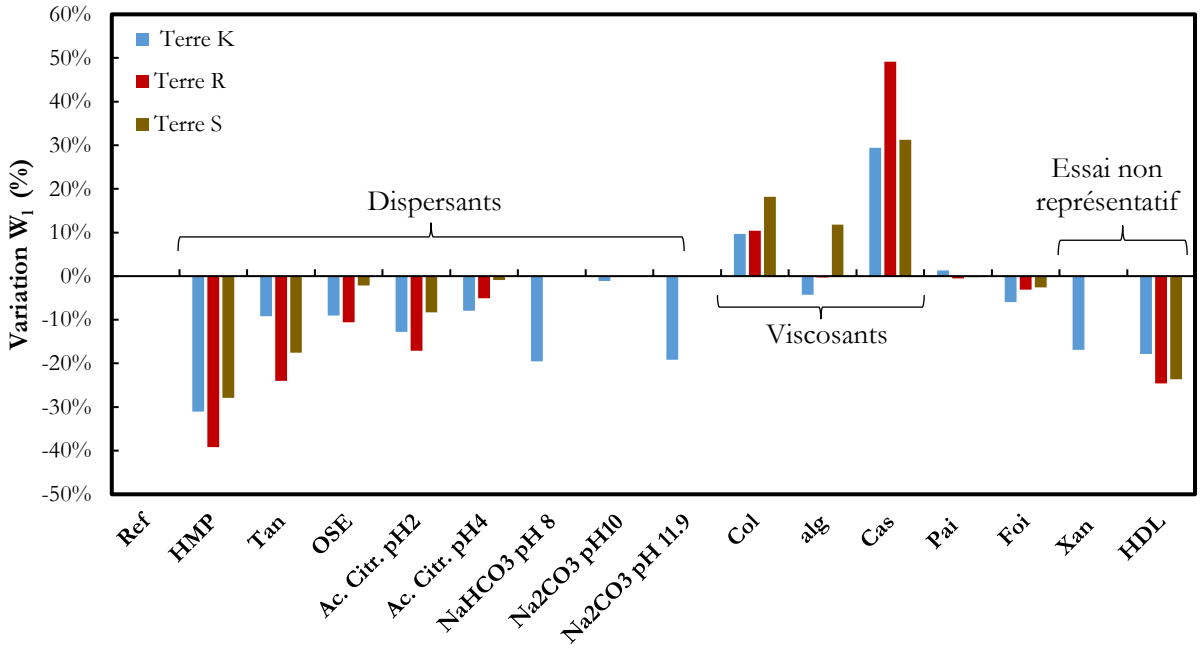


Figure III-5: Évolution des limites de liquidité W_l des trois terres K, R et S selon leur formulation

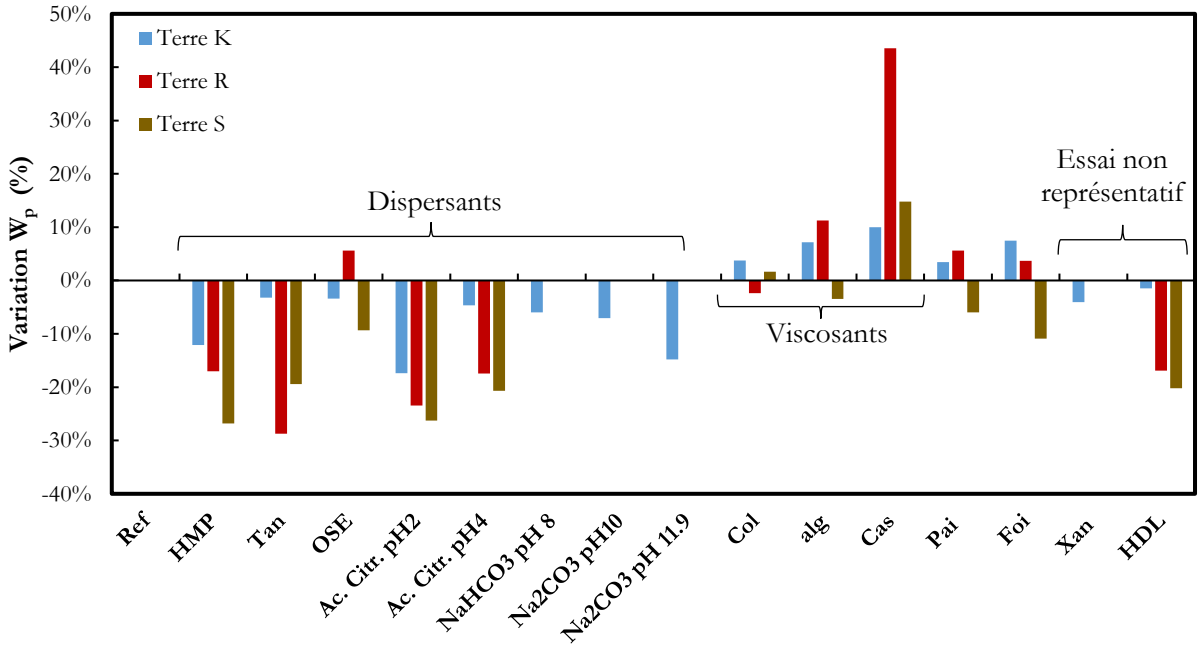


Figure III-6: Évolution des limites de plasticité W_p des trois terres K, R et S selon leur formulation

Sur les figures III-5 et III-6, les différents effets des ajouts sur la consistance des terres sont plus clairement mis en valeur. Les variations des limites de liquidité et de plasticité par rapport aux limites de référence des terres seules ont été calculées de la manière suivante :

$$\Delta W\ (\%) = \frac{W_i - W_{ref}}{W_{ref}} \qquad \text{(III- 9)}$$

Quand pour un ajout donné, les variations sont généralement négatives pour les trois terres, il est considéré comme étant dispersant. Si pour un ajout, ces variations sont positives pour les trois terres, il est considéré comme viscosant.

Quand du HMP est ajouté à un dosage de 0,25% de la masse de terre sèche, aux formulations des différentes terres K, R et S un fort effet dispersant est systématiquement observé. En effet les limites de liquidités W_l des trois terres considérées sont diminuées de 28% à 39% quand les limites de plasticité sont diminuées de 12% à 27% selon les types de terres considérés. Cet ajout est le dispersant semblant être le plus efficace et il permet de diminuer très fortement la teneur en eau du matériau nécessaire pour atteindre un état rhéologique comme cela a été souligné régulièrement dans la littérature [38, 39, 46, 114, 116].

Pour les ajouts tanniques, Tan et OSE, un effet dispersant est aussi observé quasi systématiquement. Les tanins de châtaigniers semblent être les plus efficaces et permettent de réduire les limites de liquidité de 9% à 24% et les limites de plasticité de 3% à 29% selon les terres étudiées. Pour l'OSE l'effet dispersant est moindre mais observable, ce qui confirme les observations réalisées dans la littérature sur des bentonites [137]. Les effets de tanins de châtaigniers en tant que dispersants pour les argiles sont plus marqués encore et ces observations confirment ce que certaines études avaient déjà mis en valeur [25, 112]. Les effets des différents tanins étudiés sont tout de même moins marqués que ceux du HMP.

Enfin, les variations de pH imposées aux terres testées à l'aide d'acide citrique (Ac. Citr.), de carbonate de sodium (Na_2CO_3) et de bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) semblent aussi avoir des effets dispersants notables. En effet pour les mélanges terre/acide citrique pH2 des réductions des limites de liquidité de 8% à 17% et des limites de plasticité de 17% à 26% sont observées. Pour les mélanges terre K/ $NaHCO_3$ pH8 et Terre K/Na_2CO_3 pH11,9, les limites de liquidité sont diminuées d'environ 19% et les limites de plasticité de 6% à 15%. Selon les valeurs de pH 2, 4, 8 10 et 11,9 l'effet dispersant est plus ou moins grand, mais il est presque toujours observable pour les 3 terres. Les solutions à pH2, pH8 et pH11,9 semblent être les plus efficaces en termes de réduction des limites de liquidité et de plasticité.

A l'inverse certains ajouts semblent jouer le rôle de viscosants pour les trois terres K, R et S étudiées. En effet ces ajouts semblent systématiquement induire une augmentation des valeurs des limites d'Atterberg mesurées. Autrement dit, lorsqu'une terre est formulée avec un de ces ajouts, pour atteindre une consistance visée la teneur en eau du mélange devra être plus élevée. C'est ici le cas pour les ajouts d'alginates (Alg), de caséine (Cas) et de colle végétale (Col) aux différentes formulations de terre. L'ajout de caséine aux formulations induit une augmentation des limites de liquidité (de 30% à 50%), et de plasticité (de 10% à 44% selon les terres étudiées). L'ajout d'alginate peut induire une augmentation de 11% à 12% de la limite de liquidité et de 11% de la limite de plasticité pour certaines terres étudiées. Enfin l'ajout de colle végétale à la formulation induit une augmentation des limites de liquidité de 10% à 18% et influe peu sur les limites de plasticité pour les trois terres K, R et S.

Aussi pour les formulations avec les eaux fermentées de fibres végétales (Pai ou Foi), il est difficile de conclure sur leur effet viscosant ou dispersant. Les variations des paramètres géotechniques observées ne sont pas significatives.

Enfin pour les ajouts d'huile de lin (HDL) et de gomme xanthane (Xan) aux formulations, les valeurs de limites de plasticité et de liquidité mesurées semblent peu fiables. En effet leurs consistances restant plastiques, les enfoncements au cône indiquent quand même des valeurs correspondant théoriquement à un état « liquide » au sens géotechnique du terme. Les valeurs obtenues indiqueraient que ces ajouts joueraient le rôle de dispersants alors que l'aspect des mélanges observés tendrait plutôt à conclure que ces ajouts sont des viscosants. La mesure effectuée ne tient pas compte du changement d'élasticité et de viscosité de ces matériaux. Avec l'huile de lin, le matériau semble moins visqueux et cohésif. Une autre explication possible est que les ajouts d'huile de lin ou de gomme xanthane changent la viscosité du liquide de gâchage (ici l'eau) et font évoluer la nature des frottements à l'interface terre/cône ce qui facilite la pénétration du cône dans un mélange à consistance donnée. Les essais complémentaires au rhéomètre coaxial devraient permettre de s'affranchir de ces biais liés notamment au frottement et ainsi justifier le fait que ces ajouts sont bien des viscosants.

Essais au rhéomètre : impacts de l'huile de lin et de la gomme xanthane, dosages en HMP

Des essais au rhéomètre ont donc été menés afin de mettre en valeur les effets viscosants de l'huile de lin et de la gomme xanthane. Les terres étudiées sont encore les fractions fines des terres K, R et S : la kaolinite pure, unique constituant de la fraction fine de la terre K, et les terres R et S tamisées à 400 µm. Les essais ont été menés sur des formulations de terres à teneurs en eau visée équivalentes aux limites de liquidité de chaque terre (W_l=65,5% pour la kaolinite de la terre K, W_l=36,5% pour la terre R et W_l=46,2% pour la terre S) et plusieurs paramètres ont été établis. D'abord le seuil de cisaillement à faible vitesse $\dot{\gamma}$=0,01 s^{-1} noté $\tau(0{,}01s^{-1})$ a été déterminé : si cette valeur est positive le matériau étudié est un fluide à seuil, si ce seuil est nul son comportement peut presque être assimilé à celui d'un fluide newtonien. Cette mesure s'apparente à la mesure du seuil de cisaillement dit statique des matériaux à seuil [208] . Si un ajout donné, à cette teneur en eau donnée, augmente ce seuil de cisaillement mesuré, cet ajout peut être considéré comme viscosant. Si cet ajout permet de diminuer le seuil de cisaillement, il peut être considéré comme dispersant. La figure III-7 présente les essais de mesure des seuils de cisaillements à vitesse constante faible obtenus pour la terre K seule, la terre K formulée avec les ajouts Xan(0,5%) et HDL(2%). L'ajout de HMP à 0,25% à ces des formulations (Xan et HDL) a aussi été étudié.

On peut noter que l'ajout d'additions réduit aussi la déformation nécessaire à la mise en écoulement du matériau. C'est encore plus marqué pour l'ajout d'huile de lin.

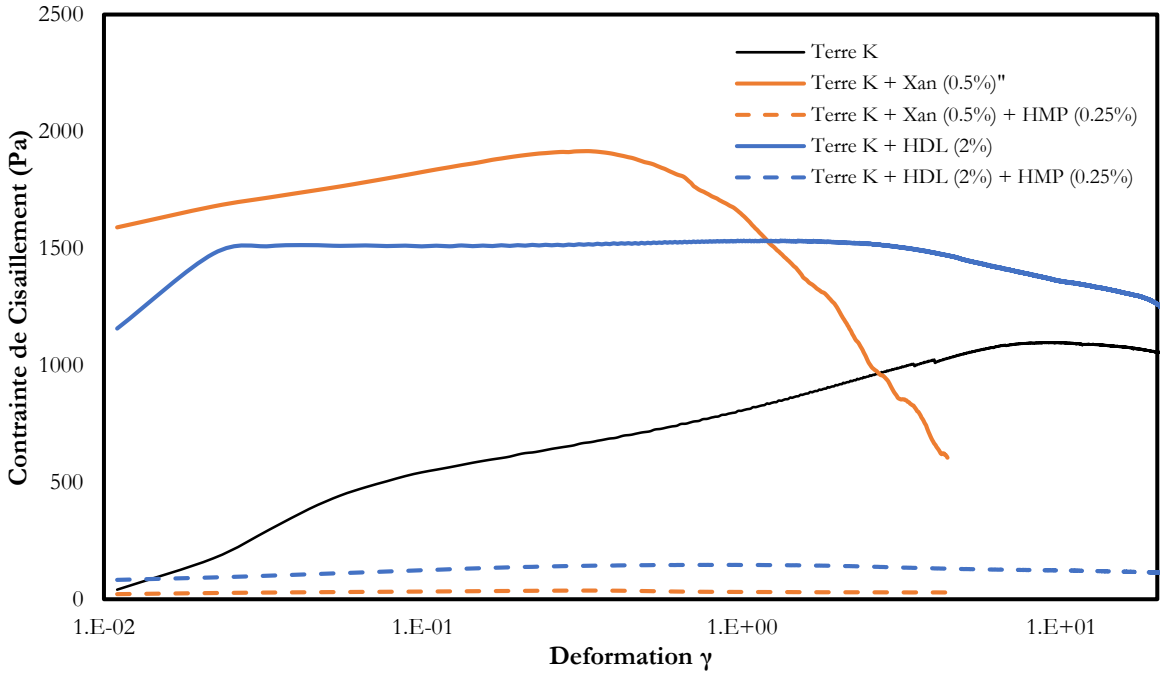


Figure III-7: Évolution des contraintes de cisaillement à faible vitesse (0,01 s^{-1}) pour plusieurs formulations de la terre K mise en œuvre à une teneur en eau visée correspondant à sa limite de liquidité naturelle

Sur cette figure, il est assez clair que les ajouts de gomme xanthane (0,5%) et d'huile de lin (2%) induisent une augmentation des seuils de cisaillement à faible vitesse de la terre K : ces ajouts semblent donc se comporter comme des viscosants et cela permet de confirmer l'hypothèse précédemment faite. Aussi l'ajout de HMP aux formulations avec Xan et HDL permet « d'effacer » cet effet viscosant et de disperser fortement les argiles : les seuils de cisaillement sont fortement diminués. Par exemple, pour la formulation Terre K+Xan(0,5%)+HMP(0,25%) le seuil est très faible (inférieur à 40 Pa). À ces niveaux de seuils de cisaillement, le matériau devient quasiment auto-plaçant.

Ensuite, lorsque l'état rhéologique du mélange le permettait, les courbes d'écoulement (rhéogrammes) des formulations ont été tracées et deux autre paramètres ont pu être déterminés : le seuil d'écoulement dynamique noté τ_0 (Pa), ordonnée à l'origine d'un rhéogramme donné et la viscosité apparente µ (Pa.s) coefficient directeur de la droite représentant l'écoulement d'un fluide Binghamien [208]. La variation de

ces caractéristiques est aussi une bonne information sur l'influence des ajouts sur le comportement d'une terre donnée. Plus ces deux paramètres seront faibles, plus le comportement du mélange étudié se rapprochera du comportement d'un fluide newtonien à faible viscosité ; plus ce matériau sera « liquide », ses particules en suspension étant dispersées. Au contraire, de la même manière que pour le seuil de cisaillement à faible vitesse, une augmentation de ces valeurs suite à un ajout à la formulation d'une terre donnée illustre le caractère « viscosant » ou « épaississant » de cet ajout. Pour certaines formulations cependant, il est difficile d'obtenir ces courbes d'écoulement, les terres à ces teneurs en eau (proches des W_l) étant encore trop consistantes et ne se reconfigurant pas après un premier cisaillement (l'outil vane découpe un cylindre de matériau qui frotte avec le matériau présent dans l'entrefer). La figure III-8 présente quelques courbes d'écoulement obtenues pour la terre K formulée avec Xan(0,5%), HDL(2%) et HMP(0,25%). La courbe d'écoulement pour la terre K seule n'a initialement pas été obtenue, il faudrait réaliser une nouvelle fois cet essai afin d'obtenir une référence.

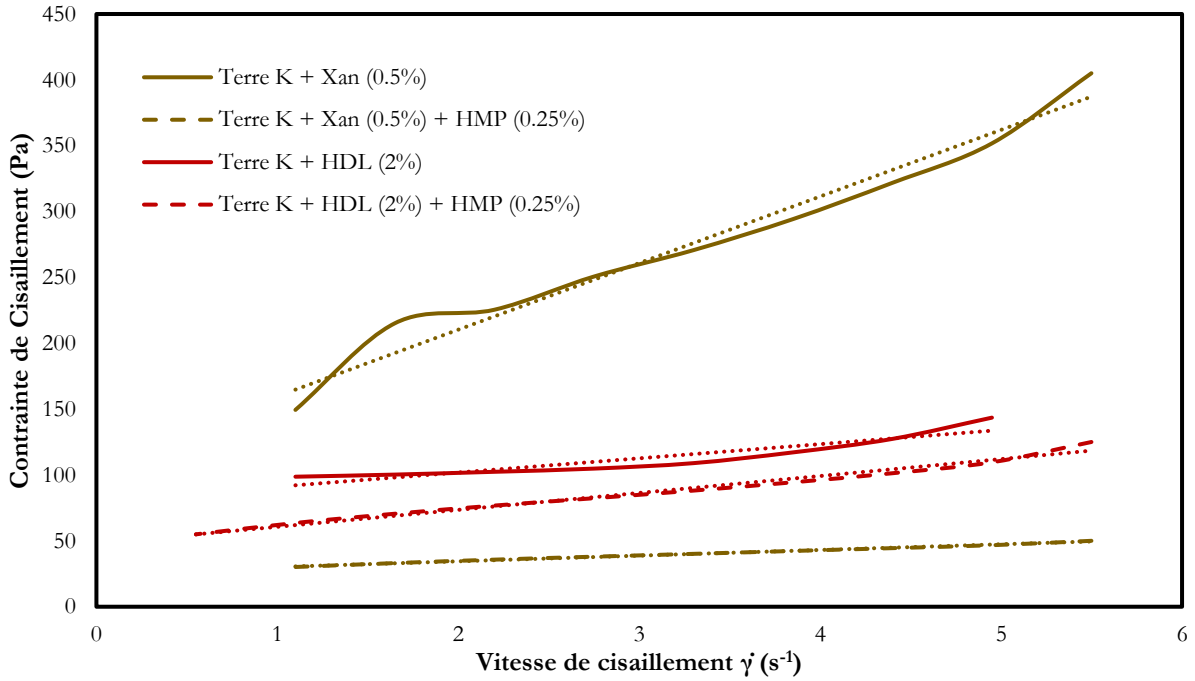


Figure III-8: Rhéogrammes de plusieurs formulations de la terre K mise en œuvre à une teneur en eau visée correspondant à sa limite de liquidité naturelle

L'étude de ces courbes, illustre surtout le fait que l'ajout de HMP à hauteur de 0,25% de la masse sèche des argiles permet d'annuler les effets viscosants de l'huile de lin et de la gomme xanthane, dispersant ainsi de manière très efficace les particules de la terre. En effet pour ces formulations l'ajout de HMP permet de diminuer fortement les valeurs du seuil d'écoulement τ_0 et de la viscosité apparente μ.

Pour les fractions fines des terres R et S cette étude a aussi été menée. Comme précédemment les variations des valeurs mesurées en fonction des valeurs de référence ont été calculées dans la mesure du possible. Les variations de seuils de cisaillement τ ou de viscosité apparente μ ont été calculées de la façon suivante :

$$\Delta\tau\ (\%) = \frac{\tau_i - \tau_{ref}}{\tau_{ref}} \text{ et } \Delta\mu\ (\%) = \frac{\mu_i - \mu_{ref}}{\mu_{ref}} \qquad \text{(III- 10)}$$

Comme précédemment certaines courbes d'écoulement n'ont pas pu être obtenues. C'est pourquoi, pour mettre en valeur les effets viscosants des ajouts d'huile de lin et de gomme xanthane, ainsi que la suppression de ces effets et la dispersion des mélanges par l'ajout de HMP, seule l'étude des variations des seuils de cisaillement à faible vitesse $\tau(0{,}01 s^{-1})$ sera réalisée. Cette étude est présentée dans la figure III-9. Ces résultats mettent nettement en évidence les caractères viscosants des ajouts HDL et Xan pour les trois types de terre étudiés et comment l'ajout de HMP dans la formulation permet d'empêcher ces effets viscosants dans tous les cas. Les mélanges de terres combinées avec seulement les ajouts Xan(0,5%) ou HDL(2%) présentent à

presque chaque fois une forte augmentation de leurs seuils de cisaillement mesurés à faible vitesse par rapport aux mélanges références. En effet l'ajout de gomme xanthane aux formulations induit une augmentation de 75% à 400% des seuils mesurés. Pour l'ajout d'huile de lin cette augmentation semble plus faible, de 40% à 50% quand elle est visible. Au contraire les mêmes formulations auxquelles du HMP a été ajouté présentent systématiquement une très forte diminution de ces seuils de cisaillement. Ceci est particulièrement flagrant pour les formulations Terre+HDL+HMP où le mélange se comporte presque comme un fluide newtonien : comparés à la référence les seuils mesurés diminuent de 87% à 100%. Pour les formulations Terre+HMP+Xan ces diminutions sont comprises entre 76% et 97% : les mélanges présentent de très faibles seuils et sont beaucoup plus liquides.

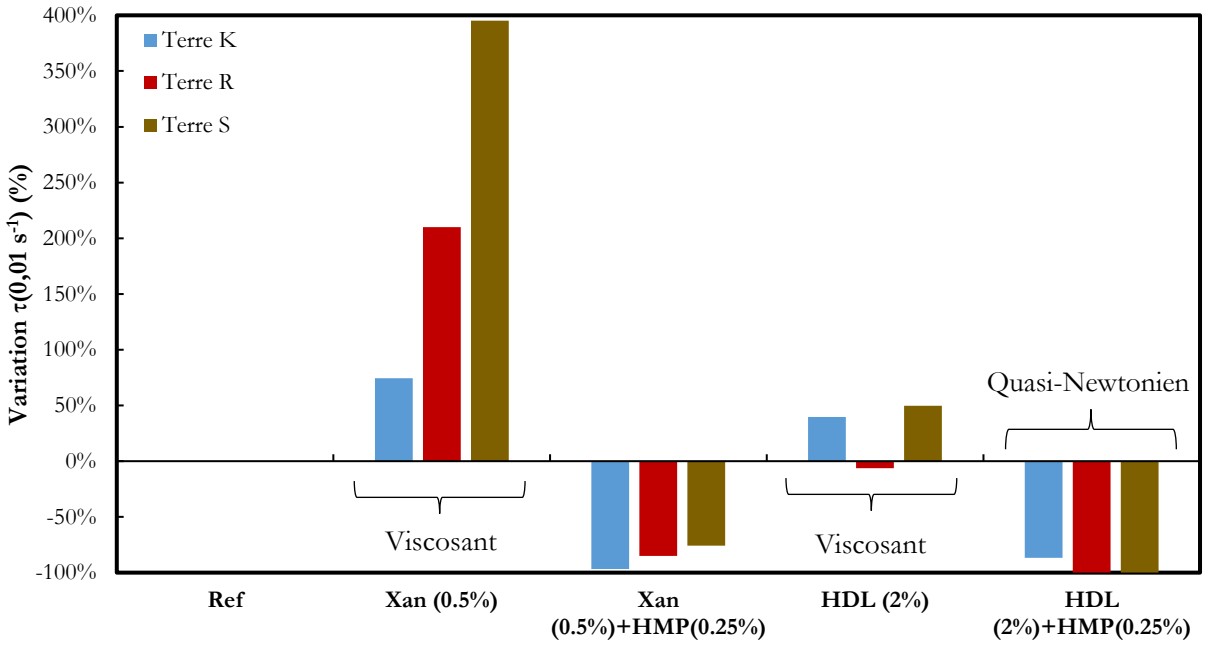


Figure III-9: Variations des taux de cisaillement à vitesse constante mesurés pour les terres K, R et S formulées avec les ajouts Xan(0,5%), HDL(2%) et HMP(0,25%) à une teneur en eau visée correspondant à la limite de liquidité naturelle des terres étudiées

Ces mêmes essais au rhéomètre coaxial ont été menés sur les fractions fines des terres K, R et S afin de déterminer les dosages optimums en Sodium-hexametaphosphate (HMP) nécessaires afin d'obtenir la dispersion la plus efficace des particules fines de ces terres de la même manière que dans les travaux de Perrot et al. (2016) [116]. Les essais ont été menées sur de la kaolinite pure pour la terre K et sur les matériaux tamisés à 400 µm pour les terres R et S à des teneurs en eau visées correspondants aux valeurs des limites de liquidité naturelles des terres. La figure III-10 illustre l'évolution du seuil de cisaillement à faible vitesse $\tau(0{,}01 s^{-1})$, et des courbes d'écoulement de la fraction fine de la terre K en fonction du dosage en HMP.

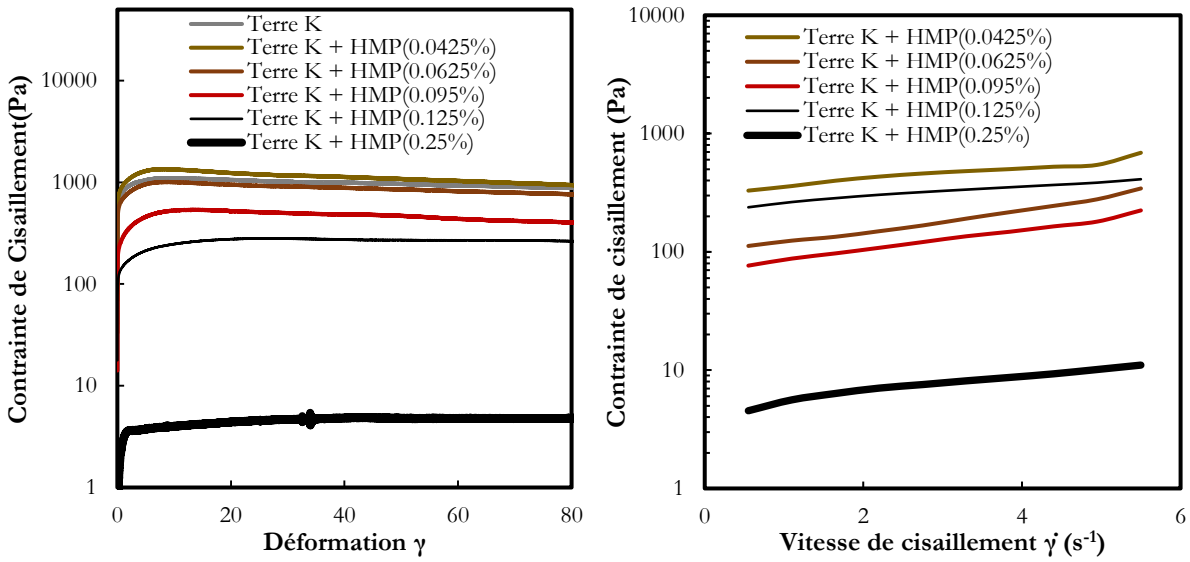


Figure III-10: Évolution du seuil de cisaillement à faible vitesse $\tau(0{,}01s^{-1})$ et des courbes d'écoulement de de plusieurs formulations la fraction fine de la terre K en fonction du dosage en HMP à une teneur en eau visée correspondant à sa limite de liquidité naturelle

Pour ces formulations de la fraction fine de la terre K il apparait qu'un dosage équivalent à 0,25% de sa masse sèche est suffisant pour disperser efficacement les particules argileuses et diviser par cent les différents seuils de cisaillement mesurés en limitant fortement sa viscosité. Efficacement dispersée à une teneur en eau proche de sa limite de liquidité, cette argile présente des caractéristiques proches de celles d'un fluide newtonien (τ_0 proche de 0, μ limitée). Ce dosage de 0,25% avait déjà été déterminé pour cette argile lors de l'étude de Perrot et al. (2016)[116]. Au-delà de ce dosage, le HMP reste efficace mais son effet est moins marqué. Comme la terre K est composée de seulement 17% de cette argile, le dosage de HMP retenu pour disperser la terre K complète mise en œuvre dans certaines conditions est ainsi de 0,0425% (17%*0,25%) de la masse totale de terre sèche. Pour les terres R et S ce dosage a aussi été retenu pour leur mise en œuvre en laboratoire, permettant aussi une dispersion efficace. Cependant un dosage plus adapté aurait pu permettre une dispersion encore plus efficace.

En effet ces mêmes études ont été réalisées pour les terres R et S, et les variations du seuil de cisaillement à faible vitesse $\tau(0{,}01s^{-1})$, du seuil d'écoulement τ_0 et de la viscosité apparente μ ont été calculées selon les formules présentées précédemment (équation III-5). Les figures III-11 et III-12 présentent ces variations en fonction des différents dosages en HMP retenus pour les trois terres étudiées. Il est important de noter que pour les terres R et S les fractions fines étudiés sont les terres tamisées à 400 µm, représentant respectivement 76% et 88% en proportion massique des terres étudiées. Pour la terre K il est aussi important de noter que la courbe d'écoulement du matériau de référence n'a pas été obtenue, les variations de τ_0 et de μ sont donc estimées par rapport à la formulation Terre K + HMP (0,0425%).

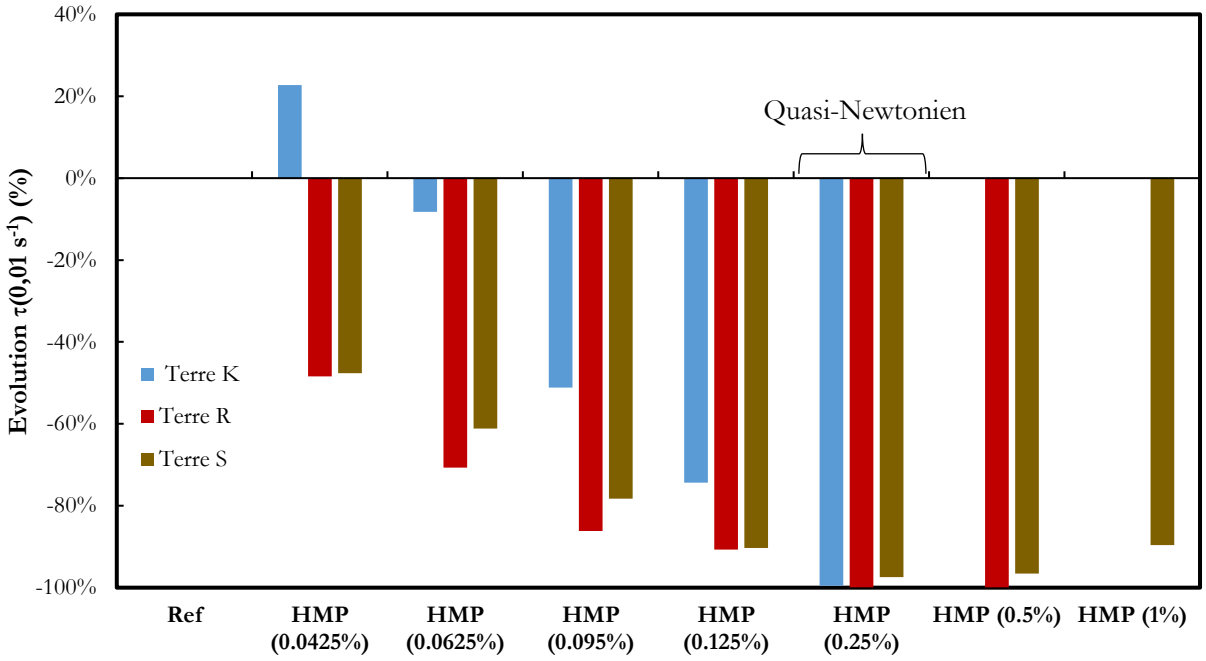


Figure III-11: Variations des taux de cisaillement à vitesse constante mesurés pour les terres K, R et S formulées avec du HMP à différents dosages à une teneur en eau visée correspondant à la limite de liquidité naturelle des terres étudiées

Sur la figure III-11, le dosage en HMP semblant le plus efficace pour diminuer le seuil de cisaillement à faible vitesse pour les trois terres étudiées semble aussi être le dosage de 0,25% de la masse sèche des terres étudiées. En effet pour ce dosage les seuils de cisaillement mesurés diminuent de 97,4% à 99,9% selon la terre étudiée. Ainsi avec des seuils de cisaillement si faibles, quasi nuls, les trois terres à limites de liquidité formulées avec 0,25% de HMP présentent des comportements proches de ceux de fluides Newtoniens. Ce dosage semble donc être le plus efficace pour disperser les formulations de terres étudiées.

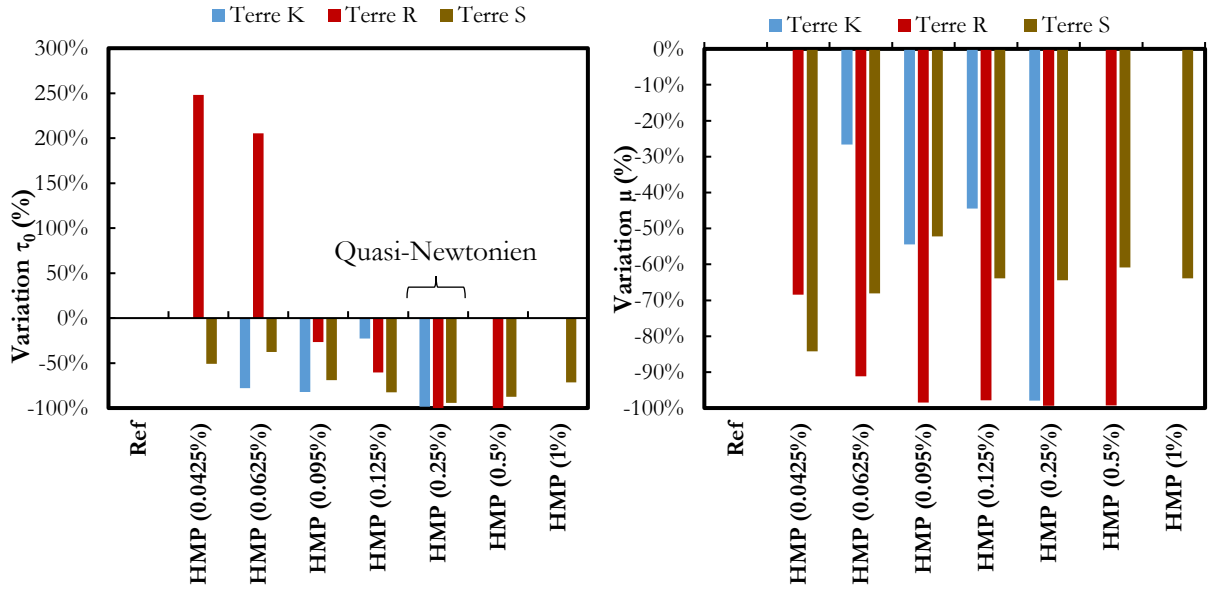


Figure III-12: Variations des seuils d'écoulement τ_0 et des viscosités apparentes μ mesurés pour les terres K, R et S formulées avec du HMP à différents dosages à une teneur en eau visée correspondant à la limite de liquidité naturelle des terres étudiées

En observant les variations des seuils d'écoulement τ_0 et des viscosités apparentes μ sur la figure III-12, les mêmes conclusions peuvent être tirées : le dosage en HMP de 0,25% de la masse sèche des terres étudiées permet de diminuer de 94,4% à 100% le seuil d'écoulement et de 64% à 99% la viscosité apparente selon la terre étudiée.

Cependant pour la mise en œuvre des terres R et S en tant que matériaux de construction dans ces travaux de thèses, le dosage de 0,0425% de la masse totale de terre sèche, comme pour la terre K, a été retenu. Cela a permis de limiter au maximum les apports en HMP dans les matériaux mis en œuvre. En réalité pour avoir la dispersion la plus efficace avec du HMP, il aurait théoriquement fallu que ce dosage soit de 0,19% (76%*0,25%) pour la terre R et de 0,22% (88%*0,25%) pour la terre S. Les dosages à hauteur de 0,0425% se sont tout de même montrés efficaces pour limiter les teneurs en eau des terres R et S à la mise en œuvre de manière significative, et ainsi permettre d'atteindre régulièrement les meilleurs niveaux de caractéristiques mécaniques.

Pour tous les essais au rhéomètre ayant été menés dans cette campagne, il est important de noter une limite non négligeable : si une teneur en eau correspondant à la limite de liquidité de la terre donnée a été à chaque fois visée, il est assez compliqué d'obtenir précisément cette teneur en eau. Le tableau III-2 présente ainsi toutes les teneurs en eau mesurées après essais des formulations testées ainsi que les teneurs en eaux qui ont été visées pour ces essais : W_l=65,5% pour la fraction fine de la terre K, W_l=36,5% pour la terre R et W_l=46,2% pour la terre S. Certaines variations sont non-négligeables et ont pu influencer légèrement les résultats précédents, expliquant certains écarts. Les valeurs des teneurs en eau n'ont été mesurées que sur des petites parties prélevées des matériaux en fin d'essai, de la ségrégation ayant pu avoir lieu dans les échantillons, et sont aussi à considérer avec précaution. Une étude plus rigoureuse pour chacune de ces formulations aurait pu être menée, de la même façon que dans l'étude de Perrot et al. [116] : les évolutions des seuils de cisaillement, seuils d'écoulement et viscosités pour une formulation de terre données auraient pu être suivies pour différentes teneurs en eau à chaque fois, ainsi les données auraient été plus fiables. Cependant les conclusions générales restent inchangées : les ajouts HDL et Xan sont des viscosants, le HMP permet d'effacer leurs effets viscosants et le dosage à hauteur de 0,25% en HMP permet systématiquement d'obtenir une dispersion efficace des trois terres étudiées.

Formulations		Ref	HMP (0,0425%)	HMP (0,0625%)	HMP (0,095%)	HMP (0,125%)	HMP (0,25%)	HMP (0,5%)	HMP (1%)
Terre K	*W (%) Visée*	*65,5%*	*65,5%*	*65,5%*	*65,5%*	*65,5%*	*65,5%*	*65,5%*	*65,5%*
	W (%) mesurée	**66,8%**	66,1%	66,6%	65,3%	65,6%	63,5%		
Terre R	*W (%) Visée*	*36,5%*	*36,5%*	*36,5%*	*36,5%*	*36,5%*	*36,5%*	*36,5%*	*36,5%*
	W (%) mesurée	**37,6%**	38,4%	36,4%	36,8%	36,3%	38,1%	37,8%	
Terre S	*W (%) Visée*	*46,2%*	*46,2%*	*46,2%*	*46,2%*	*46,2%*	*46,2%*	*46,2%*	*46,2%*
	W (%) mesurée	**43,5%**	47,9%	47,9%	47,3%	48,6%	47,8%	47,0%	46,4%

Formulations		Xan (0,5%)	Xan (0,5%)+HMP(0,25%)	HDL (2%)	HDL (2%)+HMP(0,25%)
Terre K	W (%) Visée	65,5%	65,5%	65,5%	65,5%
	W (%) mesurée	67,5%	67,5%	67,1%	67,1%
Terre R	W (%) Visée	36,5%	36,5%	36,5%	36,5%
	W (%) mesurée	36,8%	36,4%	38,7%	36,0%
Terre S	W (%) Visée	46,2%	46,2%	46,2%	46,2%
	W (%) mesurée	46,7%	46,8%	47,1%	44,8%

Tableau III-2: Teneurs en eau mesurées des échantillons des différentes formulations trois terres K, R et S étudiées au rhéomètre à géométrie vane

Essais de cisaillement direct

Des essais de cisaillement directs ont également été menés sur les trois terres K, R et S afin de définir leur potentiel frottant vis-à-vis des outils de mise en forme. Aussi les comportements de plusieurs formulations de la terre K ont été suivis afin d'identifier les potentiels effets de certains ajouts sur le comportement d'une terre à sa mise en œuvre selon un mode de mise en œuvre donné. La figure III-13 montre les droites de Mohr-Coulomb obtenues pour les différentes terres K, R et S à une consistance donnée. Cette consistance plastique, correspondant à un enfoncement de 5 mm au pénétromètre à cône, a été choisie pour représenter les matériaux à leur mise en œuvre par extrusion. En effet c'est avec ce mode de mise en œuvre que les interactions terre/outils risquent d'être les plus importantes et préjudiciables, le matériau étant poussé sous pression dans une filière en acier, ce qui peut engendrer une dégradation de la surface latérale des éprouvettes et ainsi amoindrir leur qualité. Les différentes valeurs de contraintes de cisaillement obtenues pour différentes contraintes normales appliquées, permettent de déterminer les deux paramètres de la droite de Mohr-Coulomb : la cohésion apparente c et l'angle de frottement interne ϕ. Le tableau III-3 répertorie les paramètres de cisaillement des trois terres K, R et S obtenus à iso-consistance : les enfoncements au pénétromètre à cône et la teneur en eau du matériau durant l'essai y sont aussi notés à titre informatif.

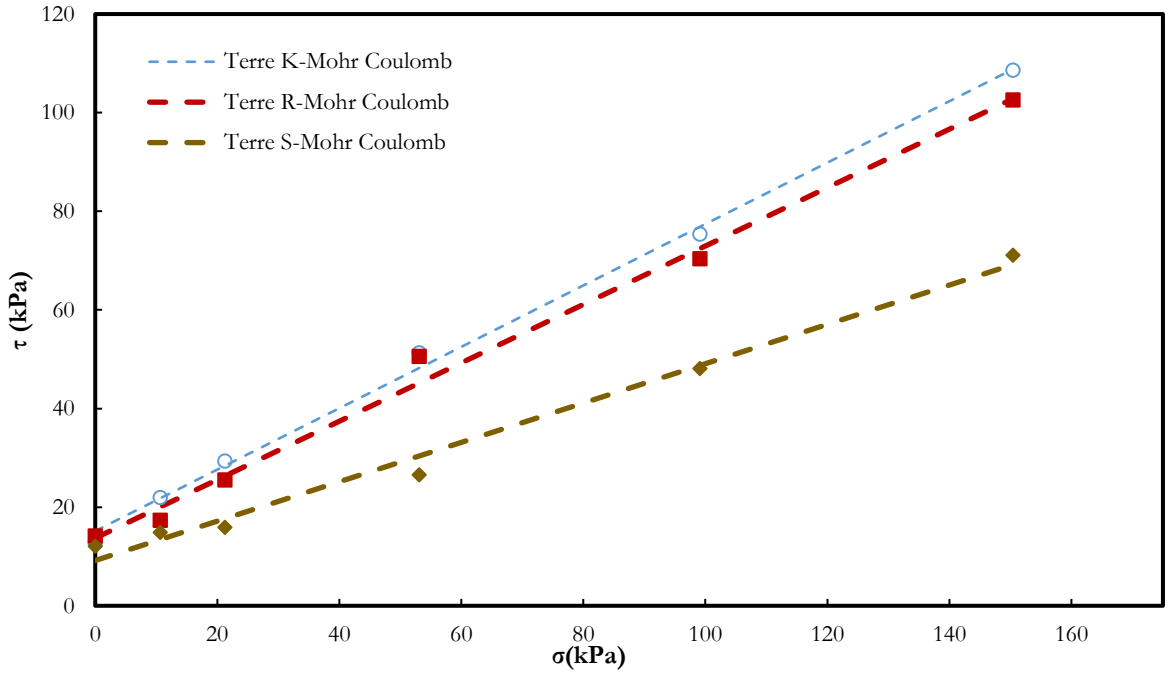


Figure III-13: Droites de Mohr-Coulomb obtenues pour les trois terres K, R et S à une consistance adaptée à l'extrusion

Terre	c (kPa)	φ (°)	W (%)	Enfoncement au cône (mm)
Terre K	15,2	31,9	10,5	4,8
Terre R	13,7	30,6	20,5	4,7
Terre S	9,2	21,8	28,6	4,7

Tableau III-3: Paramètres de cisaillement, teneurs en eau et enfoncements au cône lors des essais de cisaillement direct pour les trois terres K, R et S

Si les valeurs de la cohésion des trois terres semblent être similaires (entre 9,2 kPa et 15,2 kPa), les angles de frottement interne obtenus présentent des valeurs assez différentes selon le type de terre. Pour la terre K l'angle de frottement est de 31,9° et pour la terre R il est de 30,6. Ces deux terres semblent présenter des caractéristiques similaires lorsqu'elles sont soumises au cisaillement direct à cette consistance donnée. Pour la terre S en revanche, l'angle de frottement est beaucoup plus faible avec une valeur de 21,8. Cette grande différence de comportement entre les deux terres K et R et la terre S peut s'expliquer par leurs distributions granulométriques différentes. En effet la terre S est très fine et limoneuse, avec entre 56% et 72% de ses

grains présentant une taille inférieure à 20 µm, et les frottements internes induits par ce type de fines particules sont très probablement plus faibles. À titre de comparaison, la terre R présente seulement 36% à 50% de particules de taille inférieure à 20 µm et la terre K seulement 17,5%. Les terres K et R sont donc plus sableuses et les frottements induits par ces particules sont plus élevés. Il est ainsi fort probable que si la terre S est soumise à des efforts importants, les frottements engendrés à l'interface sol/paroi seront significativement plus faibles que ceux générés avec les terres K et R, sa mise en œuvre en sera facilitée. Au contraire si des frottements sont induits par le mode de mise en œuvre pour les terres K et R, la qualité des matériaux mis en œuvre pourrait être perturbée par des efforts de cisaillement trop importants à l'interface terre/paroi. Ce type de perturbation à la mise en œuvre induite par le frottement des matériaux sur une paroi sera potentiellement rencontrée lors de l'extrusion de terre crue, le matériau étant poussé dans une filière en acier par une vis sans fin à des pressions assez conséquentes. Des essais de cisaillement terre/paroi pourraient être envisagés pour encore mieux comprendre ces phénomènes de frottements aux interfaces. Une manière simple de s'affranchir de ces possibles frottements lors de l'extrusion pourrait être d'utiliser seulement les terres K et R tamisées à 400 µm. La formulation de ces terres avec certains ajouts pourrait aussi être une solution envisageable.

C'est pourquoi ces mêmes essais de cisaillement direct ont été menés sur différentes formulations de la terre K, afin d'appréhender leur impact sur ces paramètres de Mohr-Coulomb. La figure III-14 présente les droites de Mohr-Coulomb obtenues pour ces formulations, et le tableau III-4 présente les valeurs des paramètres de Mohr-Coulomb obtenus, les teneurs en eaux des formulations et les enfoncements au cône mesurés.

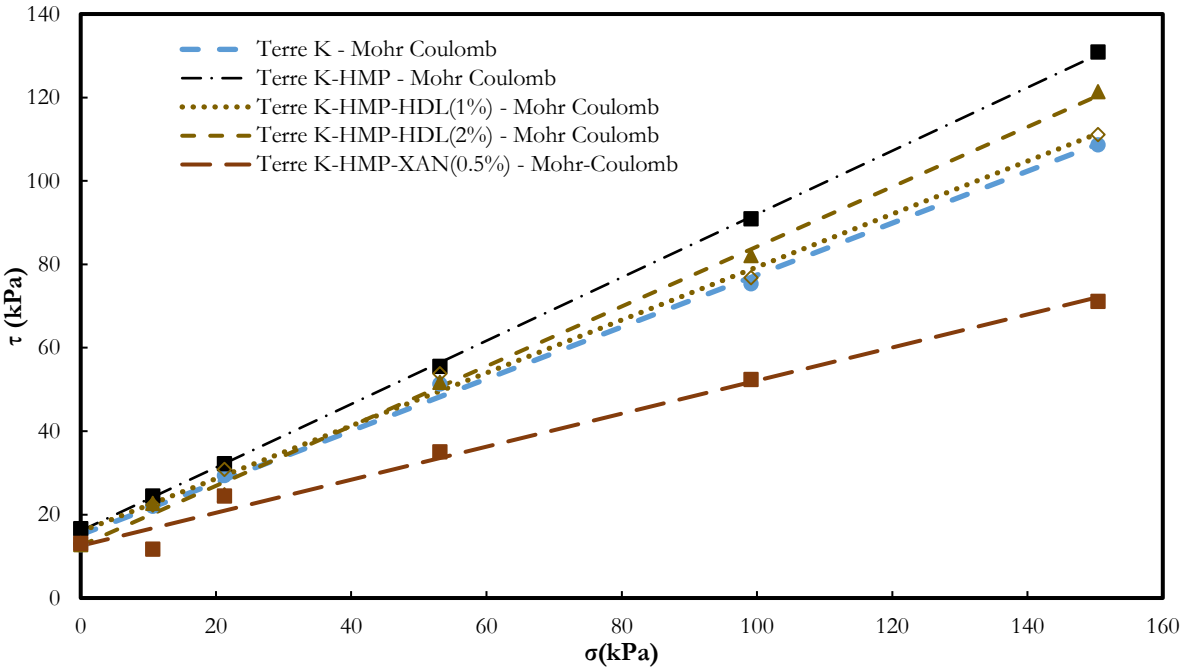


Figure III-14: Droites de Mohr-Coulomb obtenues pour différentes formulations de la terre K à une consistance adaptée à l'extrusion

Formulation	c(kPa)	φ (°)	W (%)	Enfoncement au cône (mm)
Terre K	15,2	31,9	10,5	4,8
Terre K + HMP	16,1	37,2	8,0	5,3
Terre K + HMP + HDL (1%)	15,9	32,4	9,2	5,6
Terre K + HMP + HDL (2%)	12,6	35,6	8,9	5,1
Terre K + HMP + Xan (0,5%)	12,5	21,6	8,9	5,1

Tableau III-4: Paramètres de Mohr-Coulomb, teneurs en eau et enfoncements au cône lors des essais de cisaillement direct pour les différentes formulations de la terre K

Ces essais étant réalisés à iso-consistance et les ajouts testés modifiant fortement les propriétés rhéologiques des matériaux, les teneurs en eau des différentes formulations testées sont assez variables. Les formulations avec du HMP, ou avec HMP et HDL ou Xan présentent à chaque fois des teneurs en eau plus faibles pour une consistance apparente donnée mesurée au cône (biais de la mesure avec les ajouts de HDL et Xan). C'est pour cela que les valeurs mesurées d'angles de frottement sont difficilement interprétables en l'état. Pour cette étude il serait préférable de réaliser des essais de cisaillement direct sur chaque formulation à des teneurs en eau très différentes afin de tracer l'évolution de l'angle de frottement interne en fonction de cette teneur en eau pour chacune des formulations. L'impact des ajouts sur les angles de frottement interne des matériaux serait ainsi mieux appréhendé. Cependant pour l'ajout de gomme xanthane, cet angle de frottement semble fortement diminuer et il est probable que cet ajout soit un moyen efficace pour limiter les frottements terre/paroi lors de l'extrusion de matériaux à base de terre crue. Mais pour parvenir à une conclusion plus précise, il serait nécessaire de multiplier les essais de cisaillements sur cette formulation à différentes teneurs en eau. Ces essais complémentaires seraient intéressants pour les ajouts de HMP et de HDL aussi. Quoi qu'il en soit, pour cet essai, l'ajout de HMP permet de limiter fortement la teneur en eau du matériau pour un même état rhéologique, et il est probable que l'angle de frottement interne plus élevé soit lié à une meilleure organisation des grains de la terre, plus compacte, augmentant les zones de contacts entre grains de la terre. Il semblerait aussi intéressant d'étudier les effets des ajouts de HDL et de Xan de manière isolée, pour s'affranchir des effets du HMP qui semblent être assez importants pour cet essai.

Finalement toutes ces études géotechniques, rhéologiques et de comportement des terres au cisaillement, qui peuvent encore être approfondies et précisées, vont permettre d'appréhender les comportements de chacune des terres K, R et S quand elles seront formulées avec différents ajouts et mises en œuvre par différents moyens. Certains ajouts ont été identifiés comme viscosants et d'autres comme dispersants et les dosages optimums en HMP, le dispersant le plus efficace, ont été analysés. Toutes ces informations vont permettre de mieux adapter la rhéologie des matériaux étudiés aux différents modes de mise en œuvre identifiés. Il semble tout de même important de noter que ces trois terres K, R et S ont un point commun : elles contiennent toutes de la kaolinite dans leur fraction fine, et les dispersants identifiés (HMP, tanins, acides et bases) semblent particulièrement efficaces sur ce type d'argile. Ces dispersants seraient ils efficaces de la même manière sur une terre ne contenant pas de kaolinite ?

c) Des dispersants efficaces sur certains types d'argiles

La terre N de Toulouse, étudiée dans la thèse de de K. A. J. Ouedraogo [87], est une terre dont la fraction fine est composée de chlorite, d'illite et de montmorillonite et qui ne contient pas de kaolinite. Les mêmes essais expérimentaux de comportement rhéologique au pénétromètre à cône et au rhéomètre ont été réalisés pour cette terre formulée avec les ajouts identifiés comme dispersants : HMP (dosé à 1% pour la terre N, 0,25 % pour les autres terres), tanins de châtaignier, OSE, acide citrique, carbonate et bicarbonate de sodium. Dans un premier temps, les limites de liquidité de ces différentes formulations ont été déterminées pour la terre N tamisée à 400 µm. Les variations de ces limites de liquidités par rapport à la référence ont ainsi été calculées et représentées sur la figure III-15. En comparaisons aux mesures effectuées sur les terres K, R et S, il apparait que tous ces ajouts dispersants, même le HMP dosé à 1%, ne permettent pas de diminuer significativement ces valeurs de limites de liquidité.

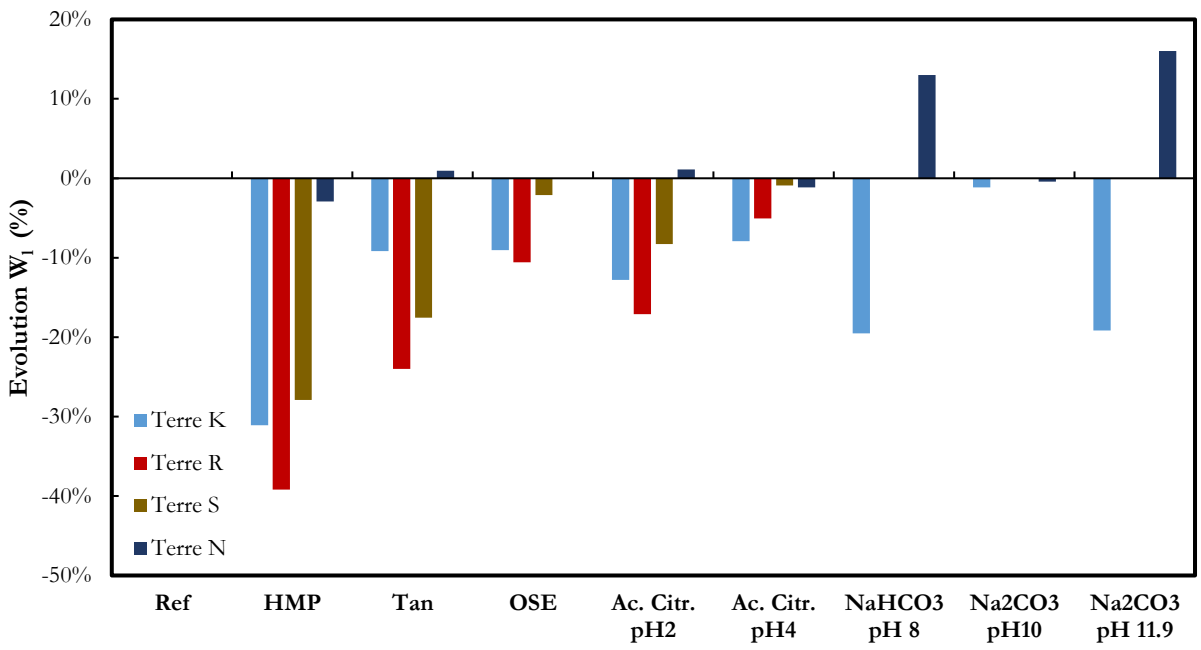


Figure III-15: Variations des limites de liquidité des terres K, R, S et N formulées avec des ajouts identifiés comme dispersants

Ces ajouts dispersants ne semblent donc pas efficaces sur cette terre N en étudiant les variations de limites de liquidité. Pourtant, pour certains des premiers essais réalisés au rhéomètre sur des échantillons grossiers de la terre N désagglomérée, les résultats laissent suggérer un potentiel effet dispersant de certains ajouts, notamment les ajouts acidifiant le milieu comme la solution d'acide citrique à pH2. Les tanins de châtaignier dosés à 5% semblent aussi avoir un petit effet dispersant. Ces échantillons ont été testés à une teneur en eau visée équivalent à la limite de liquidité de la terre N (46%). La figure II-16 illustre les différents résultats obtenus pour ces formulations : seuils de cisaillement à faible vitesse et courbes d'écoulement. Ces essais ayant été menés sur des échantillons de terre grossier, non tamisés à 400 µm, pour quelques ajouts seulement avec des teneurs en eau mal maitrisées (Tableau III-5), une étude plus approfondie a donc été menée sur des échantillons de terre tamisée à 400 µm pour obtenir des résultats potentiellement plus précis. Les résultats obtenus grâce aux dispersants potentiels sur le comportement de la terre N montrent tout de même un effet très limité en comparaison de ceux obtenus sur les terres K, R et S.

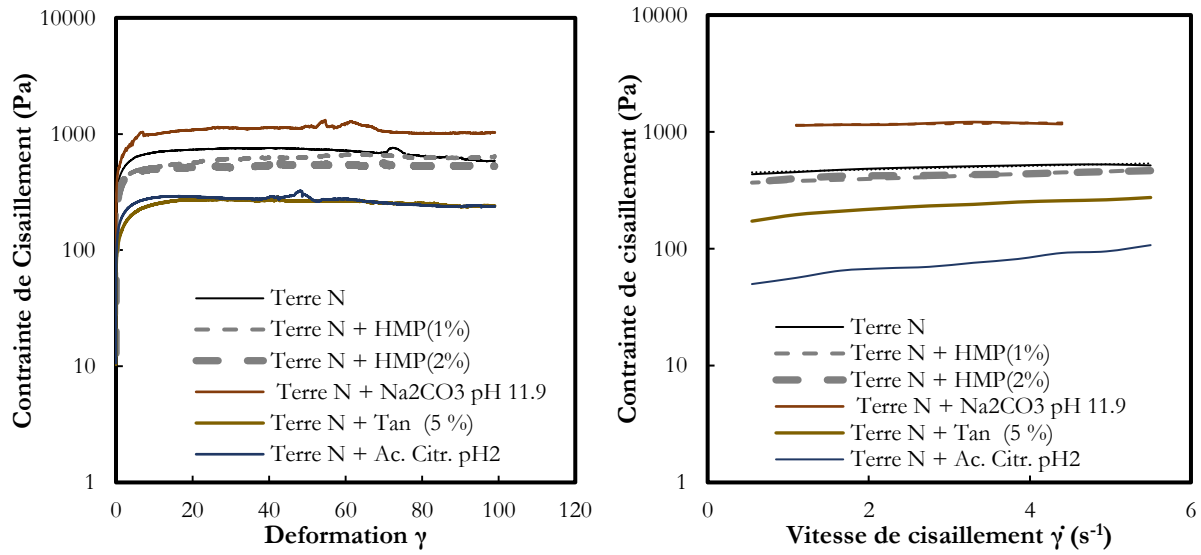


Figure III-16: Seuils de cisaillement à faible vitesse et courbes d'écoulements obtenues lors de la pré-étude au rhéomètre sur les échantillons grossiers de terre N, à une teneur en eau visée équivalente à sa limite de liquidité

Formulation	Teneur en Eau W (%)		Formulation	Teneur en Eau W (%)	
	Visée	Mesurée		Visée	Mesurée
Terre N	*46*	43,02	**Terre N + Na2CO3 pH 11,9**	*46*	40,11
Terre N + HMP(1%)	*46*	47,33	**Terre N + Tan (5 %)**	*46*	43,84
Terre N + Ac. Citr. pH2	*46*	44,81	**Terre N + HMP (2%)**	*46*	44,71

Tableau III-5: Teneurs en eau des formulations testées lors de la pré-étude au rhéomètre sur la terre N

L'étude approfondie au rhéomètre a donc été menée sur la fraction fine (<400 µm) de cette terre N, sur un assez grand nombre de formulations. Pour des raisons logistiques, les échantillons ont été préparés quelques jours avant les essais au rhéomètre, conservés dans des sachets hermétiques et de nouveau mélangés avant essai au rhéomètre. Certains des résultats obtenus sont présentés sur la figure III-17. C'est cette fois ci les formulations à pH4 et pH 10 qui semblent être les plus efficaces pour limiter le seuil de cisaillement à faible vitesse, mais cette diminution est encore une fois très faible et beaucoup moins importante que pour les terres K, R et S. La formulation terre N + Ac. Citr. pH2 semble par contre présenter la plus faible viscosité µ et le plus faible seuil d'écoulement τ_0 mais les diminutions de ces valeurs par rapport à la référence sont encore une fois limitée.

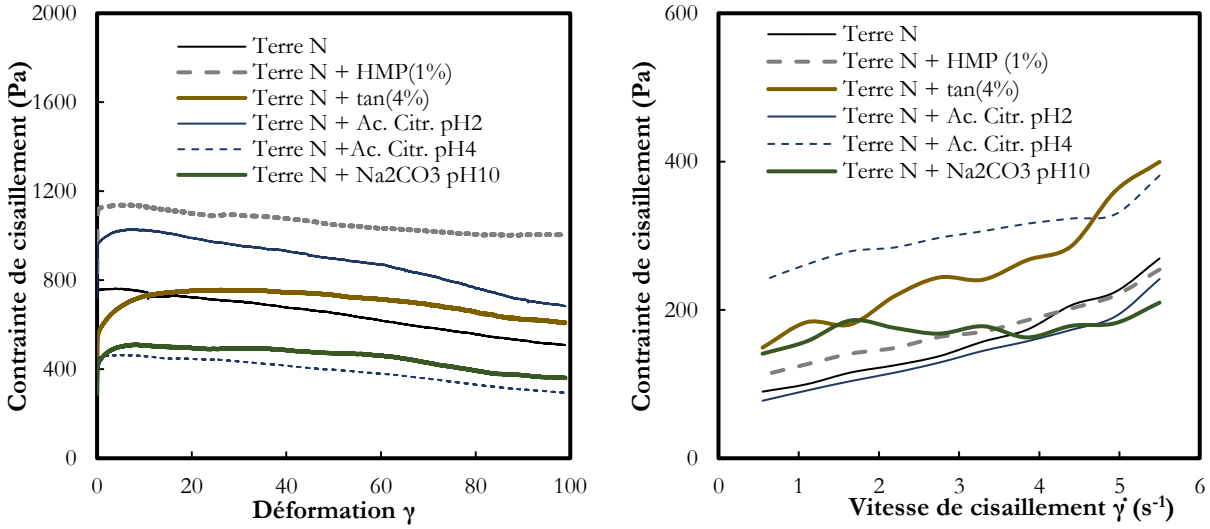


Figure III-17: Seuils de cisaillement à faible vitesse et courbes d'écoulements obtenues sur les fractions fines de terre N, à une teneur en eau visée équivalente à sa limite de liquidité

Les variations des caractéristiques mesurées au rhéomètre pour les différentes formulations de la terre N ont aussi été déterminées et sont présentées en figure III-18. Ici aussi il est difficile de conclure sur des ajouts dispersants efficaces pour cette terre. Il est déjà clair que le HMP, qui est pourtant un dispersant efficace et avéré pour certaines argiles et souvent utilisé dans le cadre de développement de bétons de terre crue fluides [38, 39, 46, 112, 114, 116], même en surdose à 1% ou 2% ne permet pas de disperser les argiles composant sa phase fine. Il apparait aussi régulièrement qu'un changement de pH du milieu peut parfois montrer une certaine efficacité pour disperser les particules fines de la terre N et ainsi limiter certains des paramètres $\tau(0{,}01\ s^{-1})$, τ_0 ou µ. Cependant, aucun des changements de pH réalisé ne semble être efficace pour réduire tous ces paramètres de façon radicale comme il l'a été observé pour les terres K, R et S contenant toutes de la kaolinite et ne contenant pas de Montmorillonite. Aussi, cette étude au rhéomètre a été réalisée comme les précédentes à une teneur en eau donnée visée (W_l=46%) pour chaque formulation : les variations entre les teneurs en eau de chaque formulation peuvent perturber la bonne interprétation de ces résultats. Une étude plus poussée serait aussi intéressante à envisager dans le cas de cette terre N : réaliser des essais au rhéomètre à plusieurs teneurs en eau variables pour chaque formulation.

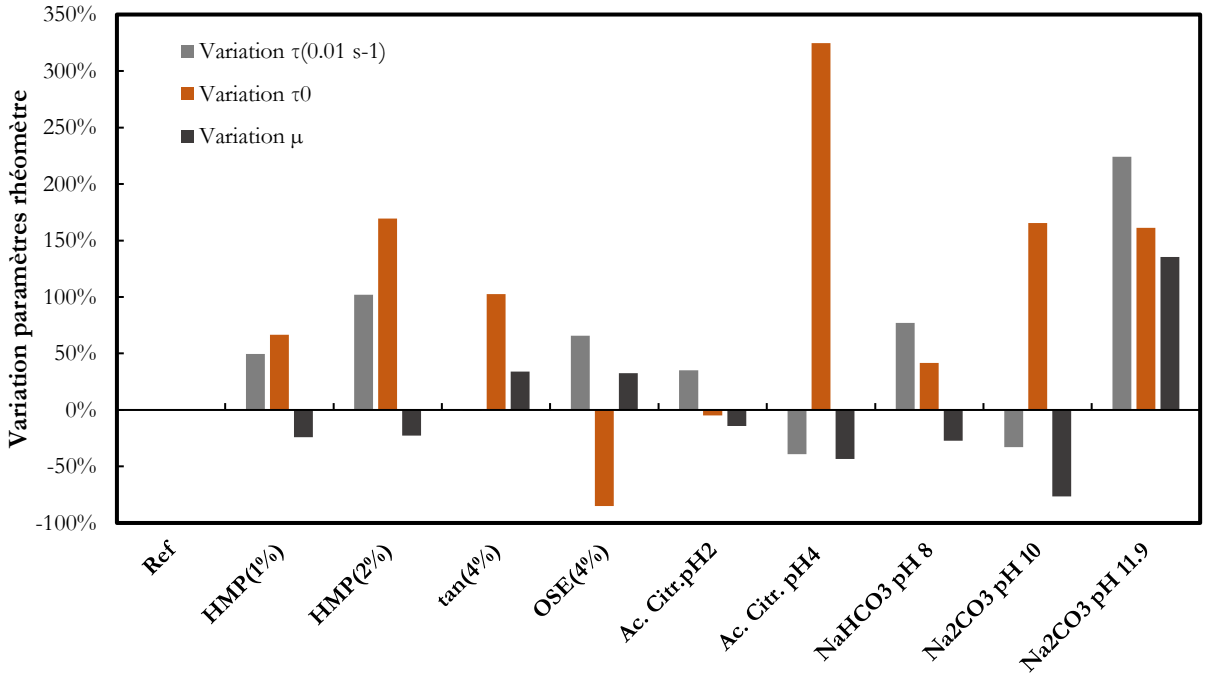


Figure III-18: Variations des différents paramètres obtenus au rhéomètre pour plusieurs formulations de la terre N avec des potentiels dispersants à une teneur en eau visée correspondant à sa limite de liquidité naturelle

Si les variations de pH, peu aisées à maitriser, semblent permettre ponctuellement une légère dispersion des particules fines de la terre N, il apparait quand même que faire évoluer les caractéristiques rhéologiques de la terre N à l'aide d'ajouts sélectionnés est une chose difficilement réalisable. Il s'agit alors de tenter de comprendre pourquoi ces ajouts sélectionnés ne sont pas efficaces pour disperser cette terre N. Comme expliqué précédemment la fraction fine de la terre N est différente des terres K, R et S d'un point de vue minéralogique : elle ne contient pas de kaolinite, et elle contient de la montmorillonite. Est-ce l'absence de kaolinite qui empêche la bonne dispersion de la phase argileuse de cette terre, ou est-ce la présence de montmorillonite qui empêcherait cette dispersion ?

Une dernière campagne expérimentale a été réalisée pour tenter de répondre à cette question. Des mélanges de la terre N et de kaolinite en différentes proportions massiques (5%, 10% et 15%) ont été réalisés et leurs limites de liquidité ont été déterminées à l'aide du pénétromètre à cône. Les limites de liquidité de ces mêmes mélanges Terre N/kaolinite formulés avec du HMP dosé à 1% ont ensuite été déterminées de la même manière. Les variations entre les limites de liquidité obtenues avec l'ajout de HMP (1%) et celles obtenues sur les mélanges naturels, pour chaque mélange de terre considéré (Terre N, Terre N + 5% kaolinite, Terre N + 10% kaolinite, Terre N + 15% kaolinite) ont ainsi pu être déterminés. La figure III-19 présente ces variations de limites de liquidité mesurées. Les ajouts de kaolinite croissants ne semblent pas, de prime abord, permettre au HMP de disperser très fortement les particules fines des terres considérées. En effet, même pour l'ajout de 15% de kaolinite dans la terre N, l'ajout de HMP dosé à 1% en masse ne permet de réduire la limite de liquidité que de 11% environ, ce qui reste faible au regard de l'effet observé pour le HMP pour les autres terres. À titre d'exemple, pour les terres K, R et S un dosage de 0,25% de HMP permet de diminuer de 28% à 40% cette limite de liquidité. Pour la terre N, la présence de montmorillonite dans sa composition pourrait ainsi être le principal facteur empêchant sa dispersion à l'aide de HMP, même à forts dosages. De la même manière la présence de montmorillonite dans sa composition est très probablement responsable du peu d'efficacité des autres ajouts considérés comme potentiels dispersants (tanins, acides et bases) sur la terre N.

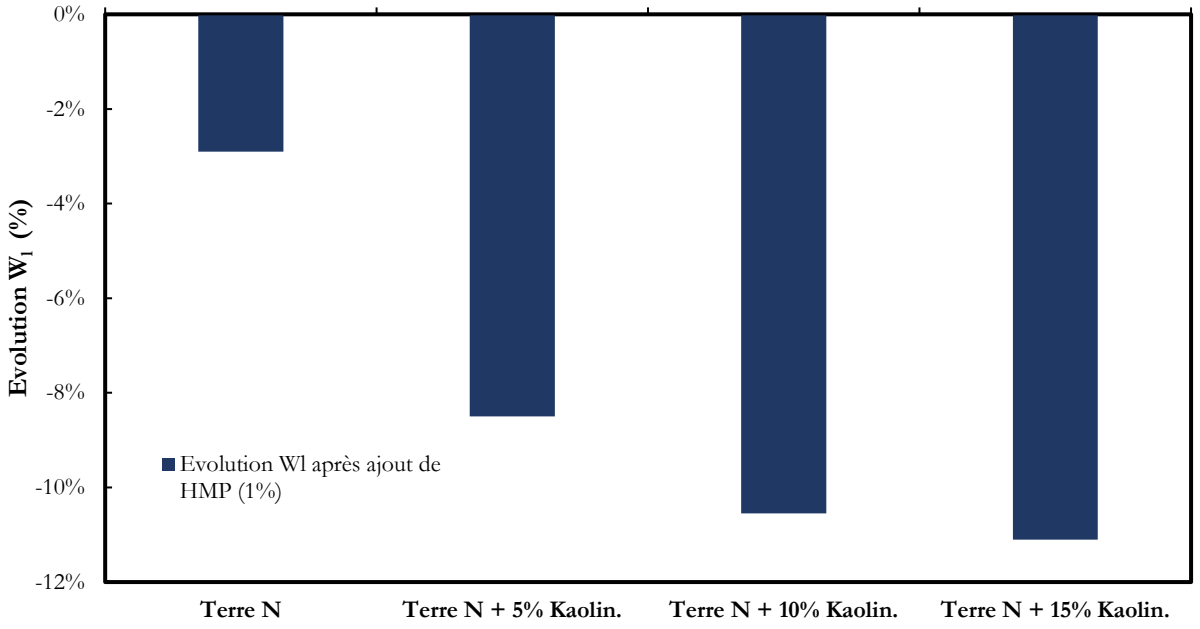


Figure III-19: Variations des limites de liquidité après ajout de HMP (1%) pour la terre N mélangée avec de la kaolinite en différentes proportions

Les montmorillonites, de la famille des smectites, sont des argiles qui présentent de très grandes surfaces spécifiques et CEC. Plus précisément, elles ont une plutôt faible réactivité de surface sur les faces extérieures des feuillets, mais elles présentent des forts déficits de charges internes aux feuillets comblés par des liaisons cationiques interfoliaires à forte énergie d'hydratation et l'eau peu assez facilement pénétrer entre ses feuillets. Ces argiles se regroupent aussi de manière beaucoup moins ordonnée que des kaolinites ou des illites. Une explication de l'inefficacité de l'ajout de HMP (et des autres dispersants potentiels) pourrait être liée au caractère désordonné de ces argiles, et au fait que l'essentiel des surfaces d'échange des argiles soient situées dans les espaces interfoliaires, ce qui rendrait les surfaces chargées des argiles moins accessibles pour les dispersants cherchant à s'y adsorber. Une étude récente a aussi mis en valeur que les sols présentant de plus faibles CEC et surfaces spécifiques seraient plus facilement « dispersables », les forces de répulsions induites par ces ajouts devenant facilement supérieures aux forces d'attraction induites par les argiles [209]. Des études plus poussées pour identifier des dispersants efficaces pour des terres comme la terre N sont encore envisageables. L'action couplée de différents ajouts (changement de pH et ajouts de HMP par exemple) serait à analyser pour tenter de faciliter l'adsorption des dispersants à la surface de ces argiles plus complexes. Des études plus complètes sur certaines des formulations déjà testées ici seraient aussi intéressantes ainsi que des travaux sur le potentiel d'« inhibiteurs de gonflements » qui pourraient améliorer l'efficacité des dispersants pour les argiles gonflantes[210].

3. Observations macroscopiques/microscopiques/chimiques

Comme expliqué précédemment, certains ajouts identifiés jouent le rôle de dispersants. En premier lieu, ces ajouts permettent de réduire la teneur en eau des terres étudiées pour une même rhéologie : par exemple dans le cas de la mise en œuvre de béton de terre, l'ajout de dispersant permet d'obtenir un état liquide de la matière à la mise en œuvre sans ajouter de l'eau en excès tout en assurant de bonnes caractéristiques mécaniques à l'état sec.

Dans le cadre de ces travaux de thèse, l'objectif des ajouts de dispersants est similaire, même si les matériaux ne sont pas coulés : pour chaque terre et pour chaque mode de mise en œuvre le but est de limiter la teneur en eau à la mise en œuvre afin d'optimiser plus facilement la densité sèche des matériaux secs en limitant leur porosité induite par l'eau présente dans le matériau à la mise en œuvre. De plus, limiter l'eau à la mise en œuvre permet de limiter le retrait de dessiccation après mise en forme. S'ils semblent permettre d'optimiser la densité sèche des matériaux à l'état sec, les dispersants pourraient jouer à d'autres niveaux sur le squelette granulaire des matériaux à base de terre crue, leur permettant ainsi de présenter des meilleures résistances mécaniques. Plusieurs observations à différentes échelles ont donc été réalisées pour tenter de mettre en valeur les différents modes d'action de ces dispersants et ce qu'ils impliquent à l'échelle du matériau terre crue.

Ces essais et observations ont pour la plupart été réalisés pour une seule terre, la terre K. Les effets d'un dispersant principal ont été investigués : l'hexametaphosphate de sodium (HMP) dosé à 0,0425% de la masse de la terre K mise en œuvre ou à 0,25% de la masse de kaolinite, fraction fine de la terre K. Les effets de l'acide citrique à pH2, à pH4, de l'OSE et des tanins de châtaignier ont aussi été testés ponctuellement. Différents essais ont donc été menés. Tout d'abord l'évolution des résistances à la compression et des masse volumiques sèches de la terre K seule et de la terre K formulée avec du HMP mises en œuvre selon différents procédés obtenue dans l'étude de Perrot et al. (2018) [111] (figure I-13) a été analysée. Lors de cette étude, les dosages en HMP et la terre K étaient similaires aux matériaux étudiés lors de cette thèse. Ensuite, les perméabilités intrinsèques au gaz des matériaux Terre K et Terre K + HMP ont été mesurées et une étude réalisée en collaboration avec des étudiants de l'ENSG de Nancy a aussi permis de tracer les courbes de rétention de différentes formulations de la terre K avec du HMP. Puis différentes formulations de la terre K avec du HMP, des tanins ou de l'acide citrique ont été observées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). Enfin l'évolution des pH de différentes formulations des terres K, R et S avec des dispersants a été suivie. Ces observations et essais ont permis de mieux appréhender les impacts des dispersants à différentes échelles : macroscopique, microscopique et chimique.

a) Analyses des caractéristiques mécaniques des matériaux Terre K et Terre K + HMP

Sur la figure III-20 (I-13) adaptée de l'étude de Perrot et al. (2018) [111], les résistances à la compression à l'état sec obtenues pour la terre K et la terre K formulée avec du HMP mises en œuvre selon plusieurs procédés distincts, sont représentées en fonction de leurs masses volumiques sèches. Ces essais de compression ont été réalisés sur des éprouvettes d'élancement 1, selon le protocole précédemment présenté inspiré des normes NF EN 196-1, XP P 13-901 et NF EN ISO 17892-7[23, 193, 194].

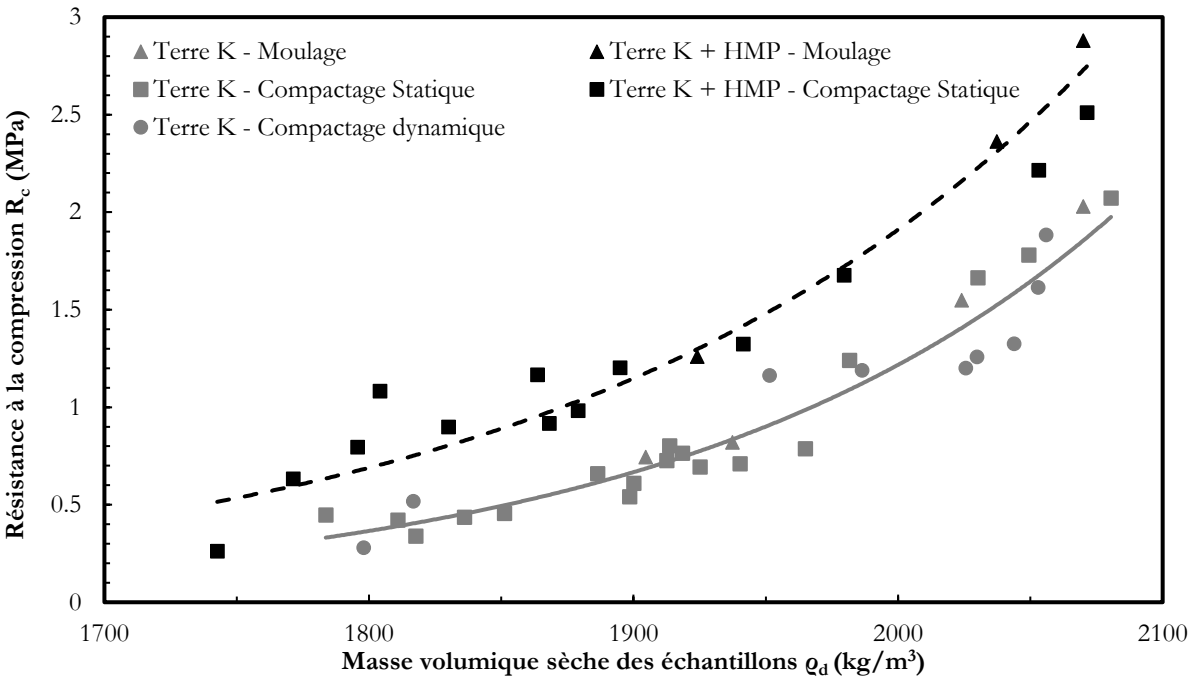


Figure III-20: Résistances à la compression à l'état sec en fonction de la masse volumique sèche de la terre K formulée avec ou sans HMP et mise en oeuvre selon plusieurs procédés

Il apparait très clairement sur cette figure, et ce quel que soit le procédé de mise en œuvre considéré, que lorsqu'on ajoute du HMP à la formulation de la terre K, les résistances à la compression obtenues pour une masse volumique sèche donnée seront plus élevées que celles obtenues pour la terre K mise en œuvre seule. Ce résultat est visible de manière systématique sur l'ensemble de la gamme de masses volumiques sèches testées. Sans même viser les plus grandes masses volumiques sèches possibles, l'ajout de HMP semble donc renforcer la résistance à la compression d'une terre donnée à une masse volumique sèche donnée. Ce pourrait être le signe que, en plus de permettre d'assurer une teneur eau moindre du matériau à la mise œuvre, l'ajout de HMP (et par extension de tout dispersant efficace) permettrait de réorganiser et densifier la microstructure de ce matériau en assurant une meilleure répartition des particules d'argile en surface des plus gros grains du sol, assurant ainsi une meilleure cohésion du matériau et donc une meilleure résistance à la compression. Si c'est le cas, d'autres propriétés de ce matériau à base de terre crue devraient être impactées. C'est pourquoi des mesures de perméabilité au gaz et de succion ont été réalisées

b) Mesures de perméabilités intrinsèques au gaz

La perméabilité au gaz de différentes formulations de la terre K (Terre K seule, et Terre K + HMP) à l'état sec a été mesurée à l'aide d'un perméamètre à charge constante, à l'hélium, selon une méthode adaptée de la méthode Cembureau [211], suivie dans les études de Picandet et al. et El-Abidine et al. [212, 213]. Le dispositif expérimental est d'ailleurs similaire à celui adopté dans l'étude de Picandet et al. [212]. Les échantillons testés de Terre K et de Terre K + HMP sont des échantillons extrudés de diamètre 35 mm et de hauteur 60 mm fabriqués à partir de la fraction de la terre K inférieure à 200 µm. À l'intérieur de la cellule de perméabilité au gaz, l'échantillon a été placé dans une membrane imperméable en polyuréthane afin que la pression de percolation traverse l'éprouvette de haut en bas. Comme pour les campagnes d'essais précédemment évoquées, une pression de confinement a été appliquée autour de l'échantillon cylindrique dans la cellule de percolation : cette pression de confinement est de 0,5 MPa et elle est supérieure à toutes les pressions de percolation qui ont été appliquées à cet échantillon. La pression de percolation (pression relative P_i-P_{atm}) appliquée aux échantillons ainsi que la pression de confinement sont mesurées à l'aide de manomètres à aiguille, les mesures se sont déroulées à température ambiante de 20°C et le gaz utilisé est de l'hélium. 4 pressions de percolation différentes ont été appliquées aux échantillons : 0,1 ; 0,2 ; 0,3 et 0,4 MPa. En aval de la cellule, un débitmètre massique permet de mesurer le débit volumique équivalent (en mL/min) du gaz percolant. Pour chaque palier de pression il est nécessaire d'attendre un temps suffisamment long

pour que l'écoulement puisse s'établir en régime permanent : dès que la mesure du débit en sortie de la cellule est stable pour sur un intervalle de 10 min, le débit est mesuré. De ces mesures de débit en sortie de cellule de perméabilité il est possible de déterminer un coefficient perméabilité apparent pour chaque pression de percolation à l'aide d'une adaptation de la relation de Hagen-Poiseuille pour un fluide compressible (hélium) [212–214] (Équation III-6).

$$K_a = \frac{2 \cdot \mu \cdot Q \cdot L \cdot P_{atm}}{A(P_i^2 - P_{atm}^2)} \quad \text{(III-11)}$$

Avec : Q débit mesuré du gaz (m^3/s), A section de l'éprouvette en contact avec le gaz percolant (m^2), L longueur de l'éprouvette traversée par le gaz percolant (m), μ coefficient de viscosité de l'hélium à 20°C ($N.s/m^2$), P_i pression de percolation absolue (N/m^2) et P_{atm} la pression atmosphérique (N/m^2).

Il est ainsi possible pour un échantillon donné de tracer l'évolution de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne (moyenne entre la pression de percolation absolue et la pression atmosphérique). Grâce à l'approche de Klinkenberg , décrite par de nombreuses études [212–214], il est possible par régression linéaire de déterminer une perméabilité intrinsèque K_{int} à partir de cette représentation des perméabilités apparentes à des pressions de percolation données. La perméabilité intrinsèque est définie comme étant la valeur limite de perméabilité apparente quand la pression moyenne du fluide tend vers l'infini, et se définit ainsi par le calcul (équation III-7) :

$$K_a = K_{int}\left(1 + \frac{\beta}{P_{moy}}\right) \text{ avec } \beta \text{ coefficient de Klinkenberg} \quad \text{(III-12)}$$

Pour différents échantillons des formulations « Terre K » et « Terre K + HMP », les valeurs des perméabilités intrinsèques ont été ainsi déterminées, et la figure III-21 représente ces valeurs en fonction des masses volumiques sèches mesurées. Il n'est pas facile de réaliser des échantillons uniformes de ces dimensions, présentant des valeurs de masses volumiques sèches très variées. C'est pourquoi les essais ont été peu nombreux. Néanmoins les résultats obtenus montrent une différence significative entre les éprouvettes sans et avec HMP.

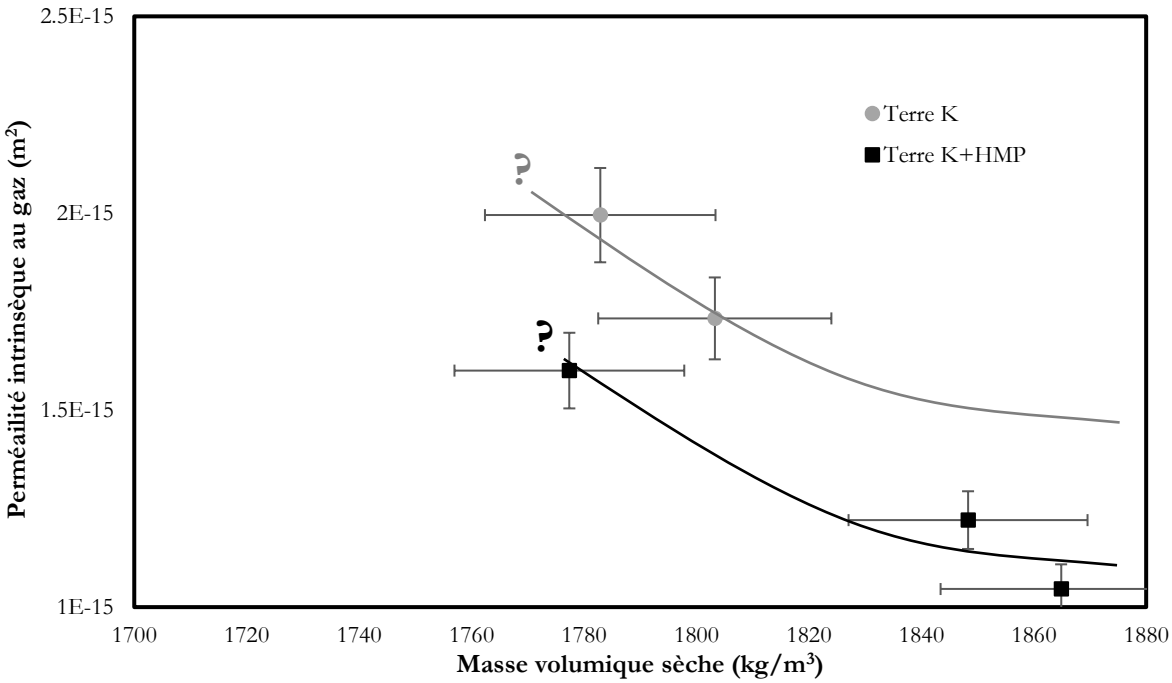


Figure III-21: Quelques valeurs de perméabilités intrinsèques mesurées sur la terre K et la terre K formulée avec du HMP représentées en fonction de la masse volumique sèche des échantillons

Si trop peu de résultats ont été obtenus pour une plus grande plage de masses volumiques sèches, car il est difficile d'obtenir une grande variété de masses volumiques d'un même matériau par extrusion, une tendance semble déjà se dessiner sur les quelques points obtenus. Il semblerait que lorsqu'on ajoute du HMP (un

dispersant donc) à la formulation d'une terre donnée (ici la terre K) la perméabilité intrinsèque mesurée pour une masse volumique sèche donnée soit légèrement diminuée. Il serait donc probable que la microporosité du matériau Terre K + HMP soit plus fine et plus uniformément répartie pour une densité donnée d'après ces observations de perméabilité limitée. Les argiles seraient potentiellement mieux réparties entre les plus gros grains de la terre et assureraient ainsi une meilleure cohésion qui expliquerait aussi le gain de résistance à la compression observé précédemment. Comme ces essais ont été réalisés en fin de thèse, il manque quelques données pour confirmer ces observations et il faudrait préparer un grand nombre d'éprouvettes à des masses volumiques variées pour cela. Ces mesures complémentaires de perméabilité au gaz seraient intéressantes à approfondir pour mieux illustrer et comprendre les effets des dispersants sur la microstructure et les propriétés mécaniques du matériau terre crue. Pour l'instant ces observations préliminaires restent donc à confirmer par une étude plus vaste.

c) Détermination de courbes de rétention (succion)

Une étude réalisée grâce à l'aide d'étudiants de l'ENSG de Nancy, a permis de mesurer et de suivre l'évolution de la succion de différentes formulations de la terre K avec différents dosages en HMP et de déterminer ainsi leurs courbes de rétention reliant teneurs en eau et succions pour un matériau donné. La succion est une grandeur qui permet de témoigner de l'intensité et de la quantité des liaisons inter-granulaires induites par des quantités infinitésimales d'eau adsorbée à la surface des grains d'une terre donnée, liaisons qui permettent de donner à cette terre un caractère cohésif lui conférant de bonnes caractéristiques mécaniques à l'état sec (presque sec en réalité). On définit la succion comme étant la différence entre la pression d'air et la pression d'eau dans le matériau, et la relation suivante adaptée de la loi de Kelvin (équation III-8) permet de relier cette succion à l'humidité relative (P/P_0) mesurée auprès de l'eau interstitielle d'un sol non saturé [215–217].

$$S = u_a - u_w = \frac{RT}{Mg} \ln(\frac{P}{P_0}) \quad \text{(III-13)}$$

Avec R la constante des gaz parfaits, T la température ambiante en Kelvin, M la masse molaire de l'eau, g l'accélération due à la pesanteur et P/P_0 l'humidité relative mesurée à proximité de l'eau interstitielle.

Pour plusieurs formulations de la terre K avec et sans HMP, des pastilles cylindriques de diamètre 35 mm et de hauteur 6 mm ont été préparées et stabilisées dans une enceinte climatique maintenue à différentes valeurs d'humidité relative (92%, 82%, 60% et 40% HR). Des échantillons ont aussi été laissés à sécher à l'air libre. Sur ces différents échantillons soumis à différentes conditions d'humidités relatives, les succions ont été estimées à l'aide d'un psychromètre à thermocouple mesurant l'humidité relative à proximité de l'eau interstitielle et leurs teneurs en eau ont été mesurées. Ainsi les courbes de rétentions ont été obtenues, pour plusieurs formulations de la terre K avec du HMP à différents dosages. La figure III-22 présente les courbes de rétention obtenues pour la terre K seule, la terre K combinée avec 0,0425% de HMP et la terre K combinée avec 0,085% de HMP (dosage en fonction de la masse totale de terre K sèche mise en œuvre).

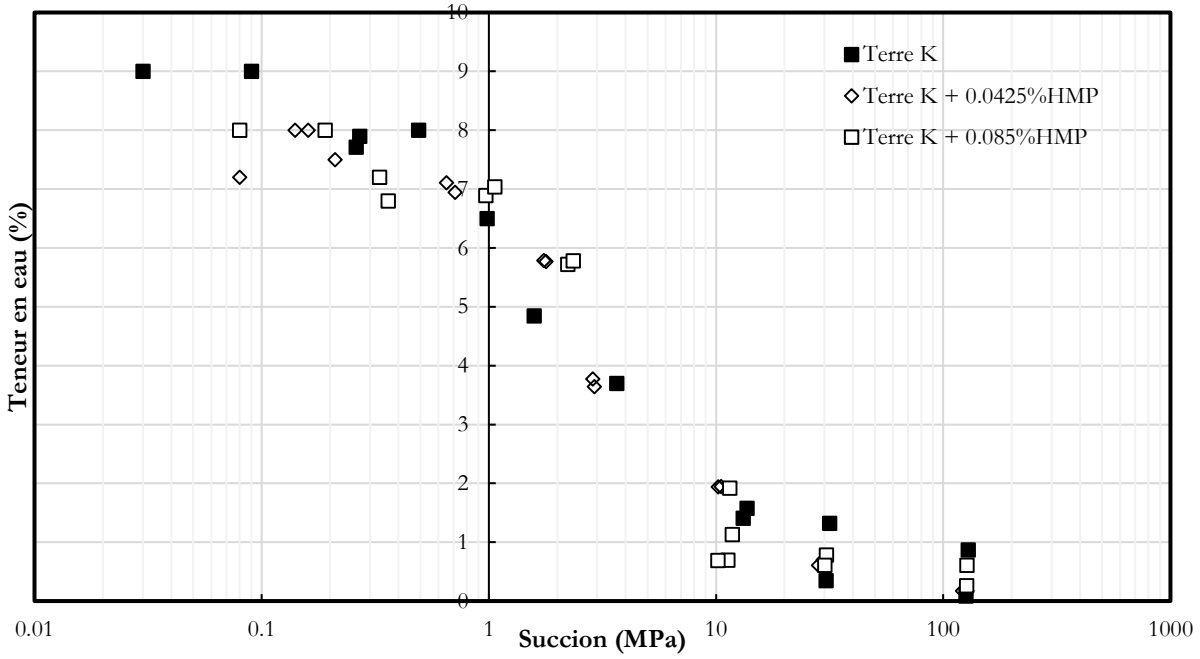


Figure III-22: Courbes de rétention obtenues pour différentes formulations de la terre K avec du HMP

En observant ces courbes de rétention obtenues, il apparait d'abord que les ajouts de HMP ne semblent pas accentuer les valeurs de succions finales obtenues à l'état sec. En revanche, dans les gammes intermédiaires de succions s'échelonnant de 1 à 10 MPa il semble, pour les formulations de la terre K avec du HMP, que pour une teneur en eau donnée, la succion est plus élevée ou, formulé différemment, qu'une valeur de succion donnée est atteinte plus vite lors du séchage du matériau, à une teneur en eau plus élevée. Par exemple la succion de 2MPa est obtenue pour la formulation Terre K + 0,085%HMP lorsque sa teneur en eau est d'environ 5,75% alors que pour la terre K seule, cette valeur de succion n'est atteinte que lorsque sa teneur en eau est inférieure à 5%. Cela pourrait encore confirmer l'hypothèse que le HMP induit une meilleure répartition des grains d'argiles dans le matériau, optimisant l'arrangement de sa microporosité et assurant ainsi une meilleure cohésion du matériau et cela plus rapidement lors du séchage du matériau : même s'il reste encore beaucoup d'eau dans le matériau, le meilleur agencement des grains du matériau permettrait d'assurer une meilleure cohésion. Dans ce cas aussi, les premières hypothèses émises seraient confirmées : les ajouts dispersants permettraient de réarranger la microstructure du matériau terre crue augmentant ainsi sa cohésion à une densité donnée. Cependant en considérant la dispersion assez importante des mesures réalisées pour des teneurs en eau comprises entre 0% et 1%, cette campagne d'essai ne permet pas de tirer des conclusions certaines quant à l'effet d'ajout de HMP à la formulation de la terre K sur sa courbe de rétention. Multiplier ce genre de mesures en suivant un protocole rigoureux, de la mise en œuvre des échantillons aux mesures de succions, serait nécessaire pour améliorer la fiabilité des résultats obtenus.

d) Observations de la microstructure au MEB

Pour observer les mécanismes en œuvre à l'échelle de la microstructure, des observations au microscope électronique à balayage ont été réalisés sur des prélèvements issus d'éprouvettes contenant différents ajouts. Des fragments d'échantillons de terre K formulée avec différents ajouts à forts dosages (en excès par rapport aux dosages normalement étudiés), ont été examinés. Le but est de mettre en valeur, par des images haute définition, l'impact de ces dispersants à l'échelle du matériau, afin de mieux cerner leur mode d'action et leurs interactions avec les argiles. Comme lors de la caractérisation des terres de la partie précédente, ces observations ont été réalisées sur un microscope à balayage électronique (MEB) JEOL JSM 7100 F.

Selon Perrot et al. 2016 [116], sans dispersant le réseau des particules de kaolin présente une configuration de type « Château de cartes ». Les argiles, et donc les kaolinites, sont des particules en forme de plaquettes présentant des faces chargées négativement et des bords chargés positivement. Sans ajout, les bords des

particules sont attirés par les faces des autres particules. En ajoutant un dispersant au mélange comme le HMP, les bords des particules ne sont plus chargés et elles s'organisent alors différemment passant d'une configuration en forme de « château de cartes » à une configuration où les particules sont alignées et superposées.

Les figures suivantes (III-23, III-24, III-25 et III-26), présentant les images obtenues au MEB, mettent en évidence les effets des ajouts dispersants sur la microstructure des sols étudiés. La figure III-23 montre la configuration microscopique de la terre K seule à l'état sec. La configuration « château de cartes » semble ici bien visible, les argiles (certaines sont matérialisées à l'aide de traits rouges) sont orientées dans un grand nombre de directions différentes et l'organisation du réseau microscopique ne semble pas optimisée.

Au contraire, la figure III-24 montre la configuration du réseau de particules de la terre K formulée avec du HMP à l'état sec. Les particules d'argiles semblent bien mieux organisées, orientées dans la même direction, groupées autour des grains de sables de toutes tailles et semblant mieux réparties presque « aplaties » en surface des plus gros grains de la terre. Le réseau microscopique semble donc ici mieux organisé et la configuration en « château de cartes » semble avoir disparu. Cela confirmerait les hypothèses avancées précédemment : le HMP permettrait de réarranger la microstructure du matériau terre crue, répartissant mieux les particules d'argile à la surface des plus gros grains de la terre.

Sur les figures III-25 et III-26 on observe les microstructures obtenues pour la terre K formulée avec des tanins de châtaignier (tan) ou une solution d'acide citrique à pH2. Dans les deux cas la configuration des particules fines semble s'approcher de la configuration obtenue pour l'ajout de HMP, les argiles semblent orientées dans la même direction, regroupées finement autour des plus gros grains. C'est très visible pour l'ajout de tanins en excès, et un peu moins visible pour la solution d'acide citrique à pH2. Ces ajouts semblent avoir un effet dispersant similaire à celui du HMP et semblent aussi modifier l'arrangement de la microstructure du matériau terre crue. Des résultats proches ont été obtenu pour l'ajout d'OSE, bien que moins radicaux. Il serait donc assez probable d'observer les mêmes phénomènes pour les ajouts de tanins ou d'acide citrique à la formulation que pour l'ajout de HMP sur les caractéristiques précédemment étudiées (résistance à la compression, perméabilité intrinsèque et courbes de rétention).

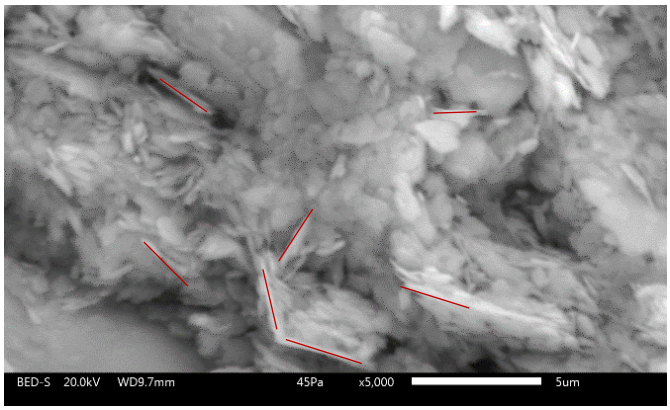


Figure III-23: Observation au MEB de la terre K seule à l'état sec

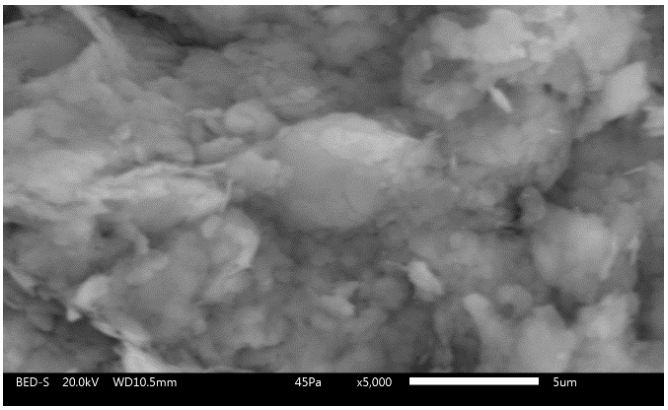


Figure III-24: Observation au MEB de la formulation terre K + HMP à l'état sec

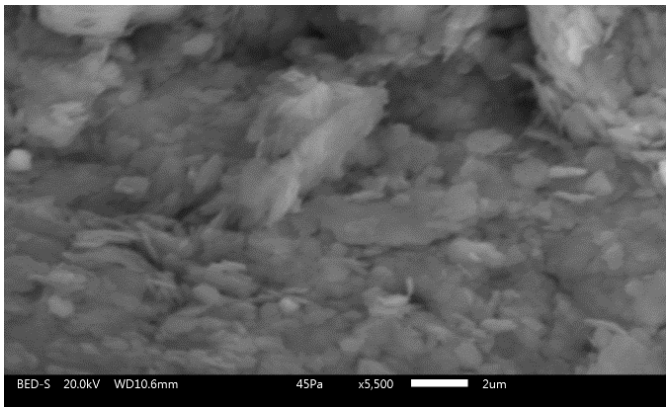


Figure III-25: Observation au MEB de la formulation terre K +Ac. Citr. pH2 à l'état sec

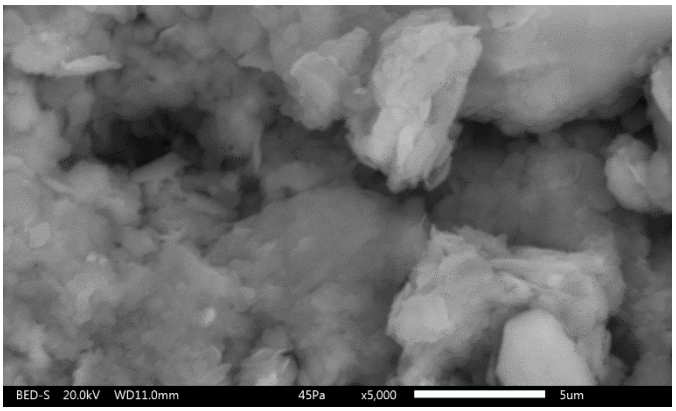


Figure III-26: Observation au MEB de la formulation terre K + tan à l'état sec

Bien entendu, ces observations n'ont été faites que sur des fragments de formulations de terres surdosées, de manière ponctuelle en cherchant à voir des structures particulières et significatives. Ces types d'observations seraient à multiplier afin de les valider plus rigoureusement. Néanmoins ces premières observations vont dans le sens des hypothèses soulevées précédemment : le HMP, et plus généralement les dispersants identifiés, réarrangeraient la microstructure de la terre K en dispersant les argiles, leur évitant de se figer en configuration « château de cartes » et en les répartissant plus uniformément à la surface des autres grains de la terre. Ce changement dans la microstructure du matériau permettrait d'en augmenter la cohésion, et donc la résistance, à une densité donnée.

e) Suivi de l'évolution du pH de plusieurs formulations des terres K, R et S.

Comme expliqué précédemment, certaines études ont mis en valeur le fait que les particules d'argiles seraient très sensibles aux variations des conditions de pH de leur milieu [116]et que la maniabilité apparente d'un matériau à base de terre crue à une teneur en eau donnée peut varier d'un état plastique à un état liquide avec seulement un changement de pH. Il a donc été décidé de mesurer le pH des eaux interstitielles obtenues pour plusieurs formulations de différents types de terres. Les formulations étudiées ont d'abord été homogénéisées à une grande teneur en eau (limite de liquidité des terres seules). Puis ces formulations ont été poussées dans un tube à travers des papiers filtres et une pierre poreuse pour n'en récupérer que le liquide interstitiel. Puis le pH de ces différents liquides interstitiels a été mesuré à l'aide d'un pHmètre. Le tableau III-6 recense ces valeurs de pH mesurées.

Formulation	pH du liquide interstitiel		
	Terre K	**Terre R**	**Terre S**
Terre seule	7,7	7,5	7,1
Terre +HMP	4,3	5,4	6,0
Terre + tan	4,2	3,9	3,8
Terre + OSE	7,2	5,1	6,9
Terre + Ac. Citr. pH4	5,1	-	5,7
Sol + Ac. Citr. pH2	2,6	2,5	2,7

Tableau III-6: pH du liquide interstitiel pour différentes formulations de différents types de terres

Au premier abord, en observant l'évolution du pH après l'ajout des différents dispersants, on observe que les sols semblent réagir de manière similaire à chacun des ajouts. Comme attendu, l'ajout de la solution d'acide citrique à pH2 amène aux plus petites valeurs de pH du liquide interstitiel extrait de chaque sol. Dans ce cas, c'est clairement ce changement du pH du milieu qui semble amener à une dispersion des particules comme R. Anger le décrit dans sa thèse [25].

Pour l'ajout de tanins da châtaigniers (Tan), le changement du pH du liquide interstitiel est aussi conséquent et pourrait être une des raisons qui induit une dispersion des argiles. Cependant selon différentes études [25, 117] les tanins sont des acides organiques qui agissent souvent comme complexants d'anions multivalents. Ils peuvent s'adsorber sur les bords des argiles et ainsi agir comme des dispersants pour les argiles. Les processus qui induisent alors la dispersion des argiles sont alors beaucoup plus complexes. De plus, l'ajout d'OSE, qui a des effets dispersants ne fait pas beaucoup évoluer les valeurs des pH, ce qui confirme que le principal impact des ajouts tanniques n'est pas forcément le changement de pH du milieu. Aussi selon Moevus et al. [112] les tanins de châtaignier pourraient avoir un pouvoir dispersant qui varie en fonction du pH de leur milieu : les combinaisons de tanins à différents changements de pH (acide citrique ou solutions basiques) qui ont été étudiées dans cette thèse n'ont pas confirmé cette hypothèse, cette action couplée d'ajouts ne semblant pas mieux disperser les argiles des terres étudiées.

Pour l'ajout de HMP, le changement du pH ne semble pas être le phénomène qui amène à la dispersion des argiles. En effet l'ajout de HMP au matériau terre crue induit une répulsion électrostatique entre les particules d'argiles [38, 46, 112–114].

Ces suivis des évolutions de pH des liquides interstitiels ont permis de mettre en valeur une caractéristique chimique des effets de certains ajouts sur le milieu quand ils sont formulés avec de la terre. Il est important de noter ici que peu importe la terre étudiée, ces changements de paramètres chimiques sont observés de la même manière, avec la même intensité.

4. Conclusion : Adapter les différentes formulations aux modes de mise en œuvre choisis.

Finalement toutes ces études sur les comportements rhéologiques des formulations de terre à leur mise en œuvre peuvent permettre de mieux adapter leurs consistances à chacun des modes de mise en œuvre étudiés et permettent de mieux appréhender les adéquations qui existent entre procédés et types de terre. Pour tous les types d'ajouts et toutes les terres étudiées dans ces travaux de thèse, il a ainsi été possible d'appréhender et de maitriser toutes les teneurs en eau des matériaux lors de leur mise en œuvre selon un procédé donné, afin de leur assurer systématiquement les meilleures caractéristiques mécaniques à l'état sec. Dans les prochains paragraphes l'esprit de la méthodologie adaptée pour déterminer ces teneurs en eaux optimales sera présenté ainsi que quelques-unes des teneurs en eau optimales pour les trois terres selon les modes de mise en œuvre sélectionnés.

Les essais présentés dans cette partie de l'étude concernent seulement la terre K, mais les mêmes tendances ont été observées pour les autres ressources. À la fin de cette partie, un tableau récapitule toutes les teneurs en eau optimales pour chacun des modes de mise en œuvre et chaque type de sol étudié.

a) Différentes teneurs en eaux optimales selon le mode de mise en œuvre

Sur la figure III-27, issue des travaux de Perrot et al. (2018) [111], l'évolution de la masse volumique sèche des échantillons à base de la terre K moulés ou compactés, en fonction de la teneur en eau initiale du mélange mis en œuvre est tracée. Pour chaque mode de mise en œuvre on observe une teneur en eau optimale différente pour obtenir le matériau le plus dense possible. Selon différentes études [46, 92, 108–111, 218] il est indispensable d'avoir le matériau le plus dense possible pour viser les meilleures caractéristiques mécaniques possibles et ce peu importe le mode de mise en œuvre utilisé. Les résultats visibles sur la figure III-27 mettent donc en valeur le fait qu'il est indispensable d'optimiser la teneur en eau du matériau testé au mode de mise en œuvre utilisé.

Il est important de noter aussi que pour le compactage statique, la masse volumique sèche finale du matériau dépend du niveau de la charge appliquée lors de la mise en œuvre. Pour la figure III-27, toutes les valeurs obtenues pour le compactage statique ont été obtenues pour un effort appliqué de 25 kN. Une augmentation de cet effort de 25 kN à 45k N, appliquée sur le matériau à teneur en eau optimale amène à une augmentation de la masse volumique sèche du matériau de 2060 kg/m^3 à 2100 kg/m^3 [110, 111]. Utiliser une plus grande énergie de compactage pourrait donc amener à de meilleurs caractéristiques mécaniques pour un même matériau à base de terre crue [92].

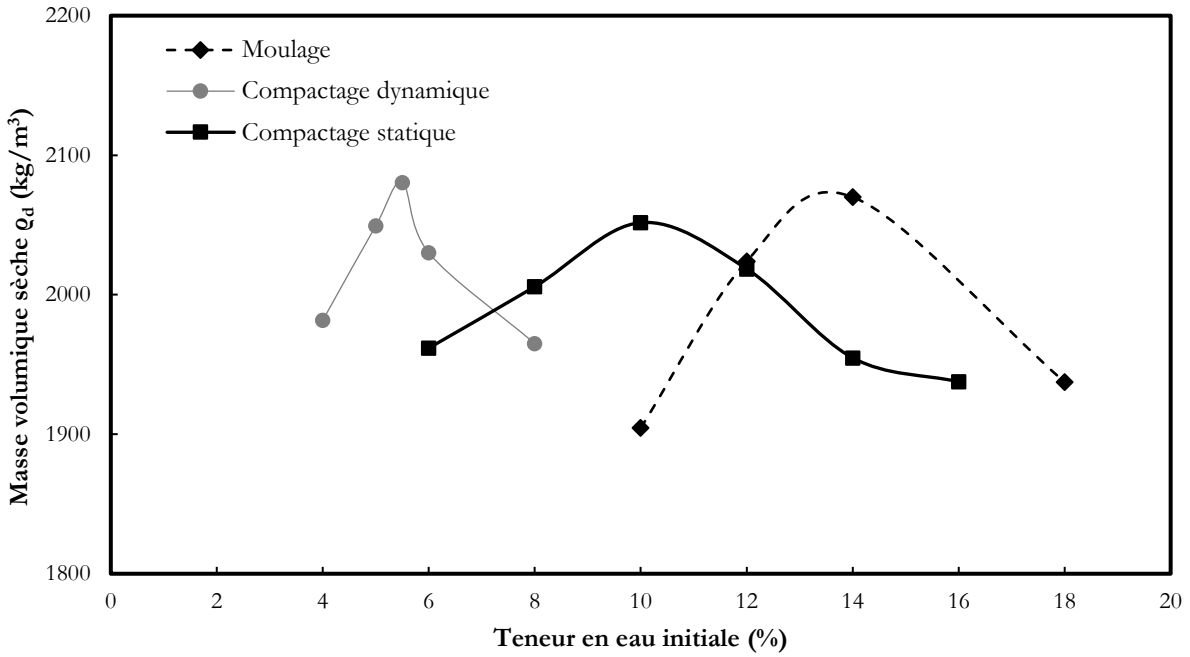


Figure III-27: Influence de la teneur en eau initiale sur la masse volumique sèche des échantillons pour différents modes de mise en œuvre

Ces caractéristiques obtenues pour trois modes de mise en œuvre de la terre K seule permettent ainsi de déterminer une teneur en eau optimale à viser pour chacun d'entre eux afin de densifier au maximum le matériau. Ce type de résultats et de caractéristiques sont ainsi assez simples à définir pour tous les types de terres étudiés et toutes leurs formulations différentes. Si cette procédure inspirée de l'essai Proctor n'a pas été réalisée pour toutes les formulations des trois terres testées, les limites d'Atterberg des formulations, leurs comportements rhéologiques et les essais Proctor réalisés sur les terres seules ont permis, pour chacune de ces formulations, d'estimer et d'adapter leurs teneurs en eau optimales à viser à la mise en œuvre.

b) Optimiser la masse volumique sèche du matériau en utilisant un dispersant

Comme expliqué précédemment, certains ajouts comme le HMP sont donc utilisés comme dispersants pour améliorer la maniabilité du matériau en défloculant la partie argileuse des sols. Cela permet de limiter la teneur en eau initiale du matériau pour obtenir un même état rhéologique. En réduisant cet apport initial d'eau, la porosité finale du matériau sec est limitée.

L'évolution de la résistance à la compression de 2 formulations de la terre K (avec et sans HMP) en fonction de leur masse volumique sèche est décrite précédemment sur la figure III-20. Ces résultats permettent d'identifier 2 courbes distinctes (une pour le matériau seul et une pour le matériau avec HMP). Pour les deux courbes, la résistance à la compression augmente avec la masse volumique sèche de manière exponentielle. Cependant pour le matériau formulé avec du HMP, il est flagrant que pour une même densité, il présente une meilleure résistance à la compression que le matériau seul. Le dispersant permettant une meilleure dispersion et une probablement meilleure organisation des particules d'argiles à l'échelle de la microstructure, il assure, pour une densité fixée, une meilleure résistance à la compression du matériau. Ces observations sont aussi très probablement valables pour les autres ajouts aux effets dispersants observés.

Comme dans les travaux de Perrot et al. (2018) [111], il est important de noter que le mode de mise en œuvre n'influence pas la résistance à la compression finale du matériau. Pour deux échantillons du même matériau présentant la même densité sèche, mais mis en œuvre selon deux modes de mise en œuvre différents, leurs résistances à la compression seront similaires.

Quoi qu'il en soit, lorsqu'un ajout dispersant sera ajouté à la formulation d'une terre donnée, ses teneurs en eau optimales pour chacun des modes de mise en œuvre étudiées seront impactées, et diminuées afin que chaque formulation présente une consistance idéale. Cet aspect est primordial à appréhender.

c) Des ajouts viscosants impactant ces teneurs en eau à la mise en œuvre

De la même manière des ajouts précédemment identifiés comme viscosants, comme les alginates, la caséine, la gomme xanthane ou encore l'huile de lin, impacteront les comportements rhéologiques des terres à leur mise en œuvre. Les teneurs en eau optimales à la mise en œuvre des terres formulées avec ce type d'ajouts seront ainsi augmentées.

d) Différentes teneurs en eau pour différents modes de mise en œuvre, différentes formulations et différents types de sols

En prenant compte de ces observations, la rhéologie de chaque formulation de terre étudiée a été adaptée à chaque procédé de mise en œuvre. Le tableau III-7 récapitule certaines de ces teneurs en eau à la mise en œuvre selon le mode de fabrication choisi.

Terre	***Formulation***	**Teneur en eau optimale à la mise en œuvre (%)**			
		Moulage	**Compaction**	**Vibro-compaction**	**Extrusion**
Terre K	*Terre K*	**14%**	**10%**	**9%**	**10-14%**
	Terre K-HMP	**12%**	**8%**	**7,5%**	**9-12%**
	Terre K-HMP-Cas	**14%**	**10%**	**9%**	**-**
	Terre K-Tan	**10%**	**8%**	**7,5%**	**-**
Terre R	*Terre R*	**22%**	**14,5%**	**14%**	***17,5%-25%***
	Terre R-HMP	**19-20%**	**13,5%**	**13%**	***(17%)***
	Terre R-HMP-Cas	**21%**	**15,5%**	**15%**	**25%**
	Terre R-Tan	**19-20%**	**13%**	**13,5%**	**22%**
Terre S	*Terre S*	**30%**	**20%**	**19,5%**	***27,5%***
	Terre S-HMP	**28%**	**18%**	**17,5%**	***(21%)***
	Terre S-HMP-Cas	**30%**	**21**	**20%**	**28%**
	Terre S-Tan	**26%**	**18%**	**17,5%**	**27,5%**

Tableau III-7: Teneur en eau à la mise en œuvre en fonction du mode de mise en œuvre et de la formulation de la terre

Tout ce chapitre s'est donc focalisé sur la compréhension des effets des ajouts étudiés sur la rhéologie des différentes terres lorsqu'elles sont mises en œuvre. Ces essais ont permis de différencier par différents moyens deux grandes familles d'ajouts : les dispersants qui permettent de limiter la teneur en eau d'une terre donnée pour qu'elle présente un comportement rhéologique donné, et les viscosants qui augmentent cette teneur en eau. Les comportements des dispersants étant particulièrement intéressants, il a été observé que pour certains types de terres, leur effet était nul ou très limité. Les modes d'actions de ces ajouts dispersants à différentes échelles, notamment sur la microstructure des matériaux à base de terre crue, ont été appréhendés de différentes manières. Enfin cette étude rhéologique a permis de définir, pour chaque terre et chacune de ses formulations, des teneurs en eau optimales à la mise en œuvre pour obtenir la consistance idéale du matériau afin que ses caractéristiques mécaniques à l'état sec soient les meilleures possibles.

IV. Caractéristiques mécaniques des matériaux en service : « assurer la résistance de la terre porteuse »

Ce chapitre porte sur les différents moyens envisagés lors de cette thèse pour améliorer au maximum les caractéristiques mécaniques (ici la résistance à la compression et la rigidité élastique) des terres étudiées en service. Il été décidé dans un premier temps de travailler sur une optimisation des procédés de mise en œuvre de ces matériaux à l'état naturel, ou formulés avec un dispersant à l'efficacité reconnue, afin de maximiser autant que possible leurs masses volumiques sèches, leurs résistances à la compression et leurs modules d'élasticité à l'état sec, état pris comme état de référence car il permet de comparer entre eux les résultats à un état hydrique donné et maitrisé. Ensuite l'attention a été portée sur les différentes stratégies de formulation de ces terres permettant l'optimisation de ces paramètres à l'état sec. L'impact de ces différentes formulations sur les caractéristiques mécaniques des matériaux en service, soumis à des cycles d'humidification/séchage a ensuite été évalué : les ajouts sélectionnés permettent-ils de limiter la perte de résistance des matériaux à base de terre crue lorsque leur teneur en eau augmente ? Finalement la combinaison de l'optimisation des modes de mise en œuvre avec les différentes stratégies de formulation sera étudiée, afin de proposer des solutions de formulations et de mise en œuvre optimales pour chacune des terres étudiées.

1. Techniques expérimentales

L'essentiel des essais réalisés dans cette campagne expérimentale sont des essais de résistance à la compression, d'abord à l'état sec puis à des états d'humidité différents induits par des cycles d'humidification et de séchage imposés aux différentes éprouvettes. Pour la confection des éprouvettes étudiées, les quatre modes de mise en œuvre présentés précédemment ont été utilisés. Un grand nombre de formulations différentes des trois terres bretonnes sélectionnées ont été réalisées dans le cadre de cette étude. Parmi les ajouts entrant dans ces formulations, on compte deux ajouts identifiés comme « dispersants » : le HMP et les tanins de châtaigniers (utilisé à différents dosages, Tan 0,4% et Tan 0,8%).On compte aussi quatre autres types d'ajouts identifiés comme « viscosants » et pouvant potentiellement permettre aussi d'optimiser les résistances à l'état sec mais aussi en service, soumis à des variations d'humidité : la caséine (Cas 1%), les alginates (Alg 1%), l'huile de lin ajoutée à différents dosages dans la masse du matériau (HDL 1%, HDL 2%) et de la gomme xanthane à différents dosages (Xan 0,5%, Xan 1%). Dans les cas d'ajouts viscosants, du HMP a été ajouté à la formulation pour limiter au maximum la teneur en eau des matériaux à leur mise en œuvre, et ainsi réduire le temps de séchage et maximiser la densité sèche.

a) Procédure d'essai de compression uniaxiale à l'état sec

Une procédure d'essai de compression commune a ensuite été établie pour tous les échantillons étudiés dans cette campagne expérimentale. Tout d'abord, les échantillons ont été mis en œuvre selon différents procédés, et présentent donc des formes différentes malgré le fait qu'elles aient toutes un élancement de l'ordre de 1. En effet, les éprouvettes moulées ont une forme prismatique et les dimensions suivantes : 40*40*160 mm^3. Elles sont ensuite cassées en deux par flexion, ainsi lorsqu'elles sont testées en compression, c'est les demi-éprouvettes 40*40*80 mm^3 qui sont testées, dans le même esprit que la norme NF EN 196-1 relative à la mesure des résistances mécaniques sur les mortiers de ciment[193]. Les éprouvettes compactées ou vibrocompactées le sont dans un même moule cylindrique et présentent les dimensions visées suivantes : 70 mm de hauteur et 70 mm de diamètre. Enfin, les éprouvettes extrudées présentent aussi une forme cylindrique avec des dimensions visées de 35 mm de hauteur et de 35 mm de diamètre.

(a) (b) (c)

*Figure IV-1: Différentes formes d'éprouvettes étudiées dans cette campagne expérimentale. (a) demi-éprouvette moulée 40*40*160 mm3, (b) éprouvettes cylindriques (H=70 mm, D=70 mm) compactées ou vibro-compactées, (c) éprouvettes cylindriques extrudées (H=35 mm, D=35 mm)*

Tous les échantillons ont d'abord été amené à l'équilibre hydrique dans une atmosphère stabilisée (20°C, 50%HR) avant d'être séchés dans une étuve entre 50°C et 60°C jusqu'à stabilisation de leurs masses. À ce stade, les échantillons ont été considérés comme secs et leurs résistances à la compression à l'état sec ont ainsi pu être mesurées. Les essais de compression ont été réalisés suivant les recommandations généralement décrites dans différentes normes comme la norme NF EN 196-1 relative à la mesure des résistances mécaniques sur les mortiers de ciment, la norme XP P 13-901 relative aux briques de terre crue ou encore la norme NF EN ISO 17892-7 relative aux essais de compression uniaxiale sur les sols [23, 193, 194]. Tous les échantillons testés en compression (prismes 40*40*80, cylindres 70*70 et cylindres 35*35) présentent un élancement de 1 afin que les valeurs obtenues puissent être comparées. Chaque essai a été mené sur une presse Triscan de marque VJTech et de capacité maximale 50kN habituellement utilisée pour la réalisation d'essais triaxiaux sur sols. Les outils et le pilotage ont été adaptés pour la réalisation des essais de compression. Un bâti normalisé pour effectuer des essais de compression sur des demi-éprouvettes 40*40*160 a notamment été utilisé, pour que ces échantillons (40*40*80) soient testés avec un élancement de 1. Chaque essai a été décomposé en trois phases : une phase de chargement à une vitesse de 0,5 mm/min, puis une phase de déchargement lancée manuellement lorsque l'effort de compression dépasse les 50% de l'effort de compression maximal estimé, et enfin une dernière phase de chargement relancée manuellement à une vitesse de 0,5 mm/min et poursuivie jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Comme les matériaux étudiés dans ces travaux ont un comportement élasto-plastique, la phase de déchargement/rechargement lors de l'essai de compression permet de déterminer un module d'élasticité de manière précise [90]. L'effort maximal appliqué à l'échantillon lors de ces essais a quant à lui permis de déterminer sa résistance maximale à la compression. Il a été considéré que, malgré le fait que les géométries des échantillons testés soient différentes (prismatiques et cylindriques), les paramètres déterminés par ces essais sont comparables. En effet cette considération est acceptable à partir du constat réalisé dans l'étude de Yi et al. (2006) [219], qui illustre qu'à un même élancement, la variation de résistance à la compression due à la variation de géométrie est inférieure à 5%.

La figure IV-2 présente un exemple de détermination de module d'élasticité et de résistance maximale à la compression obtenus sur une éprouvette vibro-compactée de la terre S formulée avec des tanins de châtaignier dosés à 0,4%. Dans cet exemple, la résistance à la compression mesurée est de 7,3 MPa et le module d'élasticité déterminé expérimentalement est de 415,8 MPa.

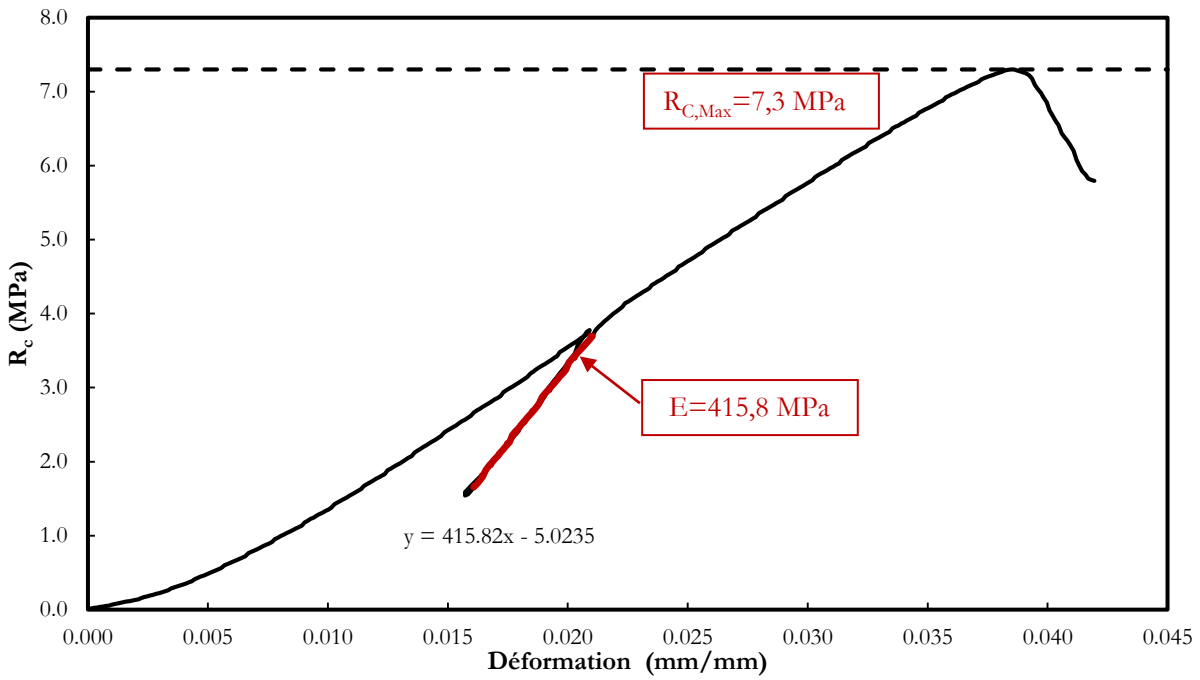


Figure IV-2: Exploitation de l'essai de compression réalisé sur une éprouvette vibro-compactée de la terre S formulée avec des tanins de châtaignier à 0,4%

b) Essai de compression uniaxiale sur des échantillons préalablement soumis à des cycles humidification/séchage

La même procédure d'essai de compression a été appliquée à des éprouvettes ayant préalablement été soumises à des cycles d'humidification/séchage et présentant ainsi des teneurs en eau très différentes. La procédure d'essai de compression reste sensiblement la même pour ces éprouvettes, cependant les scenarii de séchage/stabilisation/humidification ont été sensiblement différents.

Dans le cadre de cette étude de l'influence des cycles d'humidification/séchage sur les caractéristiques mécaniques de différentes formulations choisies, neuf éprouvettes 40*40*160 ont été moulées pour six formulations différentes de la Terre K (HMP, Xan 0,5%, HDL 1%, HDL 2%, Tan 0,4% et Cas 1%) et six formulations différentes de la Terre S ((HMP, Xan 0,5%, HDL 1%, HDL 2%, Tan 0,4% et Cas 1%). Les formulations ont été sélectionnées pour leurs potentiels effets permettant de limiter la perte de résistance mécanique à mesure que la teneur en eau du matériau augmente. Les terres K et S ont été choisies pour leurs propriétés « extrêmes » parmi les terres sélectionnées : la terre K pour sa stabilité et son potentiel limité de résistance mécanique, et la terre S pour sa sensibilité à l'eau et son fort potentiel de résistance mécanique. Avant d'être soumises à des cycles humidification/séchage, les éprouvettes ont toutes été démoulées au bout de 24h, séchées à l'air libre (50%HR, 20°C) pendant 1 mois et séchées à l'étuve (60°C) pendant 1 semaine. Il est aussi à noter que lors de cette étude, chaque éprouvette a subi un essai de flexion à des teneurs en eau variées selon l'essai normé présenté dans la norme NF EN 196-1 [193].

Pour chaque formulation, plusieurs modes d'exposition à l'humidité ont été étudiés pour les neuf éprouvettes. Une éprouvette a d'abord été testée après re-stabilisation à l'air libre (20°C 50%HR), en flexion, puis en compression (deux essais sur les demi-éprouvettes issues de l'essai de flexion).

Ensuite l'impact de la teneur eau sur la résistance du matériau suite à une exposition continue à l'humidité a d'abord été évalué.

Pour ce premier point, quatre éprouvettes (les éprouvettes n°2 à n°5 de la série) sont placées en chambre humide (98%HR, 23°C). À différents temps ($t_{ch\ hum}$), elles sont sorties pour subir un essai de flexion. Une des deux demi-éprouvettes est soumise à un essai de compression et l'autre demi-éprouvette est replacée en chambre humide pour subir un essai de compression ultérieurement. Après essai, les teneurs en eau des

résidus des éprouvettes testées sont systématiquement mesurées. Cette campagne d'essais permet ainsi d'obtenir les courbes suivantes :

- R_c en fonction de $W_{\%}$,
- R_c en fonction de $t_{ch\ hum}$,
- $W_{\%}$ en fonction de $t_{ch\ hum}$,
- R_f en fonction de $W_{\%}$.

Les temps d'exposition en chambre humide $t_{ch,hum}$ après lesquels chaque demi-éprouvette a été testée ont été déterminés après une pré-étude de la cinétique d'humidification des deux terres K et S.

Ensuite l'impact de l'histoire du matériau, en termes de variations d'humidité et de températures subies, a été appréhendé. Certaines éprouvettes ont subi des cycles d'humidification/séchage entre chambre humide et étuve de différentes durées : des cycles de 24h et des cycles de 7 jours.

Pour les cycles de 24h, la procédure d'essai est schématisée sur la figure IV-3.

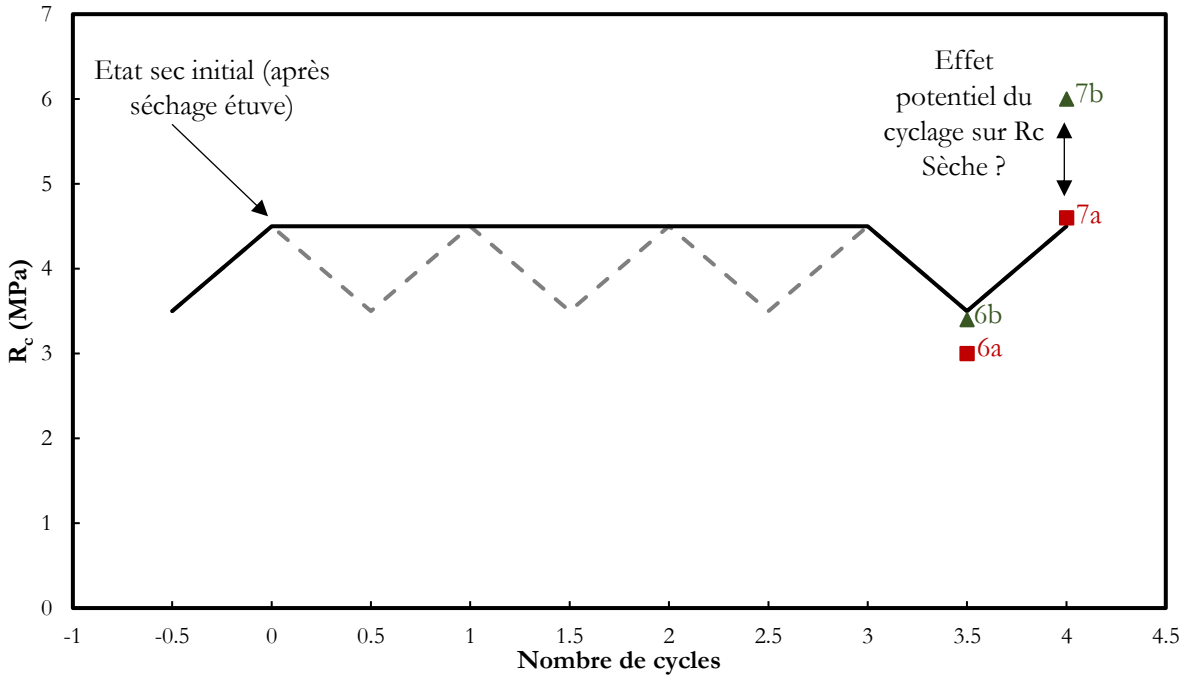


Figure IV-3: Représentation du potentiel effet du cyclage sur les R_c des matériaux formulés

Cycles 24h

Deux éprouvettes (les éprouvettes n°6 et n°7 de la série) subissent un essai de flexion à sec. On obtient ainsi deux paires de demi-éprouvettes sœurs de même densité : '6a', '6b', '7a' et '7b'. Un cycle correspond à 24h en chambre humide (98%HR, 23°C) puis 24h à l'étuve (60°C). Les demi-éprouvettes 6a et 7a subissent 3 cycles complets. La demi-éprouvette 6b est ensuite associée à la demi-éprouvette 6a pour une ultime humidification (3 cycles et demi pour 6a, testée en compression à l'état humide) puis elles subissent un essai de compression dans cet état. La demi-éprouvette 7b est ensuite associée à la demi-éprouvette 7a pour un dernier cycle complet (4 cycles au total pour 7a) puis elles subissent un essai de compression une fois sèches. Ainsi les résistances sont comparées à même teneur en eau et même densité. On estime ainsi l'effet de ces cycles, comparativement agressifs par rapport aux conditions naturelles, d'humidification-séchage sur la résistance à la compression des différentes formulations pour une masse volumique donnée.

Cycles 7j

Pour amplifier le phénomène des cycles d'humidification, les demi-éprouvettes 8a, après avoir subi 4 cycles de 24h-24h, comme les demi-éprouvettes 7a, restent une semaine en chambre humide (98%HR, 23°C) puis un jour à l'étuve. Comme précédemment, les demi-éprouvettes 8b subissent un essai de compression à la

même teneur en eau que les 8a (0%) mais sans jamais subir de « choc hydrique ». Pour confirmer l'expérience, les éprouvettes '9a' subissent quant à elles deux cycles 7j et les éprouvettes '9b' toujours aucun cycle et sont testées en compression.

L'optimisation des caractéristiques mécaniques à l'état sec des terres K, R et S à l'état naturel, ou formulées avec un dispersant à l'efficacité reconnue, mises en œuvre à l'aide de différents procédés a d'abord été étudiée. Ensuite l'étude de l'impact des ajouts identifiés sur les résistances à la compression des matériaux soumis à des variations de teneurs en eau et des cycles d'humidification/séchage a été investigué. Finalement c'est la combinaison de l'optimisation du mode de mise en œuvre avec différentes formulations des terres K, R et S qui a été évaluée, dans le but d'obtenir de façon systématique des matériaux aux propriétés mécaniques élevées, résistant aux variations d'humidité de l'environnement ambient.

2. Optimisation des caractéristiques mécaniques de la terre par la mise en œuvre

La première partie de cette étude consiste donc à étudier l'efficacité de différents modes de mise en œuvre pour les trois terres K, R et S pour optimiser leurs caractéristiques mécaniques à un état de référence donné. Certains de ces modes de mise en œuvre sont assez classiquement utilisés dans le milieu de la construction terre crue, comme la compaction ou le moulage. D'autres comme l'extrusion et surtout la vibro-compaction le sont beaucoup moins, voire jamais. Une première partie de l'étude a donc été spécialement focalisée sur le procédé de vibro-compaction proposé ici pour optimiser les caractéristiques mécaniques des matériaux à base des terres K, R et S. Elle s'est d'ailleurs plus spécialement intéressée à l'impact de l'énergie de compaction appliquée à la mise en œuvre sur ces caractéristiques, pour les procédés de compaction et de vibro-compaction afin de comparer leur efficacité et leur potentiel à devenir des procédés de mise en œuvre robustes pour fabriquer des blocs de terre crue aux caractéristiques maitrisées.

a) Compaction ou vibro-compaction : influence de l'effort de compaction appliqué

Comme expliqué précédemment, un des objectifs de cette étude est de montrer que, pour une mise en œuvre par compaction (C) ou par vibro-compaction (VBC), l'effort maximal qui est appliqué sur le matériau à base de terre crue influence ses caractéristiques mécaniques : sa résistance à la compression, son module d'élasticité et sa masse volumique sèche. De nombreuses études précédemment réalisées par une équipe de recherche [92, 108, 109, 128] ont déjà constaté et rapporté le fait qu'une augmentation de l'énergie de compaction lors de la mise en œuvre de 25 MPa à 100 MPa amène une augmentation significative de la masse volumique sèche de l'échantillon. Cependant cette augmentation de masse volumique n'est pas linéaire quand l'effort appliqué augmente. Le procédé d'hypercompaction adopté dans ce cas nécessite une compaction à très faible vitesse et les efforts de compaction appliqués sont très élevés, ce qui permettrait difficilement l'utilisation de ce type de méthode à grande échelle. D'autres études [46, 92, 108, 109, 109–111] ont aussi montré que lorsque la masse volumique sèche du matériau augmente, sa résistance à la compression augmente également. En prenant en compte ces constatations, l'intérêt de développer la vibro-compaction, procédé inspiré de la fabrication de blocs de ciment agglomérés ou encore de la compaction de couches de chaussée, de couches de forme et de remblais dans le milieu de la géotechnique routière, est le suivant : il permet principalement de pouvoir compacter rapidement à des énergies de compaction restant modérées, grâce à l'application de vibreurs à air comprimé sur le moule facilitant la compaction, tout en atteignant de hauts niveaux de masse volumique sèche, de résistance à la compression et de module d'élasticité.

Pour chaque type de terre et pour chaque formulation étudiée dans cette partie (avec et sans HMP pour étudier uniquement les caractéristiques liées aux types de terre), plusieurs échantillons ont été réalisés sous 3 contraintes de compaction différentes (5,2 MPa, 10,4 MPa et 15,6 MPa) pour les procédés par compaction et vibro-compaction. Pour les trois terres étudiées (avec ou sans HMP), les résistances à la compression et les masses volumiques sèches moyennes mesurées, variant avec l'effort de compactage appliqué pour les deux modes de mise en œuvre sont visibles sur les figures IV-4, IV-5, IV-6, IV-7, IV-8 et IV-9. Les évolutions des modules d'élasticité moyens obtenus lors de ces essais sont représentées sur les figures IV-10, IV-11 et IV-12.

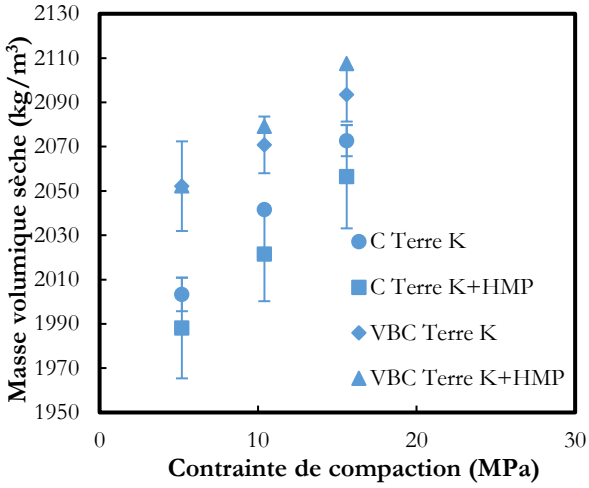


Figure IV-4: Évolution de la masse volumique sèche en fonction de la contrainte de compaction : terre K, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée

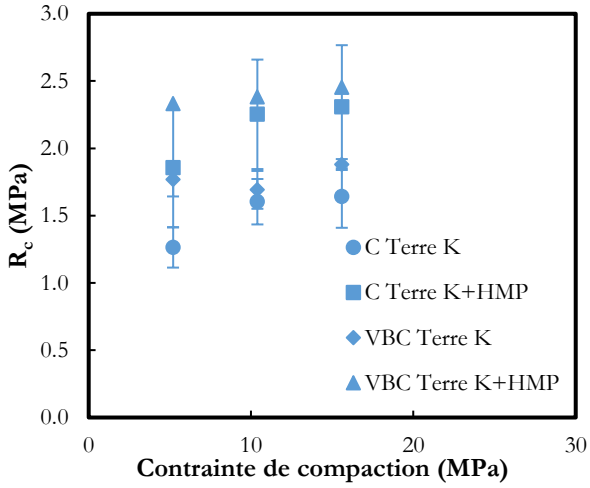


Figure IV-5: Évolution de la résistance à la compression sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre K, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée

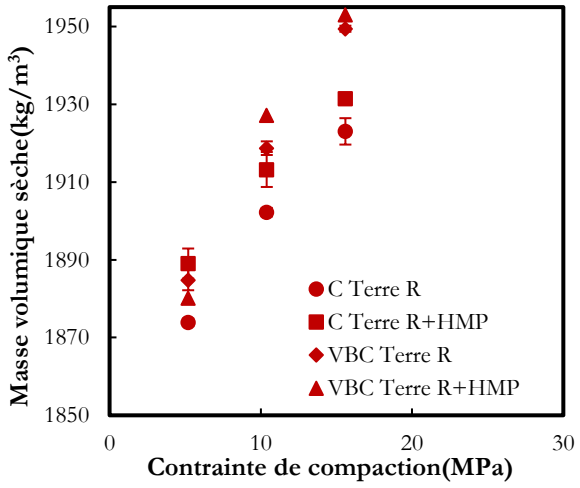


Figure IV-6: Évolution de la masse volumique sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre R, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée

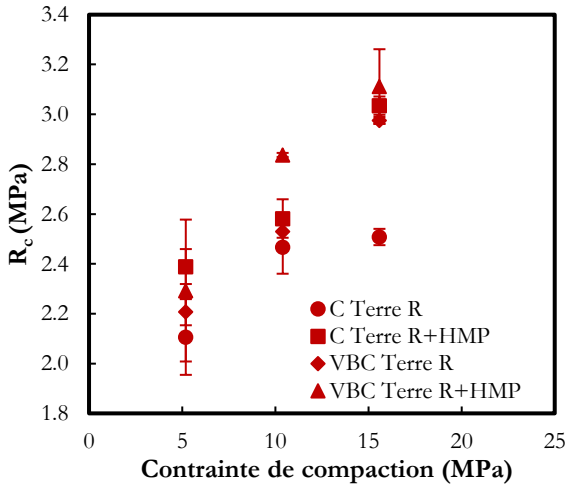


Figure IV-7: Évolution de la résistance à la compression sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre R, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée

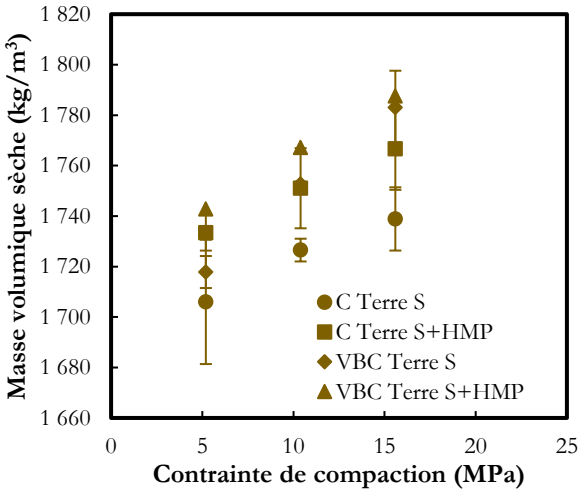


Figure IV-8: Évolution de la masse volumique sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre S, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée

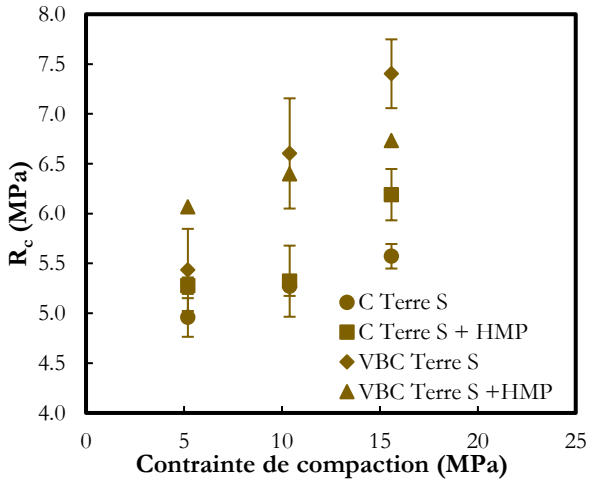


Figure IV-9: Évolution de la résistance à la compression sèche en fonction de la contrainte de compaction pour la terre S, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée

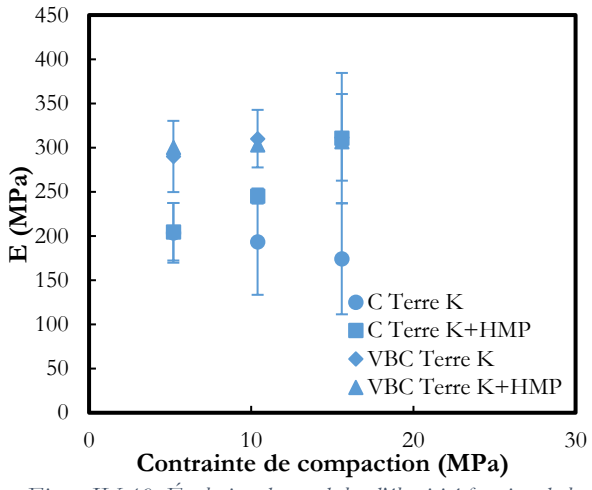


Figure IV-10: Évolution des modules d'élasticité fonction de la contrainte de compaction pour la terre K, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée

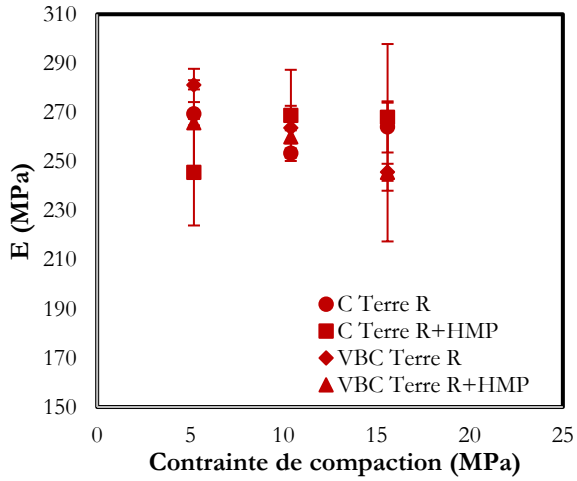


Figure IV-11: Évolution des modules d'élasticité fonction de la contrainte de compaction pour la terre R, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée

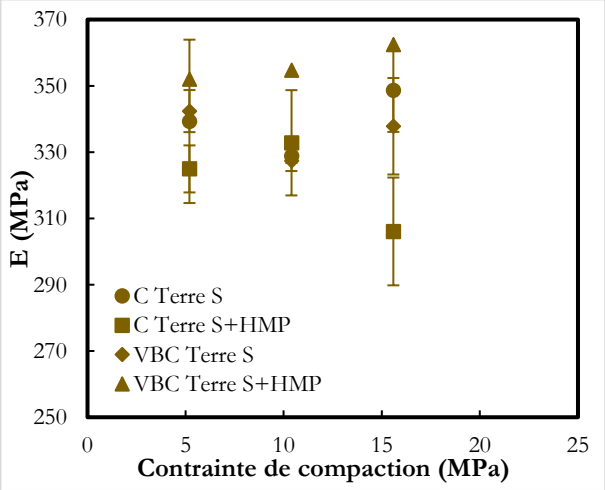


Figure IV-12: Évolution des modules d'élasticité fonction de la contrainte de compaction pour la terre S, avec ou sans HMP, compactée ou vibro-compactée

Comme attendu, la même tendance est observée en ce qui concerne les masses volumiques sèches des différents matériaux mis en œuvre (Figures IV-4, IV-6 et IV-8). Pour les trois terres étudiées, les échantillons vibro-compactés avec un ajout de HMP (dispersant) dans leur formulation présentent, pour presque chaque contrainte de compaction appliquée, les plus grandes masses volumiques sèches. Aussi, pour chacune des terres étudiées, la compaction du matériau sans ajout de HMP dans la formulation mène souvent aux plus faibles masses volumiques sèches mesurées pour une contrainte de compaction donnée. La compaction des matériaux formulés avec du HMP ou la vibro-compaction des matériaux sans ajout mènent quant à elles régulièrement à des masses volumiques sèches mesurées intermédiaires.

En ce qui concerne les résistances à la compression mesurées les mêmes tendances sont visibles (Figures IV-5, IV-7 et IV-9) : de manière générale la vibro-compaction des matériaux formulés avec du HMP permet d'atteindre à chaque fois la meilleure résistance à la compression moyenne mesurée quand la compaction des matériaux sans ajout de HMP mène aux plus faibles résistances à la compression pour une contrainte de compaction donnée.

Aussi, de manière générale, il est assez clair que l'augmentation des contraintes de compaction de 5,2 à 15,6 MPa permet pour tous les modes de mise en œuvre, et pour toutes les terres étudiées (avec et sans HMP), d'augmenter considérablement leurs masses volumiques sèches et ainsi leurs résistances à la compression.

Enfin, pour les mesures des modules d'élasticité (Figures IV-10, IV-11 et IV-12), les influences des modes de mise en œuvre par compaction, sont beaucoup moins visibles. Une tendance générale n'est pas observable pour conclure à l'optimisation possible des modules d'élasticité à l'aide de l'optimisation des procédés de mise en œuvre. En effet, de manière générale les modules d'élasticité présentent des ordres de grandeur similaires pour un type de terre mis en œuvre. Ces modules dépendent plutôt de la nature de la terre mise en œuvre, que de la méthode de fabrication ou de sa formulation avec un dispersant. Ainsi pour la terre K, les valeurs des modules d'élasticité moyens mesurés sont comprises entre 175 MPa et 310 MPa, pour la terre R elles sont comprises 250 MPa et 280

MPa et pour la terre S elles sont comprises entre 310 MPa et 360 MPa. Comparées aux résistances moyennes à la compression, les déformations moyennes à la rupture de ces matériaux peuvent être rapidement estimées : pour la terre K cette valeur est de 0,76%, pour la terre R elle est de 0,99% et pour la terre S elle est de 1,76%. La terre S semble donc être la terre la plus déformable des trois, quand la terre K apparait comme la plus fragile. On peut noter la faible rigidité du matériau terre. Comparativement à du béton, qui présente un rapport rigidité/résistance de l'ordre de 1000, celui de la terre est d'au moins un ordre de grandeur plus faible. Aussi, lors du dimensionnement d'une structure en terre, les états limites de service pourraient définir les cas de charges les plus défavorables.

De manière générale, selon les résultats observés et décrits dans les figures IV-4, IV-5, IV-6, IV-7, IV-8 et IV-9, l'ajout de dispersants à la formulation des terres, le choix d'utiliser la vibro-compaction plutôt que la compaction simple, et l'augmentation de la contrainte de compaction appliquée à la mise en œuvre sont autant de possibilités qui permettent d'optimiser les masses volumiques sèches et les résistances à la compression à l'état sec de tous les types de terres étudiées et mises en œuvre. Le tableau IV-1 récapitule toutes les valeurs moyennes des caractéristiques (Résistance à la compression et masse volumique sèche) obtenues lors de cette campagne d'essais et permet aussi de visualiser leurs évolutions suite à optimisation de la formulation et du mode de mise en œuvre.

Terre	**Formulation**	**Contrainte de compaction appliquée (MPa)**	**Résistance à la compression moyenne des échantillons (MPa)**		**Masse volumique sèche moyenne des échantillons (kg/m³)**	
			Compaction	***Vibro-compaction***	***Compaction***	***Vibro-compaction***
Terre K	**Terre K**	5,2	1,3	1,8	2003	2052
		10,4	1,6	1,7	2042	2071
		15,6	1,6	1,9	2073	2094
	Terre K + HMP	5,2	1,9	2,3	1988	2052
		10,4	2,3	2,4	2022	2079
		15,6	2,3	2,5	2056	2107
Terre R	**Terre R**	5,2	2,1	2,2	1874	1885
		10,4	2,5	2,5	1902	1919
		15,6	2,5	3,0	1923	1949
	Terre R + HMP	5,2	2,4	2,3	1889	1880
		10,4	2,6	2,8	1913	1927
		15,6	3,0	3,1	1931	1953
Terre S	**Terre S**	5,2	5,0	5,0	1706	1728
		10,4	5,3	6,1	1727	1743
		15,6	5,6	7,1	1739	1785
	Terre S + HMP	5,2	5,3	6,1	1733	1743
		10,4	5,3	6,4	1751	1767
		15,6	6,2	6,7	1767	1788

Tableau IV-1: Caractéristiques mécaniques des différentes terres mises en œuvre avec et sans HMP, à l'aide de deux procédés de mise en œuvre, compaction et vibro-compaction sous différentes contraintes de compaction appliquées

À titre d'exemple pour la terre K, l'optimisation du mode de mise en œuvre et sa formulation avec du HMP permet à sa résistance à la compression à l'état sec de passer de 1,3 MPa à 2,5 MPa et à sa masse volumique sèche de passer de 2003 à 2107 kg/m³. La même tendance est clairement visible pour les trois types de terres permettant d'optimiser les caractéristiques à l'état sec de la terre R jusqu'à une résistance de 3,1 MPa pour

une masse volumique de 1953 kg/m³ et celles de la terre S jusqu'à une résistance de 7,1 MPa et une masse volumique de 1785 kg/m³.

Une comparaison des courbes de compaction à la mise en œuvre pour la compaction statique et la vibro-compaction (figure IV-13) permet d'illustrer et de proposer une explication du gain en masse volumique grâce à la vibro-compaction. En effet durant près de 85% de la vibro-compaction, la vibration du matériau permet de limiter l'effort de compaction à appliquer sur le matériau en comparaison à la compaction statique. La vibration semble ainsi permettre durant une longue durée de la compaction de réarranger l'organisation des grains de la microstructure du matériau compacté, et donc de limiter l'effort de compactage à appliquer pour atteindre un état donné de la structuration du matériau et faciliter la densification, sans nécessairement augmenter la contrainte maximale de compaction appliquée. La vibration semble aussi avoir un rôle réducteur du frottement pariétal lors de la mise en œuvre : l'effort vertical appliqué chute dès l'ajout de la vibration (figure IV-13) car les contacts grains/moule disparaissent ponctuellement et le frottement à ces interfaces diminue. Aussi la sollicitation dynamique de la terre compactée permet probablement de faire évoluer son état rhéologique durant sa mise en œuvre permettant donc de limiter l'effort à appliquer pour un état de compaction donné : comme expliqué dans l'état de l'art, plus le matériau est liquide, moins l'effort à appliquer à la mise en œuvre est important. L'ajout de vibration au cours de la compaction jouerait presque le rôle de « dispersant mécanique ». Cette vibration est pour l'instant appliquée pendant toute la vibro-compaction à une puissance assez peu maitrisée qui est probablement légèrement surestimée. En effet, lors de la dernière partie de la vibro-compaction, le matériau étant déjà très compact, la vibration apportée n'est très probablement plus très efficace et pourrait même commencer à s'opposer à une bonne compaction et cohésion du matériau. Une continuité envisageable des travaux sur ce procédé de vibro-compaction serait l'étude de l'énergie apportée lors de cette vibration, et de son efficacité sur les caractéristiques finales des échantillons, pour la maitriser au mieux et limiter la durée de son application durant la procédure afin que son apport soit optimal.

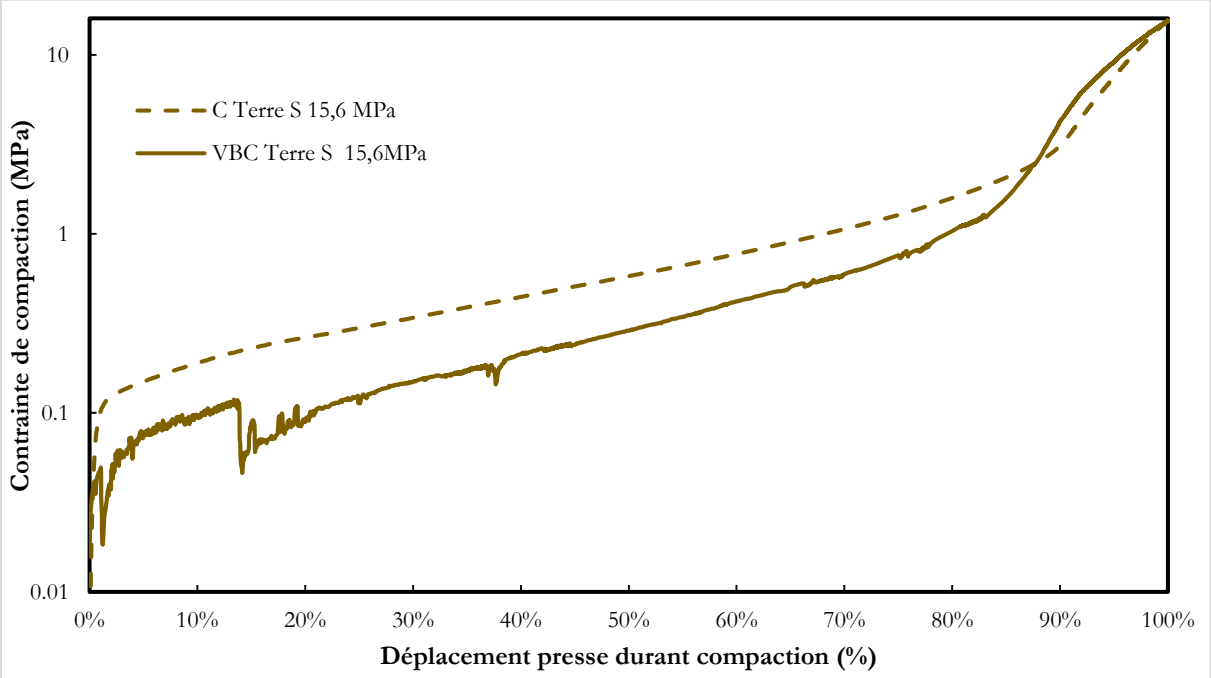


Figure IV-13: Évolution de la contrainte de compaction avec le déplacement de la presse durant la compaction ou la vibro-compaction

Au cours de cette première étude plusieurs tendances ont été clairement observées et ont permis d'identifier des stratégies de mise en œuvre semblant prometteuses dans le but d'optimiser au mieux les caractéristiques mécaniques (surtout la masse volumique sèche et la résistance à la compression à l'état sec) des matériaux à base de terre crue dès leur mise en œuvre. Tout d'abord, augmenter l'effort de compactage à la mise en œuvre (dans la mesure du possible) impliquera systématiquement une augmentation de ces caractéristiques mécaniques pour toutes les sols étudiés, que ce soit pour le procédé par compaction ou celui par vibro-

compaction, ce qui confirme les résultats des études de la littérature précédemment réalisées [92, 108, 109, 128] à propos de l'hypercompaction. Ensuite, l'ajout de dispersant, pour chaque type de sol étudié amène aussi à de meilleures caractéristiques mécaniques des matériaux. Finalement la vibro-compaction permet aussi presque toujours aux trois matériaux étudiés de parvenir à de meilleures caractéristiques mécaniques que la compaction : la vibro-compaction agirait presque comme un « dispersant mécanique » sur les matériaux à la mise en œuvre.

b) Comparaison de quatre modes de mise en œuvre pour différents matériaux étudiés

Si la vibro-compaction semble être un bon moyen pour améliorer et optimiser les caractéristiques mécaniques des matériaux de construction à base de terre crue, quand ce procédé est comparé à la compaction simple, il reste cependant à le comparer aux autres méthodes de mise en œuvre sélectionnées pour les différentes terres bretonnes K, R et S étudiées et formulées avec et sans HMP. Cela pourrait permettre d'accéder à une vue d'ensemble des différents potentiels de chaque mode de mise en œuvre testé et particulièrement de leur complémentarité avec chacune des trois terres étudiées, qui sont très différentes et représentatives d'une certaine variabilité :

- La terre K, qui est la plus dense, mais qui mène à des caractéristiques mécaniques limitées, dues à la faible surface spécifique des kaolinites qui peuvent être considérées comme des argiles peu actives et qui sont le seul et unique constituant de sa fraction fine.
- La terre R, une terre plus légère, avec une faible part argileuse et une grande part limoneuse mais qui mène à des résistances intermédiaires grâce à la composition de sa part argileuse : kaolinite, illite et chlorite. Illite et Chlorite sont des argiles plus actives, leurs surfaces spécifiques sont plus grandes et leurs interactions entre elles sont plus fortes, induisant une plus forte cohésion du matériau à l'état sec.
- La terre S, qui est la moins dense et la plus fine avec une grande part argileuse composée de kaolinites, d'illites et de vermiculites. Les interactions entre ces particules argileuses sont les plus importantes parmi les matériaux testés et mènent bien sûr à une grande cohésion du matériau à l'état sec.

Le tableau IV-1, est déjà une première illustration des trois potentiels de résistances sensiblement différents de ces ressources. L'étude présentée par la suite va confirmer ces observations.

Durant cette étude, les quatre modes de mise en œuvre préalablement décrits ont été testés sur toutes les terres, formulées avec et sans HMP. Les différentes formulations des terres ont été mises en œuvre à différentes teneurs en eau optimales pour chaque procédé utilisé, précédemment déterminées lors du chapitre III. L'évolution des résistances à la compression en fonction de la masse volumique sèche de ces différents matériaux avec et sans HMP a ainsi pu être tracée sur les figures IV-14 et IV-15. Sur ces deux figures, une référence d'une valeur de 4MPa a été tracée pour comparaison. Elle correspond à la résistance à la compression moyenne d'un bloc de béton aggloméré classiquement utilisé dans le milieu de la construction. Aussi, l'évolution des modules d'élasticité mesurés pour toutes ces méthodes de mise en œuvre a été suivie et est reportée en fonction des masses volumiques sèches mesurées des matériaux dans les figures IV-16 et IV-17.

Sur ces quatre figures les erreurs maximales de mesures des masses volumiques sèches ont été estimées. Ces valeurs de masses volumiques sont obtenues à partir de la mesure des dimensions géométriques des éprouvettes à l'aide de pieds à coulisse à affichage digital en mesurant chaque dimension caractéristique des éprouvettes à trois reprises et à partir de la mesure de leur masse à l'aide d'une balance électrique précise au centième. Ainsi ces prises de mesures sont très dépendantes de l'opérateur et des défauts de surface des éprouvettes, et ne sont pas à négliger pour réaliser une étude rigoureuse portant sur les évolutions des caractéristiques mécaniques des matériaux à base de terre crue. De la même manière les erreurs de mesures des résistances à la compression à l'état sec et des modules d'élasticité de ces matériaux ont été déterminées pour chaque forme d'éprouvette étudiée. Le tableau IV-2 récapitule les valeurs des erreurs de mesures considérées dans cette étude, permettant de tracer des barres d'erreurs cohérentes sur les figures IV-14, IV-15, IV-16 et IV-17. Étant donné que ces figures sont établies à partir de calculs de valeurs moyennes, les barres d'erreurs y étant tracées sont soit les écarts types liés à ces calculs de valeurs moyennes, soit les erreurs types de mesures déterminées (la valeur d'erreur la plus grande a été sélectionnée à chaque fois).

Erreurs relatives maximale calculées			
Forme éprouvettes	**Masse volumique sèche**	**Module d'élasticité**	**Résistance à la compression**
Éprouvettes Moulées 40*40*160 mm³	1,7%	4,6%	2,3%
Éprouvettes Extrudées H=35 mm D=35 mm	2,3%	4,8%	3,2%
Éprouvettes compactées ou vibro-compactées H=70 mm D= 70 mm	1,0%	2,1%	0,8%

Tableau IV-2: Erreurs relatives maximales liées aux incertitudes de mesures sur les 3 formes d'éprouvettes testées.

On peut noter dans un premier temps que les résultats présentés sur les figures IV-14 et IV-15, confirment que chacune des terres étudiées mènent à des caractéristiques mécaniques très variées. Ces terres étant, dans une certaine mesure, assez représentatives de la variabilité des terres qui peuvent être prélevées localement en Bretagne, cette étude permet d'avoir une vision assez globale des potentiels de résistance des matériaux de construction réalisables à base de terre crue dans cette région. Ensuite, les caractéristiques mécaniques des matériaux obtenues, bien qu'elles soient assez variées, semblent toujours suivre une même tendance pour chaque formulation donnée peu importe le mode de mise en œuvre étudié, les résistances augmentant avec les masses volumiques mesurées. Cela permet de confirmer que pour une masse volumique donnée de matériau, le procédé de mise en œuvre n'influence pas outre mesure la résistance mécanique finale du matériau, à part dans certains cas l'extrusion qui semble limiter les résistances mécaniques des matériaux mis en œuvre.

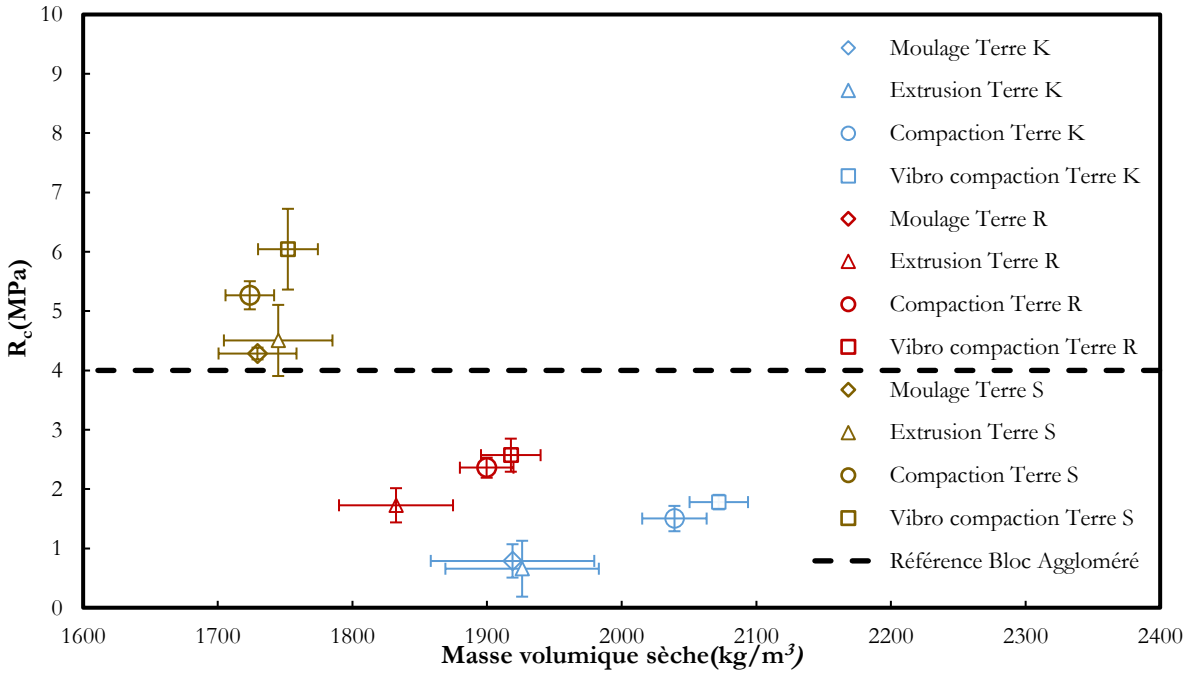


Figure IV-14: Évolution de la résistance à la compression R_c (MPa) en fonction de la masse volumique sèche pour les trois terres K, R et S mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction

Ensuite sur la figure IV-14, pour les échantillons réalisés sans ajout de dispersant, il semble que pour tous les types de sol, la vibro-compaction est le procédé qui permet d'obtenir les meilleures résistances de manière systématique. De plus, pour toutes les terres étudiées, le procédé d'extrusion semble mener à des valeurs très différentes mais globalement faibles de la résistance à la compression au regard des autres procédés de mise en œuvre. Il semble ainsi de prime abord, que ce procédé de mise en œuvre ne soit pas adapté pour atteindre de manière systématique des valeurs élevées de résistance à la compression.

Pour la terre K seule, la compaction semble aussi être un procédé de mise en œuvre efficace, même si elle mène tout de même à des résistances à la compression et des masses volumiques sèches légèrement plus faibles. Le moulage et l'extrusion semblent quant à eux être des procédés de mise en œuvre ne permettant pas facilement et systématiquement d'atteindre des valeurs élevées de résistances à la compression. Pour le moulage, ceci est probablement lié au caractère manuel de la procédure qui induit de fait une variabilité liée à l'opérateur, et aux conditions de réalisation. Pour l'extrusion, précédemment il a été montré que la terre K présentait une valeur d'angle de frottement élevée, augmentant probablement le frottement à l'interface terre/extrudeuse limitant ainsi les résistances atteignables du matériau. Pour cette terre, l'optimisation du procédé de mise en œuvre, en passant du moulage à la vibro-compaction permet de passer d'une résistance moyenne à la compression à l'état sec de 0,79 MPa à 1,78 MPa. L'extrusion impacte sérieusement les caractéristiques mécaniques moyennes atteignables, la résistance moyenne à la compression obtenue étant de 0,66 MPa. Cependant pour la campagne de mesures de perméabilité au gaz, des échantillons de terre K tamisée à 200 µm ont été mis en œuvre et, sans avoir été testées en compression, leur qualité après extrusion semblait bien meilleure.

Pour la terre R, compaction et vibro-compaction mènent à de bonnes caractéristiques mécaniques alors qu'ici aussi l'extrusion ne permet pas d'atteindre ces niveaux de performance et semble même limiter les performances moyennes atteignables. Cela peut encore s'expliquer par le fait que la part argileuse de ce sol est très faible, et que les particules de limon et de sable frottent entre elles et interagissent probablement avec la surface interne de l'extrudeuse, ce qui créé de la friction à la surface de la matière extrudée réduisant finalement ses caractéristiques mécaniques. Ici l'optimisation du procédé de mise en œuvre, en passant de l'extrusion à la vibro-compaction permet de passer d'une résistance moyenne à la compression à l'état sec de 1,73 MPa à 2,57 MPa. De la même façon si seulement la fraction fine de cette terre était extrudée, le matériau à l'état sec pourrait très probablement présenter de meilleures caractéristiques mécaniques. Cette terre R mène, comme prévu, à de meilleures résistances mécaniques que la terre K, ce qui est essentiellement dû à la composition de sa fraction fine et son activité argileuse plus importante.

Pour la terre S seule, la vibro-compaction semble être le meilleur mode de mise en œuvre pour assurer systématiquement des caractéristiques mécaniques élevées, que ce soit les résistances à la compression ou les masses volumiques sèches. La compaction mène aussi régulièrement à de bonnes caractéristiques mécaniques. Les autres méthodes mènent aussi à de bonnes caractéristiques mécaniques mais qui sont un peu trop variables. Contrairement aux terres K et R, la mise en œuvre par extrusion ne semble pas impacter et limiter les résistances mécaniques. La terre S étant plus fine et présentant un angle de frottement interne plus faible, les interactions à l'interface terre/extrudeuse sont probablement plus limitées, et les caractéristiques mécaniques après mise en œuvre sont moins impactées. Pour cette terre, l'optimisation du procédé de mise en œuvre, en passant du moulage à la vibro-compaction permet de passer d'une résistance moyenne à la compression à l'état sec de 4,28 MPa à 6,04 MPa. Il est aussi important de noter que, pour cette terre, les résistances mécaniques à l'état sec obtenues naturellement, c'est-à-dire sans ajout, sont toutes supérieures à 4 MPa ce qui équivaut à la résistance d'un bloc aggloméré de béton trouvé traditionnellement dans le commerce.

Pour toutes les terres mises en œuvre sans ajouts, il apparait de manière générale que des mises en œuvre par compaction ou vibro-compaction sont les solutions les plus appropriées pour en obtenir systématiquement les meilleurs niveaux de masses volumiques sèches et de résistances à la compression à l'état sec. Pour les terres R et K, ces méthodes de mises en œuvre optimisées permettent bien d'améliorer le potentiel « porteur » de la terre crue, mais les résistances à l'état sec ainsi obtenues ne semblent tout de même pas encore suffisantes pour être supérieures à celle d'un bloc aggloméré de ciment par exemple. Il y a ainsi d'autres stratégies qui pourraient permettre d'améliorer ces caractéristiques pour atteindre cet objectif. L'une de ces stratégies est donc de combiner l'optimisation du mode de mise en œuvre, et la formulation du matériau avec un dispersant, comme le HMP par exemple.

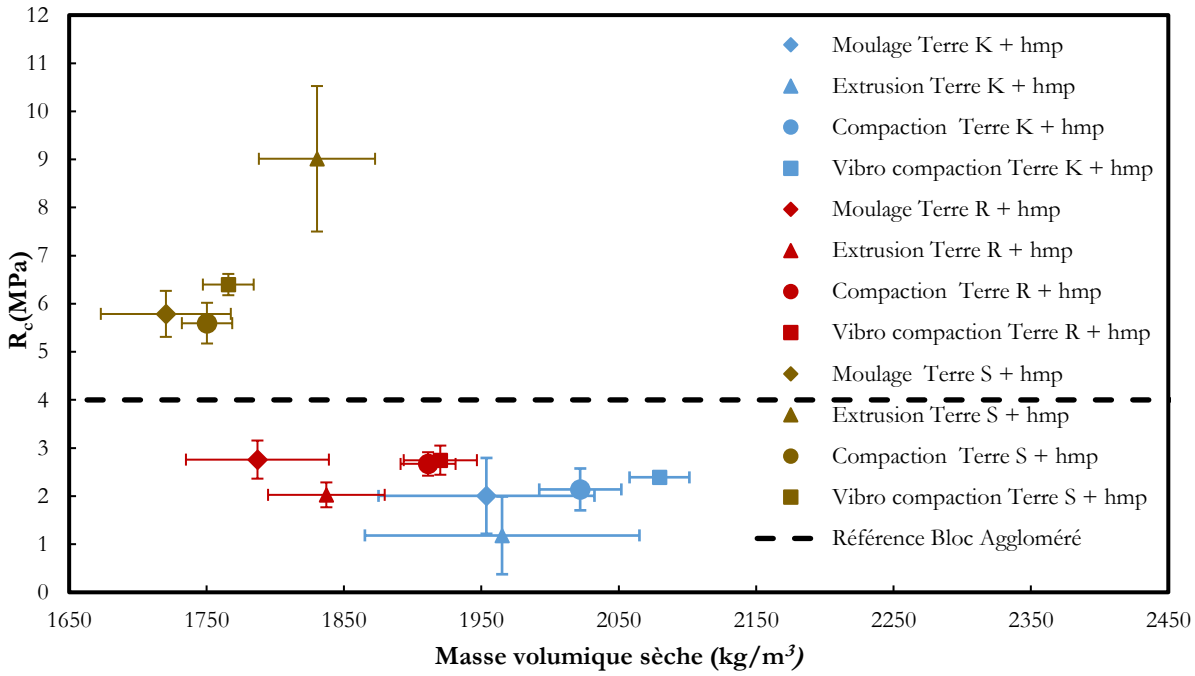


Figure IV-15: Évolution de la résistance à la compression R_c (MPa) en fonction de la masse volumique sèche pour les trois terres K, R et S formulées avec du HMP mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction

Sur la figure IV-15, les échantillons ont été mis en œuvre avec ajout de HMP. Pour tous les types de terres la vibro-compaction semble encore être un très bon moyen pour obtenir régulièrement de bonnes caractéristiques mécaniques. Cependant pour la terre S, l'extrusion mène aux meilleures caractéristiques mécaniques suite à l'ajout du dispersant et semble être un mode de mise en œuvre particulièrement adapté pour une terre argileuse comme la terre S dont la fraction fine est efficacement dispersée. Toutefois l'ajout de dispersant semble vraiment être primordial pour obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques d'un matériau extrudé. Pour les terres R et K, même l'ajout de dispersant ne permet pas d'atteindre de bonnes caractéristiques mécaniques par extrusion, le caractère pas assez fin et argileux de ces terres en étant très probablement la principale cause.

Pour toutes les formulations de terres testées, un mode de mise en œuvre optimisé au mieux, permet de viser régulièrement des résistances à la compression supérieure à 2 MPa voire 2,5 MPa. Pour la terre K formulée avec du HMP, l'optimisation du procédé de mise en œuvre, en passant du moulage à la vibro-compaction permet de passer d'une résistance moyenne à la compression à l'état sec de 2 MPa à 2,39 MPa alors que l'extrusion limite cette résistance moyenne à 1,18 MPa. Pour la terre R formulée avec du HMP, la résistance moyenne à la compression à l'état sec reste stable à environ 2,75 MPa pour les mises en œuvre par moulage, compaction ou vibro-compaction alors que l'extrusion limite cette résistance moyenne à 2,03 MPa. La vibro-compaction de cette terre R formulée avec du HMP permet d'augmenter considérablement les niveaux de masse volumique sèche. Enfin pour la terre S, l'optimisation du procédé de mise en œuvre, en passant du moulage à la vibro-compaction, permet de passer d'une résistance moyenne à la compression à l'état sec de 5,79 MPa à 6,4 MPa alors que la mise en œuvre par extrusion conduit à une résistance moyenne plus élevée de 9 MPa. Il est important de noter que les éprouvettes réalisées par extrusion présentent les plus petites dimensions de toutes les éprouvettes testées dans cette étude malgré un élancement similaire, dimensions qui peuvent induire une surestimation de la résistance mécanique mesurée [219]. Finalement, deux modes de mise en œuvre semblent être des méthodes efficaces et optimisées pour viser de hautes performances mécaniques.

La vibro-compaction, pour toutes les terres étudiées, avec ou sans dispersant, semble être un bon procédé pour atteindre régulièrement de bonnes caractéristiques mécaniques en optimisant la masse volumique sèche des matériaux. Ce mode de mise en œuvre permet dans les meilleurs cas d'atteindre les résistances moyennes à la compression suivantes : 2,4 MPa pour la terre K formulée avec du HMP, 2,75 MPa pour la terre R

formulée avec du HMP et 6,4 MPa pour la terre S formulée avec du HMP. L'ajout de dispersant à la mise en œuvre apparait presque indispensable pour optimiser au mieux ces caractéristiques.

L'extrusion, pour les terres présentant une part argileuse suffisamment grande et formulées avec un dispersant, permet cependant d'atteindre les plus grandes caractéristiques mécaniques possibles : on obtient une résistance à la compression moyenne maximale de 9 MPa pour la terre S formulée avec du HMP.

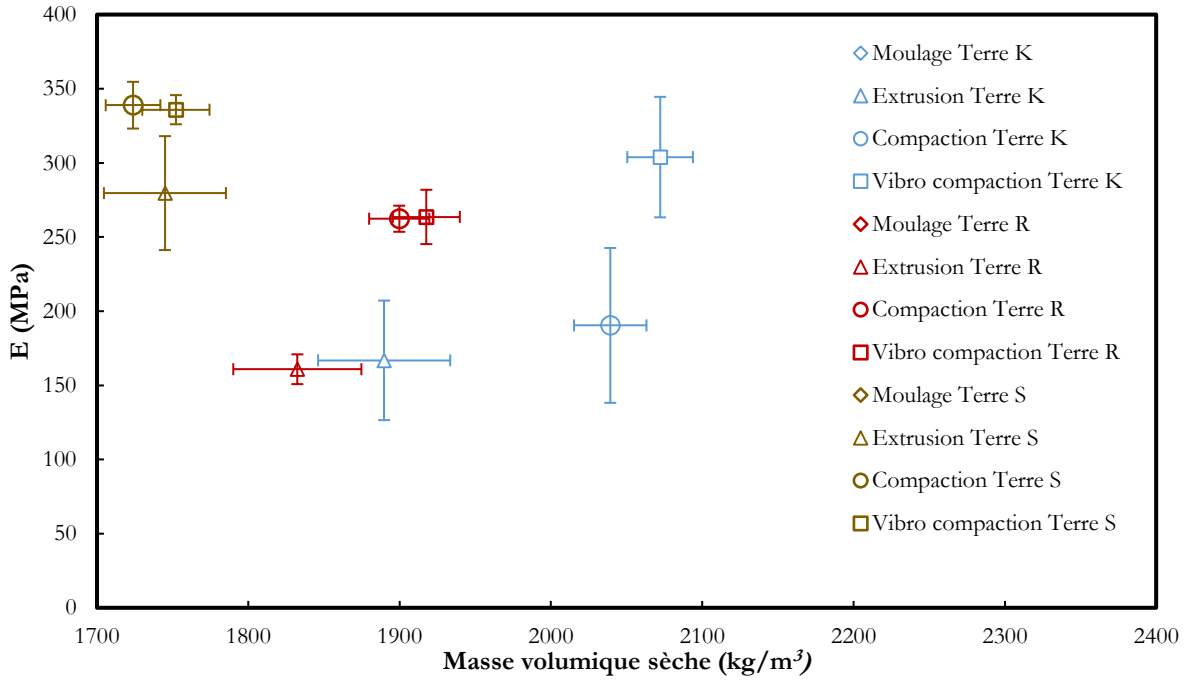


Figure IV-16: Évolution des modules d'élasticité (MPa) en fonction de la masse volumique sèche pour les trois terres K, R et S mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction

En ce qui concerne les modules d'élasticité, comme lors de l'étude précédente, l'impact du mode mise en œuvre semble moins flagrant, cette caractéristique étant plutôt liée et influencée par la nature du sol que part le mode de mise en œuvre. Cependant sur la figure IV-16 certaines tendances apparaissent à propos de l'optimisation éventuelle de ce module d'élasticité à l'aide du mode de mise en œuvre. Pour les trois terres mises en œuvre sans ajouts, il semble encore une fois que l'optimisation de leurs masses volumiques sèches à l'aide de la vibro-compaction permet à chaque fois d'obtenir les modules d'élasticité moyens les plus élevés. Pour la terre K seule, le passage de l'extrusion à la vibro-compaction permet d'optimiser le module d'élasticité à l'état sec de 165 MPa à 300 MPa environ. Pour la terre R seule, le passage de l'extrusion à la vibro-compaction permet d'optimiser le module d'élasticité à l'état sec de 160 MPa à 265 MPa environ. Pour la terre S seule, le passage de l'extrusion à la vibro-compaction permet d'optimiser le module d'élasticité à l'état sec de 280 MPa à 365 MPa environ.

Enfin, l'ajout de HMP lors de la mise en œuvre de ces trois types de terre peut aussi permettre aussi d'optimiser encore plus les masses volumiques sèches des matériaux mis en œuvre dans certains cas. En effet, sur la figure IV-17, si pour la terre K et la terre R formulées avec du HMP ces modules d'élasticité ne semblent pas vraiment augmentés (voire diminués dans le cas de l'extrusion), les modules d'élasticité obtenus pour la terre S le sont dans le cas de l'extrusion et du moulage. En effet le module d'élasticité moyen obtenu pour cette terre S formulée avec du HMP et extrudée est de 460 MPa environ.

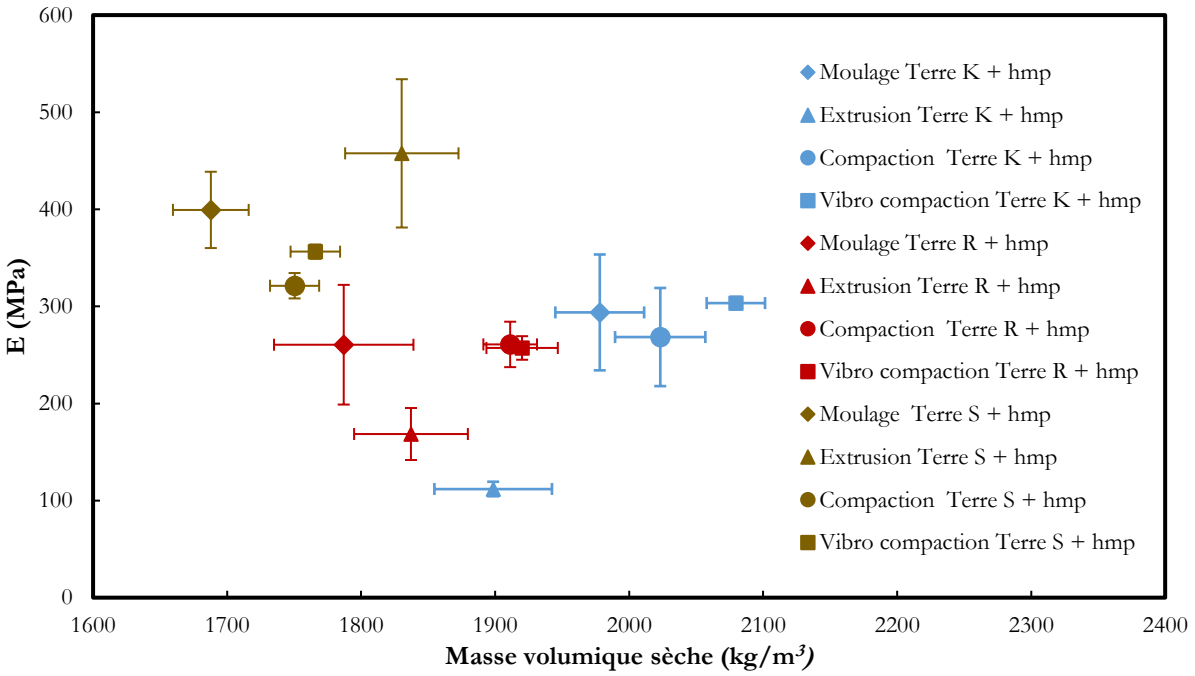


Figure IV-17: Évolution des modules d'élasticité (MPa) en fonction de la masse volumique sèche pour les trois terres K, R et S formulées avec du HMP mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction

Globalement cette étude a mis en évidence quelques stratégies clefs assez simples à adopter lors de la mise en œuvre de blocs de terre crue pour en optimiser systématiquement les caractéristiques mécaniques à l'état sec : la masse volumique sèche, la résistance à la compression et le module d'élasticité. D'abord optimiser chaque matériau à un mode de mise en œuvre donné en limitant sa teneur en eau au maximum et en le formulant avec un dispersant semble assez efficace pour en améliorer ses caractéristiques à l'état sec. Ensuite certains modes de mise en œuvre comme l'extrusion quand le matériau est suffisamment argileux, fin et dispersé permettent aussi d'optimiser ces caractéristiques obtenues. Enfin un procédé de mise en œuvre innovant a aussi été mis en valeur : en effet la vibro-compaction de ces matériaux a permis systématiquement d'atteindre des caractéristiques mécaniques élevées pour chacun d'entre eux, surtout quand ils étaient formulés avec du HMP.

Si les caractéristiques mécaniques des terres étudiées ont pu être optimisées et si la terre S peut facilement présenter des niveaux de résistance à l'état sec supérieurs à ceux de blocs agglomérés de ciment (4 MPa), pour les terres K et R les résistances à l'état sec restent encore un peu trop faibles pour que ces matériaux puissent être facilement porteurs pour des bâtiments en R+3 étant donné qu'une légère variation de la teneur en eau peut vite impacter leurs résistances à la compression. L'optimisation du mode de mise en œuvre et de la formulation avec un dispersant comme le HMP paraissent être des techniques efficaces. Cependant cela ne semble pas encore suffisant pour assurer la fabrication d'un matériau à base de terre crue, porteur sans être formulé avec des liants hydrauliques. Une dernière stratégie d'optimisation peut alors être envisagée : la formulation des terres prélevées avec des ajouts bio-sourcés sélectionnés pour leur capacité à assurer ponctuellement de meilleures résistances à l'état sec, et pour limiter la diminution de résistance liée à l'augmentation de la teneur en eau du matériau mis en œuvre. Cet aspect particulier de la formulation va donc être étudié dans la partie suivante.

3. Formulations avec des ajouts bio-sourcés : évolution des caractéristiques mécaniques à l'état sec puis en service

Dans cette section, l'influence de la formulation avec des ajouts bio-sourcés pour deux terres différentes (K et S) sur leurs résistances et comportements soumises à des variations d'humidité et des cycles d'humidification/séchage va donc être évaluée. Pour chaque terre, six formulations différentes (neuf éprouvettes 40*40*160, soit 18 demi-éprouvettes pour chaque formulation) ont été étudiées, avec les ajouts suivants : HMP, Xan 0,5%, HDL 1%, HDL 2%, Tan 0,4% et Cas 1% selon la procédure décrite dans le paragraphe 1 de ce chapitre. Les éprouvettes de chacune des formulations de chacune des deux terres ont été mises en œuvre selon le même procédé, à une consistance uniforme, afin que, quel que soit le mode de mise en œuvre, elles présentent des masses volumiques sèches uniformes et comparables pour une formulation donnée. Comme les caractéristiques de certains ajouts modifient le comportement rhéologique, il n'est pas évident de viser une masse volumique sèche commune à toutes les formulations d'une terre. Mais ces variations de masses volumiques entre formulations sont aussi représentatives des effets des ajouts testés. L'important dans cette étude était plutôt de chercher à avoir des éprouvettes les plus similaires possibles au sein d'une même formulation, afin d'évaluer au mieux l'influence seule de l'ajout bio-sourcé étudié.

a) Évolution de la résistance à la compression, et à la flexion avec la teneur en eau

Les cinq premières éprouvettes de chaque formulation ont donc d'abord été étudiées après avoir été soumises à différentes ambiances une fois après avoir été séchée à l'étuve : deux demi-éprouvettes stabilisées à 20°C et 50% d'humidité relative puis testées en compression, et huit demi-éprouvettes, initialement sèches, testées en compression, après avoir passé différentes périodes ($t_{ch\ hum}$) en chambre humide à 23°C et 98% d'humidité relative. Les éprouvettes, quand elles ont été séparées en deux demi-éprouvettes, ont aussi été testées en flexion après différentes périodes d'exposition à différentes atmosphères plus ou moins humides. Cette étude a ainsi permis de tracer plusieurs courbes pour toutes les formulations des terres K et S étudiées :

- R_c (résistances à la compression en MPa) en fonction de $W_{\%}$, représentées sur les figures IV-18 et IV-19 pour les terres K et S.
- R_c (résistances à la compression en MPa) en fonction de $t_{ch\ hum}$, représentées sur les figures IV-20 et IV-21 pour les terres K et S.
- $W_{\%}$ en fonction de $t_{ch\ hum}$, représentées sur les figures IV-22 et IV-23 pour les terres K et S.
- R_f (résistances à la flexion en MPa) en fonction de $W_{\%}$, représentées sur les figures IV-24 et IV-25 pour les terres K et S.
- E (Module d'élasticité en MPa) en fonction de W%, représentées sur les figures IV-26 et IV-27 pour les terres K et S.

Sur les premiers graphiques IV-18 et IV-19, les masses volumiques sèches moyennes des formulations testées sont aussi notées pour information. Sur les graphiques IV-18, IV-19, IV-24, IV-25, IV-26 et IV-27 les zones bleues correspondent à la gamme de teneurs en eau généralement observées sur les matériaux stabilisés naturellement à l'air en conditions normales (autour de 20°C avec une humidité relative moyenne de 50%). Pour la terre K ces teneurs en eau sont inférieures à 0,25% et pour la terre S, ces teneurs en eau sont plutôt de l'ordre de 1% (entre 0,5% pour les formulations avec HDL et 1,5% pour la terre S seule). Les valeurs de résistances obtenues dans ces gammes de teneurs en eau donnent un bon aperçu des résistances apportées par les ajouts sur les blocs de terre crue en conditions « normales » d'utilisation.

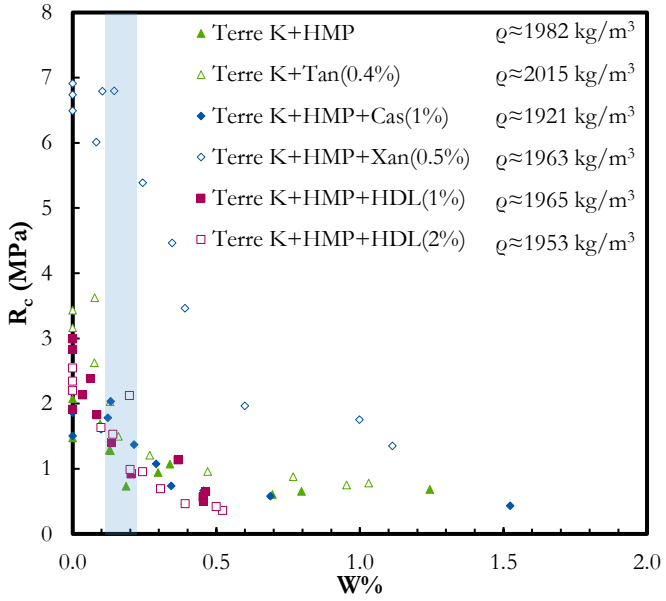


Figure IV-18: Évolution de la résistance à la compression en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K

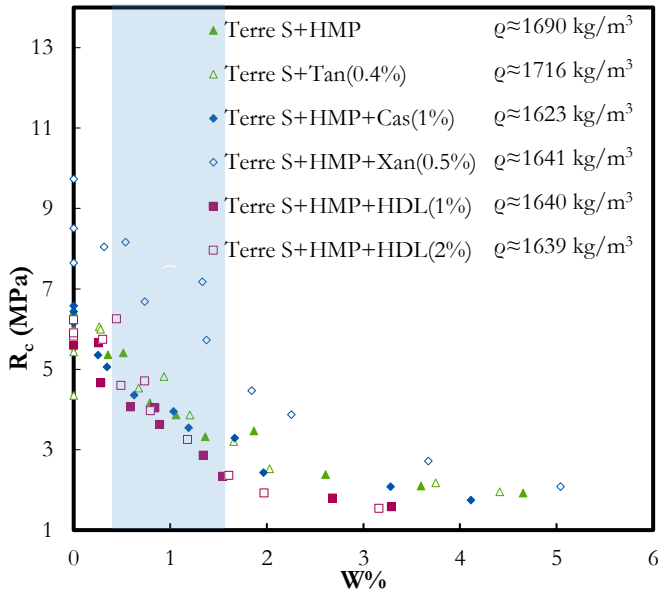


Figure IV-19: Évolution de la résistance à la compression en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S

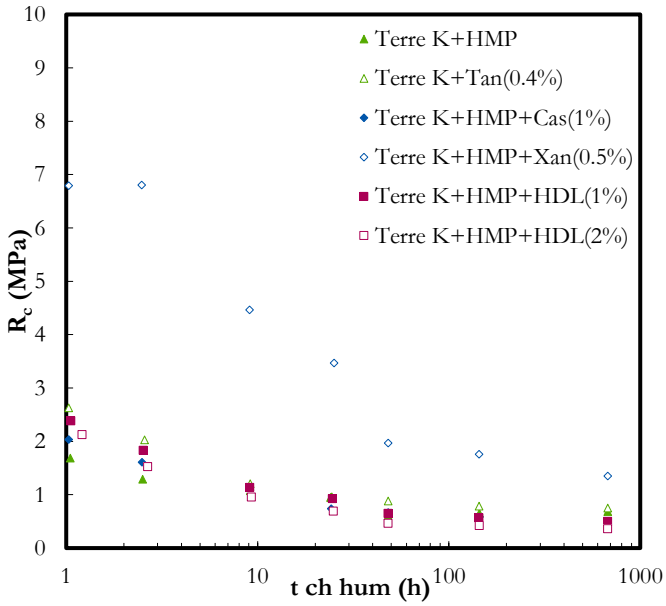


Figure IV-20: Évolution de la résistance à la compression en fonction du temps passé en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K

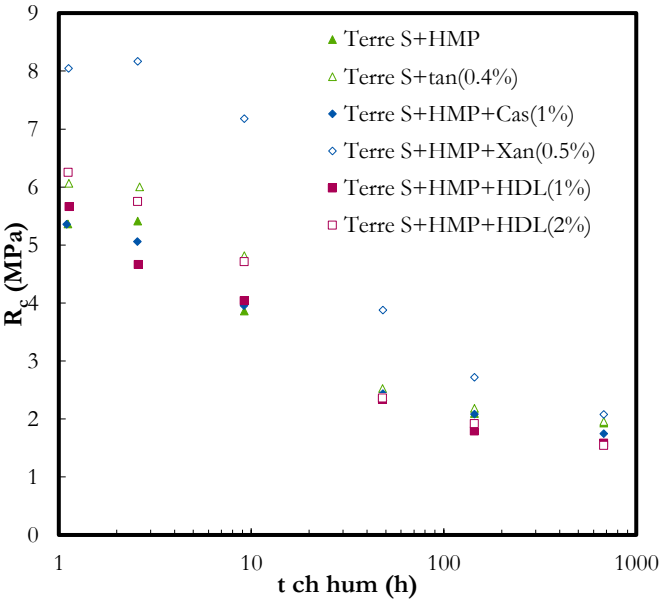


Figure IV-21: Évolution de la résistance à la compression en fonction du temps passé en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S

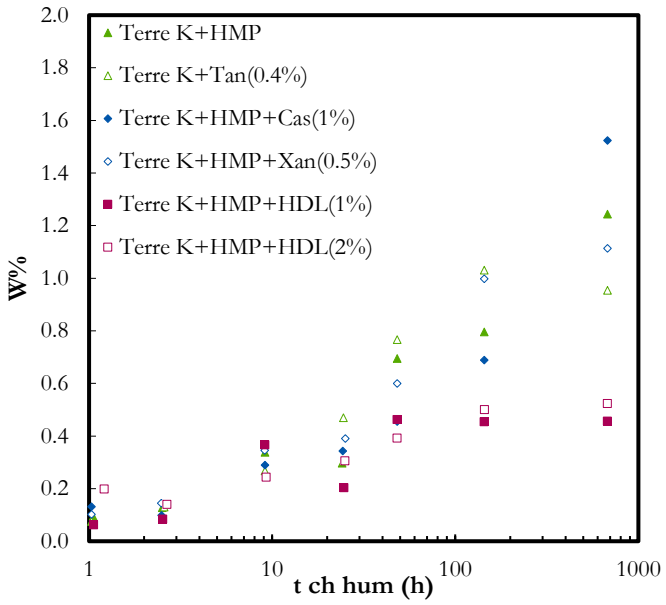


Figure IV-22: Évolution de la teneur en eau des matériaux en fonction du temps passé en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K

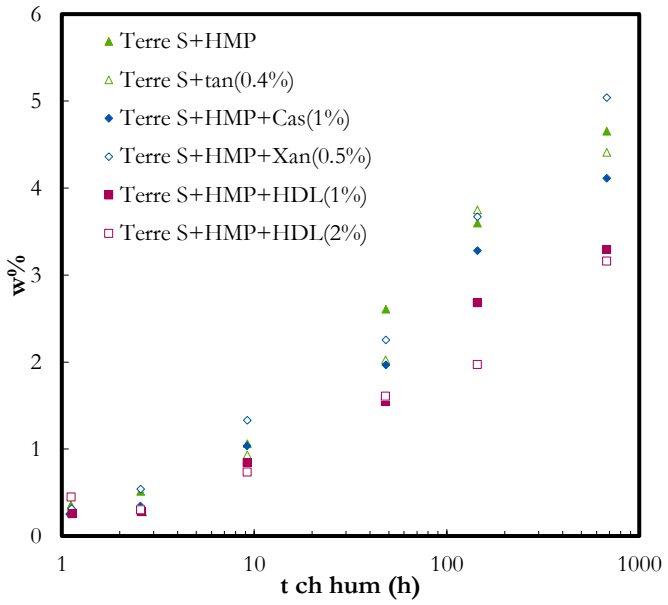


Figure IV-23: Évolution de la teneur en eau des matériaux en fonction du temps passé en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S

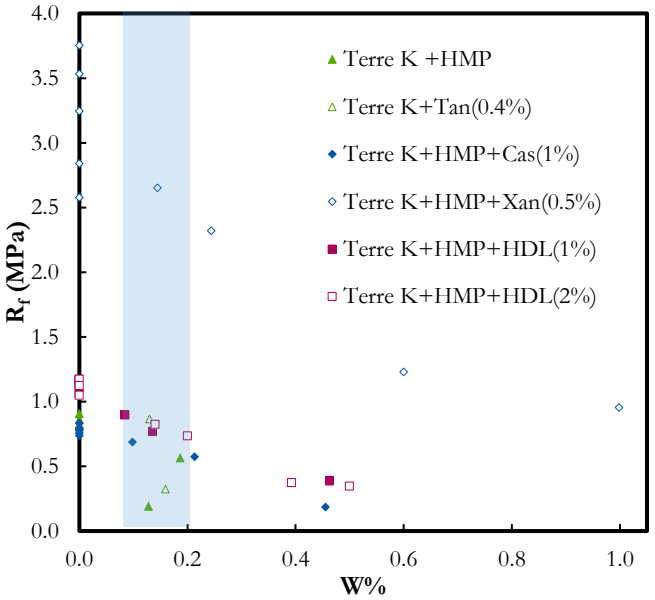


Figure IV-24: Évolution de la résistance à la flexion en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K

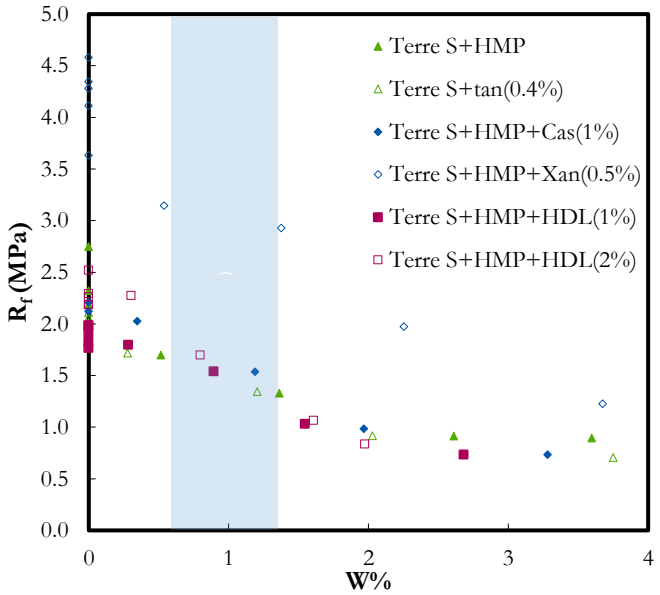


Figure IV-25: Évolution de la résistance à la flexion en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S

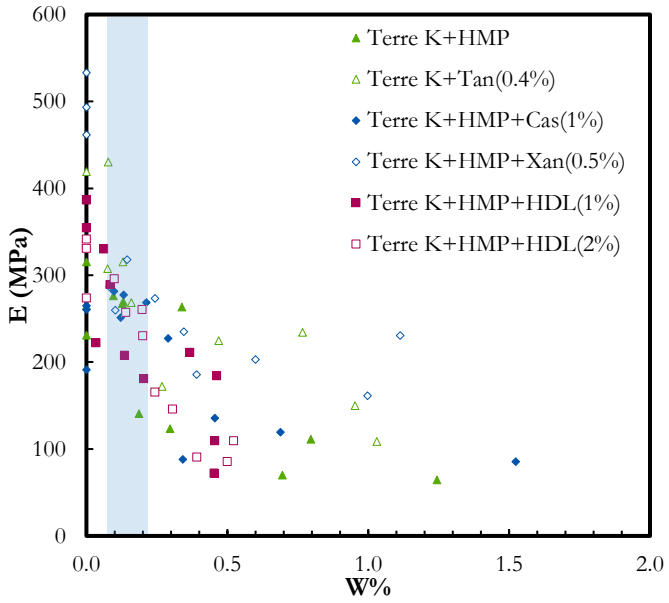


Figure IV-26: Évolution du module d'élasticité en compression en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre K

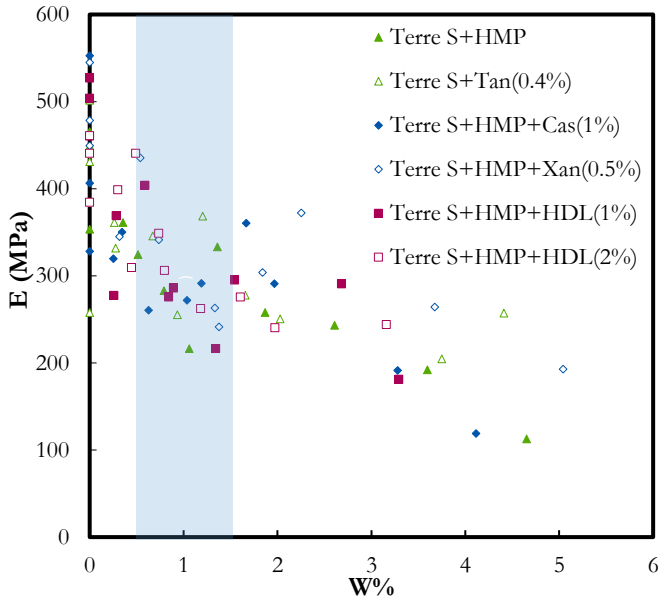


Figure IV-27: Évolution du module d'élasticité en compression en fonction de la teneur en eau du matériau soumis à une exposition plus ou moins prolongée à l'humidité en chambre humide (23°C, 98%HR) pour plusieurs formulations de la terre S

D'abord, il est important de noter que pour chaque série d'éprouvettes d'une formulation donnée, les masses volumiques mesurées de toutes les éprouvettes sont équivalentes et présentent peu d'écart. Le tableau IV-2 présente les moyennes de chacune des formulations testées avec les écarts types calculés. Les écarts types ne varient pas de plus de 16 kg/m³ par rapport aux moyennes calculées, restant dans les marges d'erreurs de mesures, les masses volumiques peuvent donc être considérées quasiment constantes pour une formulation de terre donnée. L'analyse des résultats obtenus lors de cette étude (figures IV-18 à IV-27) sera réalisée en traitant de l'impact des ajouts les uns après les autres.

Ajouts	Terre K		Terre S	
	Masse volumique sèche (kg/m³)	Écart-type (kg/m³)	Masse volumique sèche (kg/m³)	Écart-type (kg/m³)
HMP	1982	12,9	1690	8,5
Tan (0,4%)	2015	9,1	1716	5,0
HMP-Cas(1%)	1921	15,7	1623	3,3
HMP-Xan(0,5%)	1963	5,7	1641	11,1
HMP-HDL(1%)	1965	7,3	1640	8,9
HMP-HDL(2%)	1953	6,9	1639	15,6

Tableau IV-3: Masses volumiques moyennes et écarts-types calculés pour chacune des formulations des terres K et S testées

Ajout de HMP

Les formulations des deux terres K et S, servent ici de références. Elles donnent une vision assez claire de l'évolution de caractéristiques mécaniques des matériaux à base de terre crue exposés à des variations d'humidité et la forme des courbes observées pour les résistances à la compression et modules d'élasticité mesurés(Figures IV-18, IV-19, IV-24, IV-25, IV-26 et IV-27) est similaire aux tendances déjà observées dans la littérature[88, 90]. Les figures IV-20 à 23 permettent aussi d'illustrer sous un premier angle les cinétiques de prise de teneur en eau de ces différentes terres en fonction du temps que les échantillons passent exposés à une atmosphère très humide (23°C, 98%HR).

Pour la terre K, la résistance à la compression passe de 2,2 MPa à l'état sec, à 0,7 MPa à une teneur en eau de 1,25%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,1% à 0,25%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service mis en œuvre dans un bâtiment, les résistances à la compression varient de 1 MPa à 1,3 MPa. La terre K formulée avec du HMP atteint une teneur en eau de 1,25% après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). La terre K formulée avec du HMP présente une résistance à la flexion d'environ 0,85 MPa à l'état sec qui chute entre 0,2 et 0,6 MPa à une teneur en eau comprise entre 0,19% et 0,13%.

Pour la terre S, la résistance à la compression passe de 6 MPa (3 valeurs entre 5,6 et 6,4 MPa) à l'état sec, à 1,9 MPa à une teneur en eau de 4,65%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,8% à 1,4%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service mis en œuvre dans un bâtiment, les résistances à la compression varient de 3,3MPa à 4,2 MPa. La terre S formulée avec du HMP atteint une teneur en eau de 4,65% après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). La terre S formulée avec du HMP présente une résistance à la flexion moyenne d'environ 2,2 MPa à l'état sec qui chute à 0,9 MPa à une teneur en eau de 3,6%.

Ajout de tanins

Les formulations avec des tanins présentent de manière générale des résistances à la compression légèrement supérieure à celles obtenues pour les formulations de référence avec du HMP. Il faut cependant noter que les masses volumiques des éprouvettes de ces séries sont aussi légèrement supérieures. Il est ainsi peu aisé d'évaluer si le gain de résistance est attribuable à la défloculation des argiles par les tanins (qui a permis de viser de plus grandes masses volumiques sèches) ou à l'action potentielle des ions multivalents pouvant être présent dans les terres étudiées libérés par les tanins, phénomène parfois décrit dans la littérature [25, 119, 120, 138].

Pour la terre K formulée avec 0,4% de tanins, la résistance à la compression passe d'environ 3,5 MPa (entre 3,15 et 3,65 MPa) à l'état sec, à 0,75 MPa à une teneur en eau de 0,95%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,08% à 0,16%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service, les résistances à la compression varient de 1,5 MPa à 3,6 MPa. Cette formulation atteint une teneur en eau de 0,95% après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). La terre K formulée avec 0,4% de tanins présente une résistance à la flexion d'environ 1,1 MPa à l'état sec qui chute entre 0,3 et 0,9 MPa à une teneur en eau comprise entre 0,16% et 0,13%.

Pour la terre S formulée avec 0,4% de tanins, la résistance à la compression passe d'environ 6 MPa (4 valeurs entre 5,45 et 6,1 MPa) à l'état sec, à environ 2 MPa à une teneur en eau de 4,41%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,7% à 1,2%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service, les résistances à la compression varient de 3,9 MPa à 4,5 MPa. Cette formulation atteint une teneur en eau de 4,41% après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). La terre S formulée avec 0,4% de tanins présente une résistance à la flexion moyenne d'environ 2 MPa à l'état sec qui chute à 0,7 MPa à une teneur en eau de 3,75% et qui est de 1,3 MPa à une teneur en eau de 1,2%.

Dans l'ensemble, il apparait que les tanins semblent apporter un léger gain de résistance aux deux matériaux K et S étudiés, limitant légèrement leur prise d'humidité, limitant ainsi leur perte de résistance avec la prise de teneur en eau dans le temps et optimisant légèrement leurs caractéristiques mécaniques, surtout à l'état sec.

Ajout de caséine

Ici, la caséine a été ajoutée à la formulation directement sous forme de poudre, sans faire évoluer le pH du milieu à la mise en œuvre comme suggéré et conseillé dans différentes publications de la littérature [119, 120]. L'objectif était d'utiliser des ajouts sous leur forme la plus simple possible, sans complexifier les étapes

de formulation et de mise en œuvre et d'observer si la caséine, peu dispersée malgré la présence de HMP dans la formulation, permettait quand même de rendre les matériaux terre moins sensibles à l'eau. Les résultats obtenus n'ont pas été vraiment significatifs, ce qui ne veut absolument pas dire que cet ajout est inefficace, c'est plutôt la manière dont elle a été mise en œuvre dans ces travaux qui n'a surement pas été optimisée. Des campagnes d'essais plus maitrisées pourraient permettre de mieux mettre en valeur le potentiel de cet ajout, en faisant par exemple évoluer le pH du milieu pour dissocier les micelles de caséine et les rendre disponibles pour renforcer les liaisons entre les grains composant les fractions fines des terres étudiées.

Pour la terre K formulée avec 1% de caséine et du HMP, la résistance à la compression passe d'environ 1,9 MPa (entre 1,5 et 2,2 MPa) à l'état sec, à 0,43 MPa à une teneur en eau de 1,52%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,12% à 0,21%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service mis en œuvre dans un bâtiment, les résistances à la compression varient de 1,4 MPa à 1,8 MPa. Cette formulation atteint une teneur en eau élevée de 1,52% après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). Cette formulation présente une résistance à la flexion d'environ 0,8 MPa à l'état sec qui diminue entre 0,6 et 0,7 MPa à une teneur en eau comprise entre 0,1% et 0,21% et qui enfin diminue à 0,2 MPa à une teneur en eau de 0,46%.

Pour la terre S formulée avec 1% de caséine et du HMP, la résistance à la compression passe d'environ 6,4 MPa à l'état sec, à environ 1,75 MPa à une teneur en eau de 4,12%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,6% à 1,2%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service mis en œuvre dans un bâtiment, les résistances à la compression varient de 3,5 MPa à 4,4 MPa. Cette formulation atteint une teneur en eau de 4,12% après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). Cette formulation présente une résistance à la flexion moyenne d'environ 2 MPa à l'état sec qui chute à 0,75 MPa à une teneur en eau de 3,28% et qui est de 1,55 MPa à une teneur en eau de 1,2%.

Finalement la caséine ajoutée dans ces conditions ne semble pas vraiment impacter les résistances finales du matériau, ne limitant pas les pertes de résistances à la compression avec l'augmentation des teneurs en eau des matériaux étudiés. Elle semble tout de même légèrement limiter la prise de teneur en eau suite à exposition à des atmosphères saturées en humidité.

Ajout de gomme xanthane

Les formulations avec de la gomme xanthane apparaissent ici comme les plus prometteuses, et ce pour les deux types de terres testées. En effet l'ajout de seulement 0,5% de gomme xanthane en masse de terre sèche permet d'augmenter considérablement les résistances à l'état sec. Notamment, pour la terre K à faible potentiel de résistances, l'ajout de gomme xanthane permet de multiplier par un facteur supérieur à 3 les résistances. Ce même ajout permet aussi d'augmenter légèrement la résistance à la compression à l'état sec de la terre S, menant naturellement à de bons niveaux de résistance, en la multipliant par 1,5. Cet ajout permet en plus de limiter très fortement la perte de résistance avec l'augmentation de la teneur en eau des matériaux testés, mais n'empêche pas leur prise de teneur en eau lorsqu'ils sont soumis à des atmosphères saturées en humidité.

Pour la terre K formulée avec 0,5% de gomme xanthane et du HMP, la résistance à la compression passe d'environ 6,7 MPa (entre 6,5 et 6,9 MPa) à l'état sec, à 1,35 MPa à une teneur en eau de 1,11%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,08% à 0,24%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service mis en œuvre dans un bâtiment, les résistances à la compression varient de 5,4 MPa à 6 MPa. Cette formulation atteint une teneur en eau élevée de 1,11% après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). Cette formulation présente une résistance à la flexion moyenne d'environ 3,2 MPa à l'état sec qui diminue entre 2,3 et 2,65 MPa à une teneur en eau comprise entre 0,14% et 0,24% et qui enfin diminue à 0,95 MPa à une teneur en eau de 1%.

Pour la terre S formulée avec 0,5% de gomme xanthane et du HMP, la résistance à la compression passe d'environ 8,6 MPa à l'état sec, à environ 2,1 MPa à une teneur en eau de 5%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,7% à 1,4%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service mis en œuvre dans un bâtiment, les résistances à la compression varient de 5,7 MPa à 6,7 MPa. Cette formulation atteint une teneur en eau de 4,12% après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). Cette formulation présente une résistance à la flexion moyenne d'environ 4,2 MPa à l'état sec qui chute à 1,2 MPa à une teneur en eau de 3,7% et qui est de 2,9 MPa à une teneur en eau de 1,4%.

Cet ajout est donc bien le plus prometteur parmi ceux étudiés jusqu'ici, augmentant considérablement les résistances mécaniques des terres étudiées à l'état sec, permettant de dépasser largement des résistances à la compression de 4 MPa, limitant la perte de résistance due à la prise d'humidité, assurant des résistances supérieures à 5,4 MPa dans les conditions de teneurs en eau représentatives des conditions de service pour toutes les terres. De prime abord, cet ajout ne semble pas non plus limiter la prise d'humidité du matériau lorsqu'il est soumis à des conditions atmosphériques saturées en humidité, et donc ne devrait pas s'opposer au transfert de vapeur d'eau dans celui-ci. De plus, la proportion de l'ajout dans les matériaux reste très limitée et semble donc permettre de stabiliser les matériaux avec un impact environnemental qui restera assez limité. Cet ajout étant couramment utilisé dans le domaine de l'industrie agroalimentaire, lors de sa fabrication et après la fermentation d'origine créant la gomme xanthane, il est purifié chimiquement par divers procédés pour qu'il soit conforme aux normes agroalimentaires. Un objectif intéressant ici serait d'utiliser la gomme xanthane brute, avant purifications chimiques pour encore plus limiter son impact environnemental. Cela pourrait faire l'objet d'études prochaines plus approfondies.

Ajout d'huile de lin

Deux formulations différentes avec de l'huile de lin ont été étudiées ici. Dans les deux cas, l'huile de lin ne semble pas freiner la perte de résistance à la compression avec la teneur en eau mais ralentit la cinétique de prise de teneur en eau quand les matériaux sont soumis à des atmosphères saturées en humidité. Cependant la résistance à la compression chute avec la teneur en eau légèrement plus vite que celle des autres formulations. Ainsi l'effet de l'huile de lin n'apparait pas dans cette étude comme renforçant les résistances à la compression des matériaux en service et soumis à des variations d'humidité. Cependant son caractère hydrophobe freinant l'absorption d'humidité reste très intéressant pour protéger un matériau présentant naturellement de bonnes caractéristiques mécaniques. Aussi l'huile de lin semble améliorer légèrement la résistance à la flexion des matériaux.

Pour la terre K formulée avec 2% d'huile de lin et du HMP, la résistance à la compression passe d'environ 2,4 MPa à l'état sec, à 0,4 MPa à une teneur en eau de 0,52%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,1% à 0,2%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service mis en œuvre dans un bâtiment, les résistances à la compression varient de 1 MPa à 1,6 MPa. Cette formulation atteint une teneur en eau de 0,52% après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). Cette formulation présente une résistance à la flexion moyenne d'environ 1,1 MPa à l'état sec qui diminue entre 0,7 et 0,8 MPa à une teneur en eau comprise entre 0,14% et 0,2% et qui enfin diminue à 0,35 MPa à une teneur en eau de 0,5%.

Pour la terre S formulée avec 2% d'huile de lin et du HMP, la résistance à la compression passe d'environ 6 MPa à l'état sec, à environ 1,5 MPa à une teneur en eau de 3,16%. Dans les gammes de teneurs en eau s'échelonnant de 0,5% à 0,8%, caractéristiques de l'état de teneur en eau que ce matériau devrait présenter de manière générale en service mis en œuvre dans un bâtiment, les résistances à la compression varient de 4 MPa à 4,6 MPa. Cette formulation atteint une teneur en eau de 3,16% seulement après une exposition de 678h, soit plus de 28 jours, à une atmosphère presque saturée en humidité (23°C, 98% HR). Cette formulation présente une résistance à la flexion moyenne d'environ 2,3 MPa à l'état sec qui chute à 0,85 MPa à une teneur en eau de 2% et qui est de 1,7 MPa à une teneur en eau de 0,8%.

Cet ajout dosé à 1% ou 2%, sans augmenter la résistance des terres étudiées, permet quand même de limiter leurs cinétiques d'absorption d'eau dans le temps et pourrait ainsi freiner durablement la perte de résistance

observée avec la prise de teneur en eau, à condition de mettre en œuvre correctement les matériaux afin d'en optimiser les caractéristiques initiales.

De manière générale les observations réalisées sur les évolutions des modules d'élasticités mesurés (figures IV-26 et IV-27) sont moins flagrantes. Ces modules diminuent à mesure que la teneur en eau des formulations testées augmente. Certains ajouts comme la gomme xanthane ou les tanins, semblent les améliorer légèrement, surtout à l'état sec, mais globalement dans les gammes de teneurs en eau représentatives des conditions d'utilisation des matériaux, ils sont échelonnés entre 150 et 350 MPa pour la terre K et entre 200 et 450 MPa pour la terre S.

Cette étude a permis d'identifier deux types d'ajouts préservant de manières différentes les caractéristiques mécaniques en services des matériaux de construction à base de terre crue et limitant leur sensibilité à l'eau : la gomme xanthane d'abord, et l'huile de lin potentiellement. Les mécanismes potentiels de protection induits par ces ajouts qui seront observés plus en détails dans le chapitre suivant, semblent de prime abord très différents. La gomme xanthane semble renforcer les liaisons internes entre les grains des terres sans pour autant « imperméabiliser le matériau » en créant de nouvelles liaisons moins sensibles à l'eau. L'huile de lin et son caractère hydrophobe va quant à elle potentiellement recouvrir les liaisons entre les grains de la terre d'une fine couche hydrophobe et ainsi limiter les interactions possibles entre argiles et eau dans les matériaux.

b) Impacts des cycles d'humidification/séchage sur les résistances à la compression de formulations choisies des terres K et S.

L'impact de cycles humidification/séchage successifs appliqués à des éprouvettes de différentes formulations des terres K et S sur leurs résistances à la compression a aussi été évalué. Des cycles de 24h d'humidification et de 24 h de séchage et d'autres cycles de 7 jours d'humidification et de 1 jour de séchage ont été appliqués à ces éprouvettes afin de suivre ces évolutions de caractéristiques mécaniques. Le tableau IV-4 présente les résultats obtenus pour les différentes formulations de la terre K. Les résultats obtenus pour la terre S sont assez similaires et sont disponibles dans le tableau IV-5.

Formulation Terre K	Cycles subis	0	3,5 x (24h)	0,5 x (24h)	4 x (24h)	1 x (24h)	4 x (24h) + 1 x (7j)	0	4 x (24h) + 2 x (7j)	0	Effet de 3 cycles (24h) sur Rc			Effet de 1 cycle 7j sur la Rc		Effet de 2 cycles 7j sur la Rc	
	Éprouvette	*2a*	*6a*	*6b*	*7a*	*7b*	*8a*	*8b*	*9a*	*9b*	État sec	État humide		État sec		État sec	
HMP	Rc (MPa)	2,30	0,84	0,95	2,29	2,40	2,05	2,07	2,46	1,48	-4,4	-12,4	%	-1,2	%	+40,1	%
	W%	0,00	0,30	0,30	0		0		0		-0,10	-0,10	MPa	-0,03	MPa	+0,99	MPa
	ϱ (kg/m3)	1978	1995		1986		1987		1971			ΔW%=	0				
HMP+Cas(1%)	Rc (MPa)	1,86	0,57	0,74	2,09	2,15	1,75	1,50	2,02	2,20	-2,8	-29,8	%	+14,1	%	-9,3	%
	W%	0,00	0,34	0,34	0		0		0		-0,06	-0,17	MPa	+0,25	MPa	-0,19	MPa
	ϱ (kg/m3)	1934	1897		1913		1901		1930			ΔW%=	0				
HMP+HDL(1%)	Rc (MPa)	2,99	0,85	0,92	2,90	2,68	2,40	1,91	2,58	2,83	+7,7	-8,4	%	+20,3	%	-9,7	%
	W%	0,00	0,23	0,20	0		0		0		+0,22	-0,07	MPa	+0,49	MPa	-0,25	MPa
	ϱ (kg/m3)	1977	1958		1966		1970		1959			ΔW%=	0,03				
HMP+HDL(2%)	Rc (MPa)	2,20	0,68	0,69	2,14	2,09	1,83	2,54	2,03	2,35	+2,6	-2,4	%	-38,8	%	-15,8	%
	W%	0,00	0,29	0,31	0		0		0		+0,06	-0,02	MPa	-0,71	MPa	-0,32	MPa
	ϱ (kg/m3)	1950	1949		1978		1957		1963			ΔW%=	0,01				
HMP+Xan(0,5%)	Rc (MPa)	6,50	3,14	3,47	7,67	7,69	7,63	6,74	7,80	6,91	-0,2	-10,4	%	+11,7	%	+11,4	%
	W%	0,00	0,41	0,39	0		0		0		-0,01	-0,33	MPa	+0,89	MPa	+0,89	MPa
	ϱ (kg/m3)	1961	1977		1968		1957		1959			ΔW%=	0,02				
Tan(0,4%)	Rc (MPa)		0,91	0,96	3,09	3,19	3,68	3,16	3,41	3,44	-3,2	-5,5	%	+13,9	%	-0,7	%
	W%		0,43	0,47	0		0		0		-0,10	-0,05	MPa	+0,51	MPa	-0,02	MPa
	ϱ (kg/m3)		2026		2021		2026		2020			ΔW%=	0,04				

Tableau IV-4: Influence des cycles d'humidification/séchage de 24h ou de 7 jours sur les résistances à la compression de plusieurs formulations de la terre K.

Formulation Terre S	Cycles subis	0	3,5 x (24h)	0,5 x (24h)	4 x (24h)	1 x (24h)	4 x (24h) + 1 x (7j)	0	4 x (24h) + 2 x (7j)	0	effet de 3 cycles (24h) sur Rc			effet de 1 cycle 7j sur Rc		effet de 2 cycles 7j sur Rc	
	Éprouvette	*2a*	*6a*	*6b*	*7a*	*7b*	*8a*	*8b*	*9a*	*9b*	État sec	État humide		État sec		État sec	
HMP	Rc (MPa)	6,44	2,98	3,47	6,12	5,91	4,89	6,01	4,93	5,59	+3,5	-16,3	%	-22,7	%	-13,4	%
	W%	0	2,03	1,87	0		0		0		+0,21	-0,49	MPa	-1,11	MPa	-0,66	MPa
	ϱ (kg/m3)	1693	1691	1691	1707		1697		1676			ΔW%=	0,16				
HMP+Cas(1%)	Rc (MPa)	6,58	3,22	3,30	6,27	6,06	6,42	6,44	6,02	6,16	+3,4	-2,5	%	-0,3	%	-2,3	%
	W%	0	1,66	1,67	0		0		0		+0,21	-0,08	MPa	-0,02	MPa	-0,14	MPa
	ϱ (kg/m3)	1625	1623	1623	1619		1624		1623			ΔW%=	0,01				
HMP+HDL(1%)	Rc (MPa)	5,63	2,84	2,87	5,35	5,09	6,02	5,61	5,99	5,85	+4,8	-0,8	%	+6,8	%	+2,3	%
	W%	0	1,33	1,34	0		0		0		+0,25	-0,02	MPa	+0,41	MPa	+0,14	MPa
	ϱ (kg/m3)	1636	1642	1642	1639		1643		1642			ΔW%=	0,01				
HMP+HDL(2%)	Rc (MPa)	5,83	3,26	3,25	6,48	5,88	6,61	5,90	6,40	6,23	+9,3	+0,1	%	+10,7	%	+2,6	%
	W%	0	1,23	1,18	0		0		0		+0,60	+0,00	MPa	+0,70	MPa	+0,16	MPa
	ϱ (kg/m3)	1632	1638	1638	1631		1630		1652			ΔW%=	0,05				
HMP+Xan(0,5%)	Rc (MPa)	9,74	4,84	4,47	6,80	8,34	8,90	7,65	7,07	8,51	-22,7	+7,6	%	+14,1	%	-20,3	%
	W%	0	1,98	1,84	0		0		0		-1,54	+0,37	MPa	+1,25	MPa	-1,44	MPa
	ϱ (kg/m3)	1643	1648	1648	1632		1640		1626			ΔW%=	0,14				
Tan(0,4%)	Rc (MPa)	4,35	3,11	3,20	6,42	6,35	5,74	5,43	5,51	5,85	+1,1	-3,0	%	+5,4	%	-6,1	%
	W%	0	1,85	1,66	0		0		0		+0,07	-0,09	MPa	+0,31	MPa	-0,34	MPa
	ϱ (kg/m3)	1714	1709	1709	1723		1712		1711			ΔW%=	0,19				

Tableau IV-5: Influence des cycles d'humidification/séchage de 24h ou de 7 jours sur les résistances à la compression de plusieurs formulations de la terre S

Sur le tableau IV-4, la partie droite du tableau présente les différences entre les résistances à la compression mesurées sur les demi-éprouvettes de mêmes masses volumiques ayant subi des cycles ou non. Lorsque la perte de résistance est significative pour une éprouvette ayant subi des cycles elle est inscrite en rouge. Lorsque les pertes de résistances ont été mesurées à l'état sec, une perte de plus de 10% a été considérée comme significative. Lorsque les pertes de résistances ont été mesurées à l'état humide et que la variation de teneur en eau entre les échantillons testés était suffisamment faible ($\Delta W\% < 0{,}05\%$), une perte de plus de 10% a été considérée comme significative Dans l'ensemble, la plupart des écarts observés dans le tableau IV-4 pour les cycles de 24h ne sont pas assez significatifs, pour tirer des conclusions claires. Pour les cycles de 7 jours, même si une perte semble être un peu plus conséquente pour les éprouvettes formulées avec 2% d'huile de lin, la tendance inverse est observée sur les éprouvettes formulées avec de l'huile de lin à 1%. Pour les autres écarts observés, aucun n'est significatif. Les cycles d'humidification/séchage ne semblent pas vraiment avoir d'effet important sur les résistances à l'état sec, état de référence simple à comparer, pour les différentes formulations de la terre K testées.

Sur le tableau IV-5, les mêmes pertes de résistances sont estimées pour les mêmes formulations de la terre S. La différence de résistance à la compression entre les éprouvettes 7a qui ont subi quatre cycles 24h et les 7b qui n'en ont subi qu'un est négligeable. À l'état humide (6a et 6b) une perte de résistance à la compression de 16,3% est visible pour la formulation Terre +HMP. Cependant cette perte de résistance est liée à une différence de teneur en eau de 0,16% entre les 2 éprouvettes testées. La gomme xanthane étant un ajout très efficace, les variations de résistances mécaniques observées après des cycles de 24h sont peut-être dues à une mauvaise répartition de l'ajout dans les éprouvettes lors de la mise en œuvre de celles-ci. Ensuite, la perte de résistance due aux cycles de 7 jours semble significative dans le cas de la formulation Terre S+HMP : -1,11 MPa avec un cycle de 7 jours d'humidification et -0,66 MPa avec 2 cycles de 7 jours d'humidification. Dans le cas de la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%) un cycle de 7 jours n'impacte pas les résistances à la compression mesurées, alors que deux cycles semblent la diminuer de 20% : étant donné l'efficacité de l'ajout de gomme xanthane prouvée dans l'étude précédente, il est plus probable que cette différence soit liée à une mauvaise répartition de l'ajout dans le matériau mis en œuvre. Pour les autres ajouts, les cycles de 7 jours ne semblent pas vraiment impacter fortement les résistances à l'état sec.

La perte de résistance mécanique induite par les cycles d'humidification-séchage longs (7 jours) sur les formulations Terre S+HMP et Terre S+HMP+Xan(0,5%) où la gomme xanthane est probablement mal répartie pourrait cependant être liée à un léger gonflement des argiles qui réarrangerait la microstructure des matériaux et produirait des microfissures lors de leur re-séchage. Les argiles composant la microstructure de la terre S étant plus actives et plus susceptibles de gonfler à l'humidification que celles de la terre K, cela expliquerait pourquoi le phénomène n'est pas vraiment visible pour cette terre K. Ces variations restant assez faibles, et l'effet « protecteur » de certains ajouts bio-sourcés n'étant pas vraiment mis en valeur il serait intéressant de réaliser ces essais de cycles d'humidification /séchage sur plus d'éprouvettes, soumises à une charge constante afin d'accentuer les sollicitations appliquées aux matériaux afin de pouvoir tirer des conclusions à l'aide de résultats plus marqués. Cela permettrait aussi, de commencer à appréhender expérimentalement le comportement au fluage de ce type de blocs de terre crue.

Cette partie expérimentale a ainsi permis de mettre en valeur le fait que certains ajouts bio-sourcés identifiés, comme la gomme xanthane ou l'huile de lin, permettent de limiter de différentes manières l'impact de l'humidité, et de l'eau en général sur les résistances à la compression de blocs de terre crue, et cela peu importe le type de terre étudié. De plus, il a semblé que les ajouts de tanins à la mise en œuvre étaient assez efficaces pour densifier ces matériaux et ainsi améliorer leurs résistances mécaniques, à l'état sec, et très légèrement lorsqu'ils sont exposés à l'humidité. L'ajout de caséine en l'état n'a en revanche pas permis de vraiment améliorer ces caractéristiques. Lorsque les matériaux ont en plus été soumis à des cycles violents d'humidification/séchage, ils n'ont pas vraiment semblé être impactés de manière évidente et quelques études supplémentaires sont envisageables pour mieux comprendre cet aspect. Quoiqu'il en soit les stratégies de formulation avec des ajouts bio-sourcés sont dans certains cas une bonne solution à envisager pour renforcer des blocs de terre crue, surtout vis-à-vis de leur résistance en service soumis à des variations d'humidité.

4. Combinaison d'optimisation du mode de mise en œuvre et de la formulation avec des ajouts bio-sourcés : Caractéristiques mécaniques

Enfin, la combinaison de toutes les stratégies d'optimisation des caractéristiques mécaniques des matériaux lors de la mise en œuvre a été étudiée. Dans cette campagne expérimentale il s'agissait donc de combiner :

- Optimisation du mode de mise en œuvre
- Utilisation de dispersants pour adapter la rhéologie des matériaux
- Formulation avec des ajouts bio-sourcés pour améliorer les caractéristiques mécaniques à l'état sec et soumis à des variations de teneur en eau

De nombreuses éprouvettes de chaque formulation de chacune des trois terres bretonnes K, R et S, étudiées dans le cadre de cette thèse ont ainsi été mises en œuvre selon les quatre procédés sélectionnés.

Figure IV-28: Éprouvettes compactées et vibro-compactées de différentes formulations des terres K, R et S

Lors de cette étude et pour chacune des terres K, R et S, c'est 10 formulations différentes qui ont été étudiées : Terre seule, Terre+HMP, Terre+HMP+alg(1%), Terre+HMP+Cas(1%), Terre+HMP+HDL(1%), Terre-HMP-HDL(2%), Terre-HMP-Xan(0,5%), Terre-HMP-Xan(1%), Terre-Tan(0,4%), Terre-Tan(0,8%). Les éprouvettes de chaque formulation ont toutes été mises en œuvre à une teneur en eau en ayant été adaptée au mieux à chacun des modes de mise en œuvre (moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction) afin qu'elles atteignent les meilleures caractéristiques mécaniques possible. Après séchage naturel à 20°C et 50%HR puis à l'étuve à 50°C jusqu'à stabilisation de la masse, les masses volumiques des matériaux ont été mesurées, et des essais de compression à l'état sec ont été menés. Dans cette étude seule la résistance à l'état sec des matériaux a été mesurée, valeur à un état de référence intéressante pour comparer les effets combinés des ajouts et des modes de mise en œuvre. Les capacités de résistance en fonction de la teneur en eau apportées par certains ajouts bio-sourcés ont déjà été soulignées lors de l'étude précédente. Le but de cette étude est principalement de démontrer que certains modes de mise en œuvre sont plus adaptés pour certaines formulations, et que pour chaque formulation, optimiser le mode de mise en œuvre permet d'atteindre une résistance initiale la plus importante possible systématiquement. Ainsi des valeurs moyennes de masses volumiques sèches, de résistances à la compression à l'état sec et de modules d'élasticité à l'état sec ont été déterminées pour chaque type de mise en œuvre de chacune des formulations de chacune des terres étudiées. Les écarts types et les erreurs relatives de mesures ont aussi été déterminés pour chacune des valeurs moyennes calculées et représentées. Les figures IV-29 à IV-31 représentent les résistances à la compression moyennes obtenues en fonction des

masses volumiques moyennes calculées pour les formulations suivantes des trois terres K, R et S : Terre seule, Terre+HMP, Terre+HMP+HDL(1%), Terre-HMP-HDL(2%), Terre-HMP-Xan(0,5%), Terre-HMP-Xan(1%). Les figures IV-31 à IV-34 représentent quant à elles les moyennes des modules d'élasticités en compression obtenus en fonction des masses volumiques moyennes calculées pour les mêmes formulations. Ces figures permettent de justifier que la combinaison d'un mode de mise efficace et de la formulation des terres avec de la gomme xanthane ou de l'huile de lin permettrait d'atteindre des résistances de 4 MPa à l'état sec pour des blocs porteurs fabriqués avec tous types de terres bretonnes, comme les terres K, R et S.

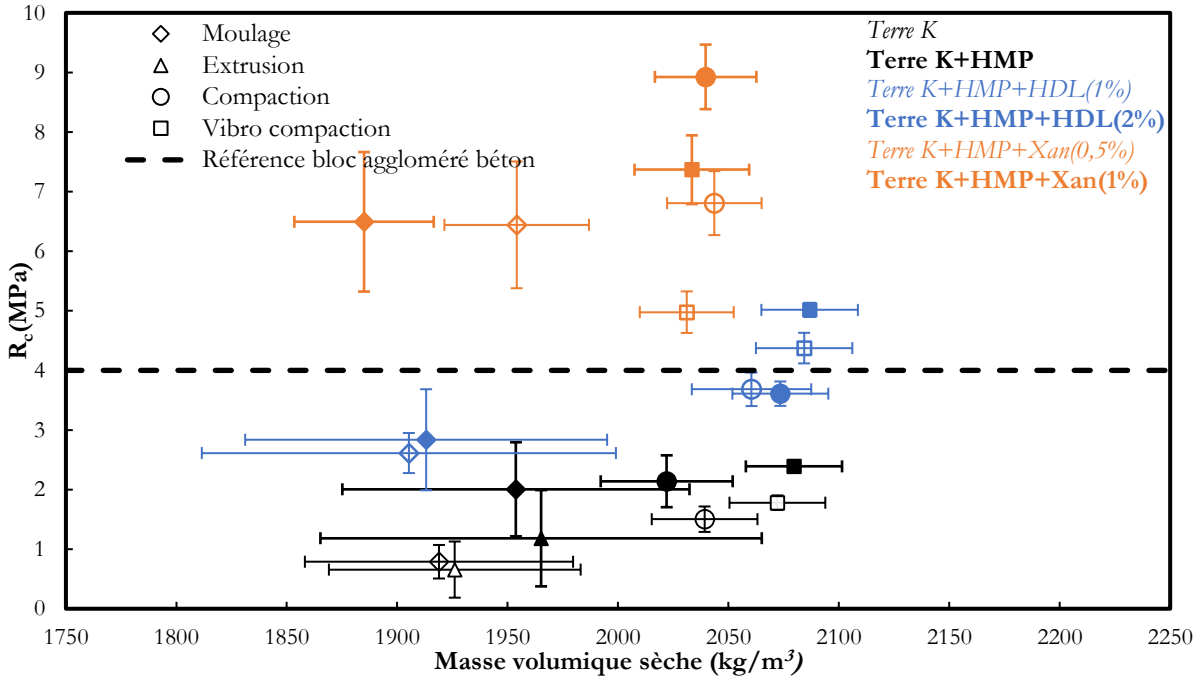


Figure IV-29: Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre K en fonction de leurs modes de mise en œuvre

Tout d'abord, la figure IV-29 présente les valeurs de résistances à la compression mesurées en fonction des masses volumiques estimées pour différentes formulations de la terre K seule et avec du HMP, de l'huile de lin et de la gomme xanthane dans des proportions variées. Les valeurs obtenues pour les formulations Terre K+HMP+Alg(1%), Terre K+HMP+Cas(1%), Terre K+Tan(0,4%) et Terre K+Tan(0,8%) sont disponibles en Annexe 2. Il apparait ainsi que pour toutes les formulations de la Terre K étudiée, l'optimisation du mode de mise en œuvre permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques du matériau considéré. Ainsi pour les formulations Terre K+HMP+HDL (1 et 2%), l'optimisation du procédé de mise en œuvre, en passant du moulage à la vibro-compaction permet de passer de résistances moyennes à la compression à l'état sec de 2,6 et 2,85 MPa à 4,4 et 5 MPa. Dans le cas de cette formulation, la vibro-compaction semble être le procédé de mise en œuvre menant aux plus grandes masses volumiques ainsi qu'aux plus grandes résistances à la compression. Cette observation est aussi valable pour les formulations de la terre K avec des tanins, des alginates et de la caséine, visibles en annexe 2, certaines de ces formulations, combinées à la vibro-compaction, permettant à la terre K d'atteindre des résistances à la compression à l'état sec supérieures à 4 MPa (Tan 0,8% et Cas 1%). Pour les formulations Terre K+HMP+Xan(0,5% et 1%) l'optimisation du mode de mise en œuvre permet aussi d'optimiser les masses volumiques sèches, et dans certains cas les résistances à la compression mesurées. Cependant les résistances et masses volumiques moyennes obtenues par vibro-compaction sont plus faibles que celles qui ont pu être obtenues par compaction. En effet la compaction de ces formulations Xan 0,5% et Xan 1% permet au matériau d'atteindre des résistances moyennes respectives de 6,8 MPa et 8,9 MPa pour des masses volumiques sèches d'environ 2040 kg/m³ alors que par vibro-compaction ces résistances moyennes atteintes sont de 5 et7,4 MPa pour des masses volumiques d'environ 2030 kg/m³. La vibro-compaction impacterait donc potentiellement les résistances atteignables pour les terres formulées avec de la gomme xanthane, limitant le potentiel stabilisant de cet

ajout. Cependant les résistances à la compression atteintes par vibro-compaction restent très élevées et satisfaisantes pour la terre K formulée avec de la gomme xanthane. Dans le cas de la terre K, l'extrusion est assez difficile à réaliser, cette ressource présentant une trop faible proportion d'éléments fins. Ainsi, assez peu de valeurs ont pu être obtenues par extrusion.

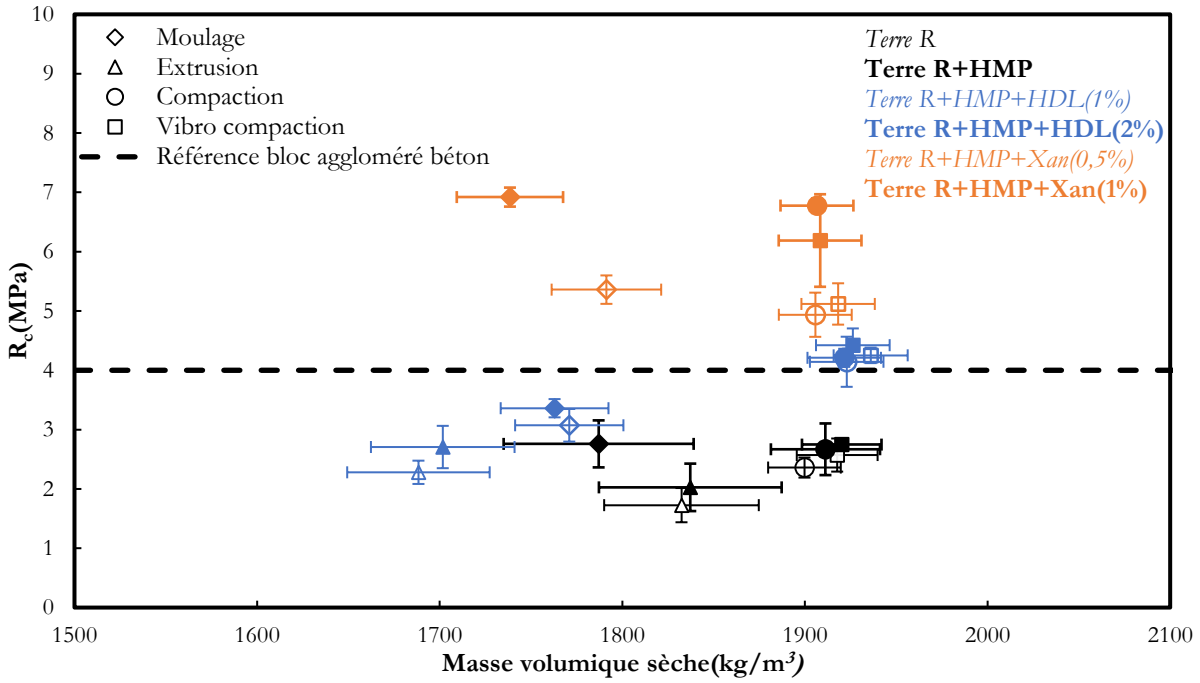


Figure IV-30: Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre R en fonction de leurs modes de mise en œuvre

Ensuite, la figure IV-30 présente les valeurs de résistances à la compression mesurées en fonction des masses volumiques estimées pour différentes formulations de la terre R seule, avec du HMP, de l'huile de lin et de la gomme xanthane dans des proportions variées. Les valeurs obtenues pour les formulations Terre R+HMP+Alg(1%), Terre R+HMP+Cas(1%), Terre R+Tan(0,4%) et Terre R+Tan(0,8%) sont disponibles en Annexe 2. Ici aussi, peu importe la formulation de la Terre R étudiée, l'optimisation du mode de mise en œuvre peut aussi permettre d'améliorer certaines caractéristiques mécaniques du matériau considéré. Ainsi pour les formulations Terre R+HMP+HDL (1 et 2%), l'optimisation du procédé de mise en œuvre, en passant de l'extrusion à la vibro-compaction permet de passer de résistances moyennes à la compression à l'état sec de 2,3 et 2,7 MPa pour des masses volumiques d'environ 1700 kg/m³ à 4,2 et 4,4 MPa pour des masses volumiques d'environ 1930 kg/m³. Dans le cas de cette formulation, la vibro-compaction semble être le procédé de mise en œuvre menant aux plus grandes masses volumiques ainsi qu'aux plus grandes résistances à la compression même si la compaction est presque tout aussi efficace. Cette observation est aussi valable pour les formulations de la terre R avec des tanins, des alginates et de la caséine, visibles en annexe 2, certaines de ces formulations, combinées à la compaction ou la vibro-compaction, permettant à la terre R d'atteindre des résistances à la compression à l'état sec supérieures à 4 MPa (Tan 0,8% et Cas 1%). Pour les formulations Terre R+HMP+Xan(0,5% et 1%) l'optimisation du mode de mise en œuvre permet aussi d'améliorer les masses volumiques sèches, mais ne semble pas permettre une augmentation des résistances à la compression mesurées. Les résistances à la compression des matériaux mis en œuvre par moulage, par compaction ou encore par vibro-compaction sont assez constantes, de l'ordre de 5 MPa pour la formulation Terre R+HMP+Xan(0,5%) et de entre 6,2 et 6,9 MPa pour la formulation Terre R+HMP+Xan(1%). Par contre la compaction et la vibro-compaction de ces formulations permettent d'atteindre facilement des masses volumiques sèches de l'ordre de 1900 kg/m³ systématiquement, assurant plus facilement et de manière plus robuste des caractéristiques mécaniques élevées. Ici, la vibro-compaction des formulations de la terre R avec de la gomme xanthane ne semble pas impacter outre mesure leurs caractéristiques mécaniques à l'état sec, qui comptent parmi les plus élevées obtenues avec la terre R et

toutes les terres sélectionnées de manière générale. Il semble que le pouvoir liant apporté par la gomme de xanthane masque le renforcement du squelette lié à sa densification.

Dans ce cas aussi, l'extrusion de la terre R, formulée avec différents ajouts (visible sur cette figure et dans l'annexe 2) mène aux plus faibles caractéristiques mécaniques mesurées, sans doute à cause de son caractère granulaire marqué (fraction argileuse limitée, angle de frottement supérieur à 30°).

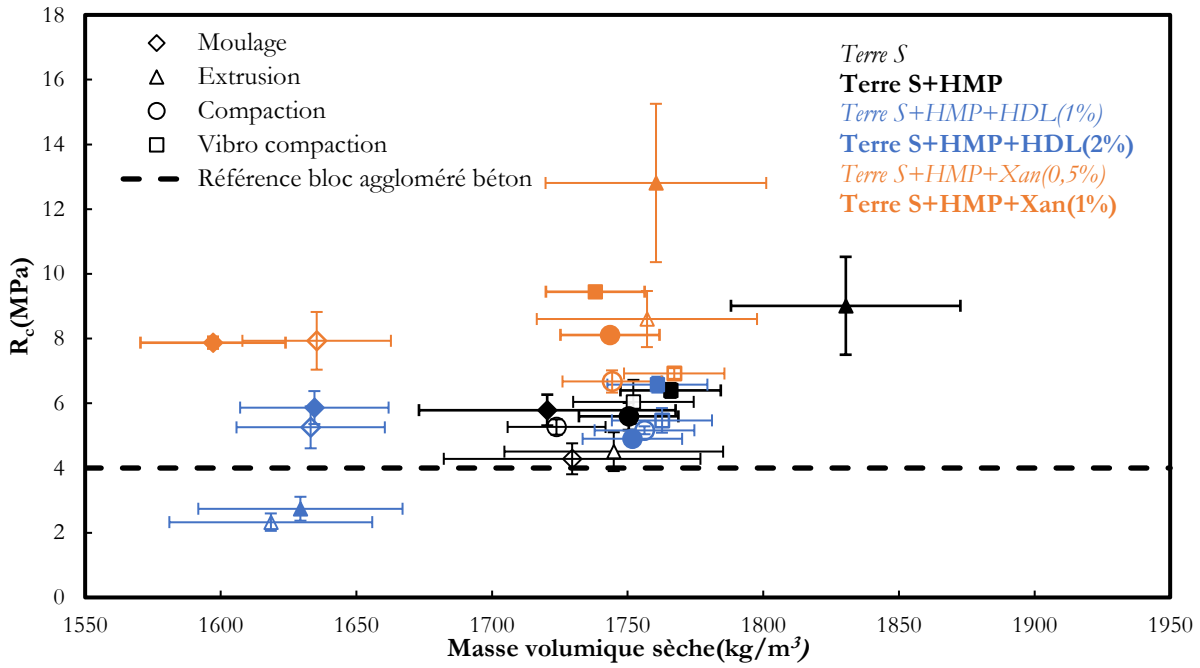


Figure IV-31: Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre S en fonction de leurs modes de mise en œuvre

Enfin, la figure IV-31 présente les valeurs de résistances à la compression mesurées en fonction des masses volumiques estimées pour différentes formulations de la terre S seule, avec du HMP, de l'huile de lin et de la gomme xanthane dans des proportions variées. Les valeurs obtenues pour les formulations Terre S+HMP+Alg(1%), Terre S+HMP+Cas(1%), Terre S+Tan(0,4%) et Terre S+Tan(0,8%) sont disponibles en Annexe 2. Ici encore, pour toutes les formulations étudiées de la terre S, l'optimisation du mode de mise en œuvre peut aussi permettre d'améliorer certaines caractéristiques mécaniques du matériau considéré. Ainsi pour les formulations Terre S+HMP+HDL (1 et 2%), l'optimisation du procédé de mise en œuvre, en passant de l'extrusion à la vibro-compaction permet de passer de résistances moyennes à la compression à l'état sec de 2,3 et 2,7 MPa pour des masses volumiques d'environ 1630 kg/m³ à 5,5 et 6,6 MPa pour des masses volumiques d'environ 1770 kg/m³. Dans le cas de cette formulation, la vibro-compaction semble être le procédé de mise en œuvre menant aux plus grandes masses volumiques ainsi qu'aux plus grandes résistances à la compression mais la compaction est presque tout aussi efficace. Au contraire, l'extrusion ne semble pas du tout adaptée à ces formulations, limitant fortement les résistances mécaniques atteignables. Aussi, les valeurs obtenues avec ces ajouts d'huile de lin ne semblent pas plus élevées que celles obtenues sans ajout à l'état sec : dans le cas de la formulation des terres semblables à la terre S, l'huile de lin ne va pas améliorer la résistance à l'état sec du matériau, mais va permettre de limiter l'absorption d'eau de l'espace environnant en ne va pas non plus limiter les caractéristiques mécaniques à l'état sec.

Pour les formulations de la terre S avec des tanins, des alginates et de la caséine, visibles en annexe 2, les caractéristiques obtenues à l'état sec sont très similaires à celles qui ont été obtenues pour les formulations Terre S et Terre S+HMP. Ces ajouts ne vont pas améliorer les caractéristiques mécaniques à l'état sec de la terre S qui sont déjà assez élevées et supérieures à 4 MPa. Cependant il apparait encore que la vibro-compaction mène régulièrement aux résistances à la compression et masses volumiques sèches les plus

élevées. Il apparait aussi dans certains cas que l'extrusion semble assez efficace pour atteindre de bonnes caractéristiques mécaniques.

Pour les formulations Terre S+HMP+Xan(0,5% et 1%) l'optimisation du mode de mise en œuvre permet aussi d'améliorer les masses volumiques sèches, et semble parfois permettre une augmentation des résistances à la compression mesurées et parfois aussi les limiter légèrement. Dans le cas de la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%) le passage du moulage à la compaction ou la vibro-compaction fait évoluer la résistance à la compression moyenne mesurée de 7,9 MPa à 6,9 MPa environ quand les masses volumiques évoluent de 1635 kg/m³ à 1770 kg/m³. De la même manière que pour la terre la terre K, la vibro-compaction pourrait limiter la cohésion de cette formulation avec 0,5% de gomme xanthane, et s'opposer au pouvoir liant de la gomme xanthane. Par contre dans ce cas, l'extrusion est très efficace, menant à une résistance moyenne de 8,6 MPa pour une masse volumique moyenne de 1760 kg/m³.

Cependant dans le cas de la formulation Terre S+HMP+Xan(1%), l'optimisation du procédé de mise en œuvre, en passant du moulage à la vibro-compaction permet de passer de résistances moyennes à la compression à l'état sec de 7,9 MPa pour des masses volumiques d'environ 1600 kg/m³ à 9,45 MPa pour des masses volumiques d'environ 1740 kg/m³. Dans ce cas l'extrusion semble encore plus efficace, permettant d'atteindre des résistances à la compression moyennes de 12,8 MPa à l'état sec pour des masses volumiques sèches estimées de 1760 kg/m³. Cette valeur illustre vraiment le potentiel prometteur de l'extrusion avec une terre argileuse et fine, suffisamment dispersée, formulée avec de la gomme xanthane en tant que matériau de construction.

La gomme de xanthane semble avoir un rôle lubrifiant qui facilite l'extrusion du matériau. Une étude fine de la tribologie de ce type de mélange (via un tribomètre ou une extrudeuse capillaire [220]) pourrait permettre de bien mettre en valeur le comportement de frottement des matériaux terre et bien comprendre les conditions où l'extrusion se révèle bénéfique pour une mise en œuvre efficace de la terre ?

Autrement la vibro-compaction semble aussi être une bonne solution pour obtenir des caractéristiques mécaniques systématiquement optimisées.

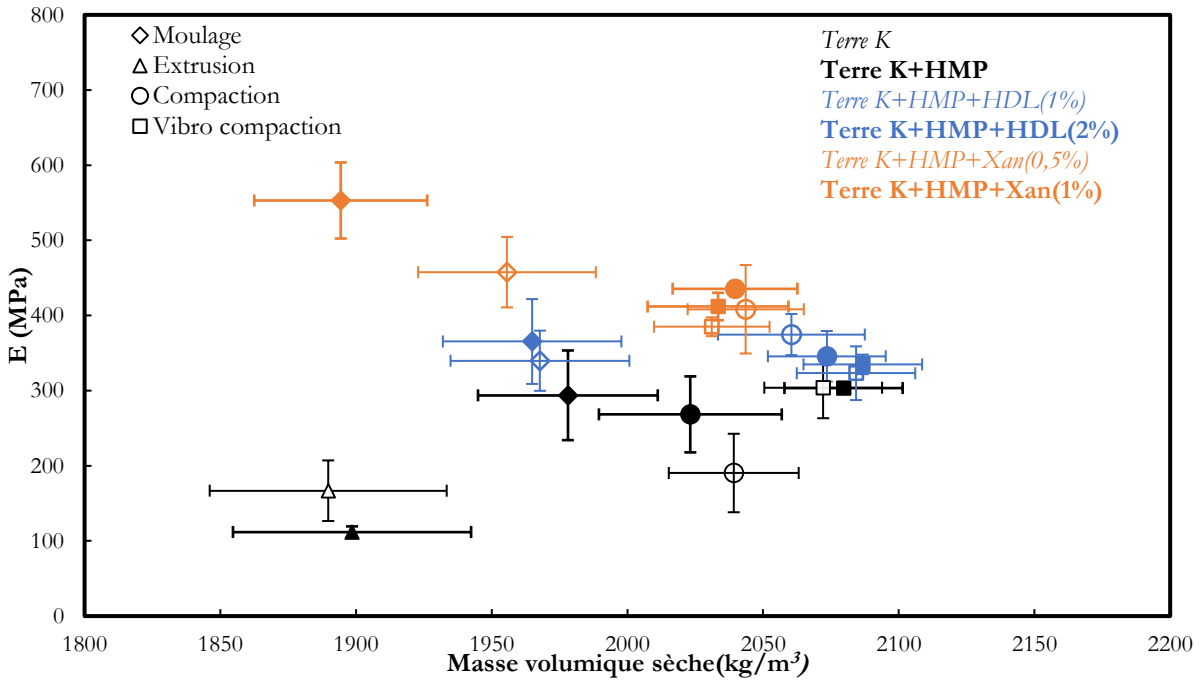


Figure IV-32: Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre K en fonction de leurs modes de mise en œuvre

De la même manière les évolutions des modules d'élasticité des différentes formulations ont été appréhendées pour chacun des modes de mise en œuvre étudiés. Les augmentations des modules

d'élasticités étant plutôt liées à la formulation des matériaux qu'à leur façon d'être mis en œuvre, les figures IV-32, IV-33 et IV-34 sont moins aisées à interpréter, et les tendances sont moins visibles. Néanmoins, sur la figure IV-32, pour les matériaux non formulés avec des ajouts stabilisants (Terre K et Terre K+HMP) l'optimisation du mode de mise en œuvre en passant de l'extrusion à la vibro-compaction semble permettre de légèrement augmenter les modules d'élasticité moyens mesurés jusqu'à 300 MPa. Dans le cas des formulations avec de l'huile de lin (HDL 1% ou 2%), ces modules restent plutôt constants autour de 350 MPa, légèrement supérieurs à ceux des matériaux peu transformés. Pour les ajouts de gomme xanthane, la compaction et la vibro-compaction semblent limiter ces modules autour de 400 MPa alors que les éprouvettes moulées moins denses présentent des modules variant autour de 500 MPa. Pour les ajouts testés en annexe 2 (Tanins, alginates et caséine) les évolutions de ces modules suivent les mêmes tendances que celle observées pour la terre K seule ou la formulation Terre K+HMP : vibro-compaction menant aux valeurs des modules les plus élevées pour ces formulations, s'échelonnant entre 300 et 400 MPa.

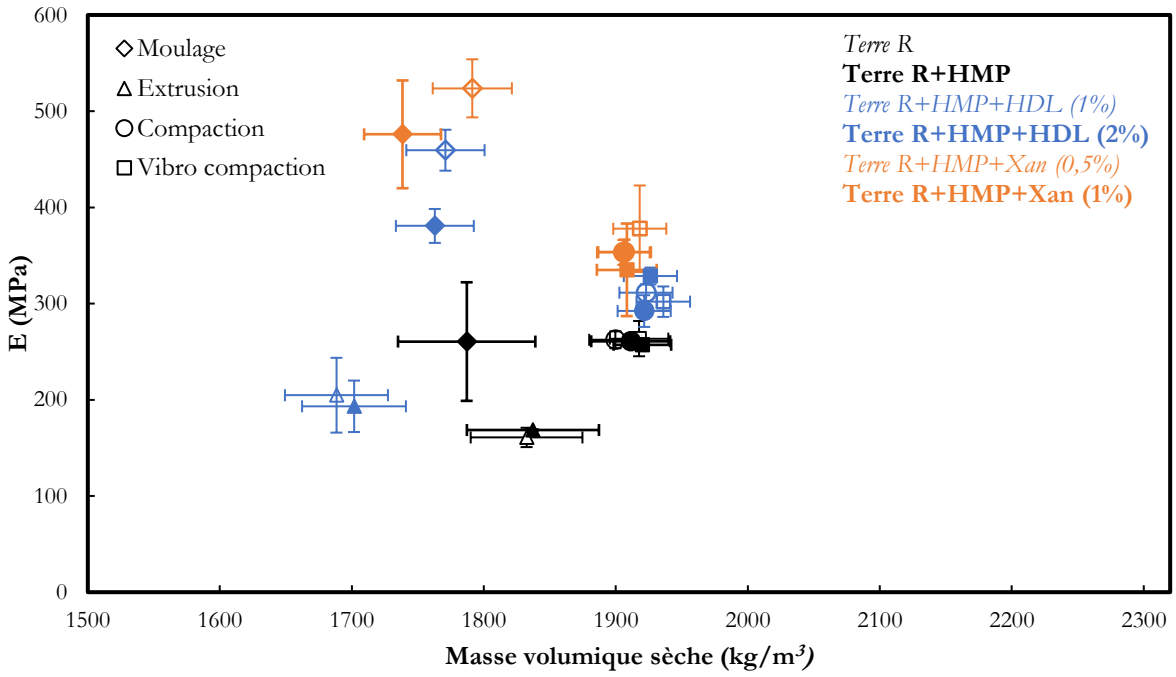


Figure IV-33: Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre R en fonction de leurs modes de mise en œuvre

Sur la figure IV-33, l'optimisation des modes de mise en œuvre ne semble pas améliorer les modules d'élasticité mesurés pour la terre R. Ainsi c'est souvent pour les mises en œuvre par moulage que les modules d'élasticité d'une formulation donnée de la terre R sont les plus élevés, malgré des masses volumiques et des résistances à la compression plus faibles. Dans l'ensemble cependant les ajouts biocourcés (HDL et Xan sur la figure IV-33 et Tan, Cas et alg en annexe 2) permettent d'atteindre des modules d'élasticité plus élevés, s'échelonnant généralement entre 300 MPa et 500 MPa pour la terre R.

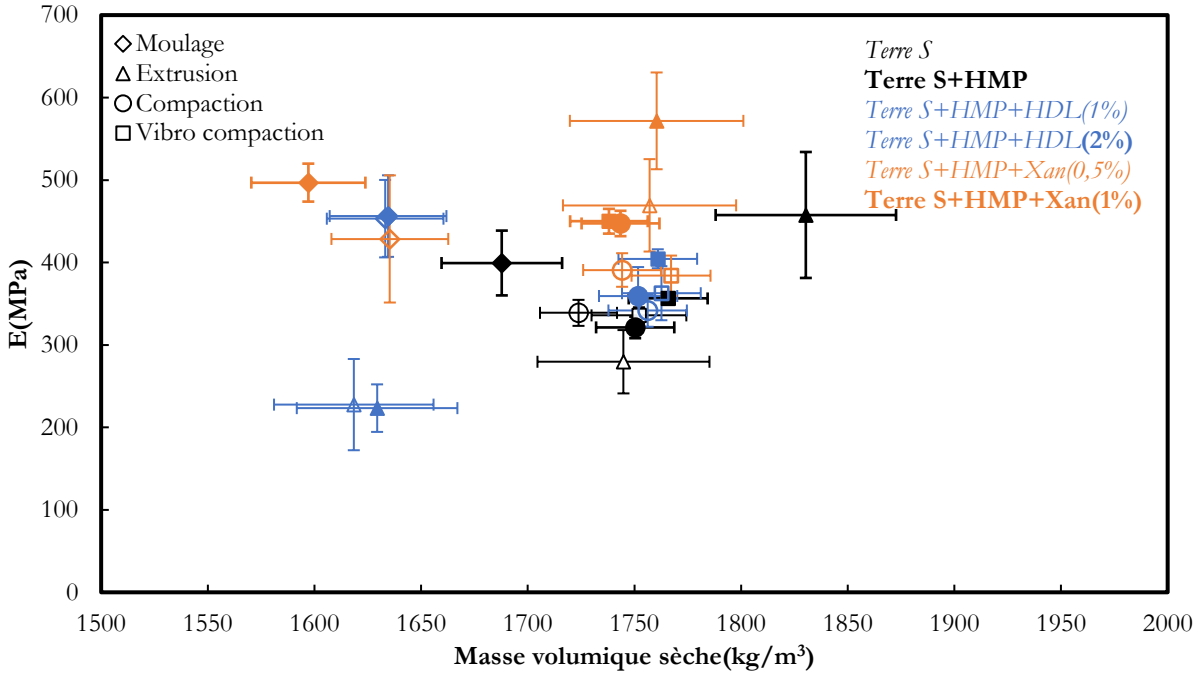


Figure IV-34: Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre S en fonction de leurs modes de mise en œuvre

Enfin la figure IV-34 présente les valeurs obtenues des modules d'élasticité en fonction des masses volumiques de certaines formulations de la terre S mises en œuvre de plusieurs manières différentes. Si pour les formulations avec l'huile de lin (HDL), l'extrusion semble diminuer fortement les modules d'élasticité des matériaux fabriqués, pour la terre S non formulée, ou formulée avec de la gomme Xanthane c'est le mode de mise en œuvre optimisant au mieux ce paramètre, lui permettant presque d'atteindre 600 MPa dans le cas de la formulation Terre S+HMP+Xan(1%) extrudée. De manière générale, la compaction ou la vibro-compaction apportent peu aux modules d'élasticité mesurés des différentes formulations mises en œuvre quand on les compare aux valeurs obtenues sur les échantillons moulés. De plus la formulation de la terre S avec les ajouts HDL et Xan semble permettre une légère optimisation de ces modules d'élasticité mesurés sur la terre S, qui présentent des valeurs s'échelonnant entre 360 et 570 MPa. Dans le cas des formulations de la terre S avec les ajouts Tan, Cas et alg, disponibles en annexe 2, les modules d'élasticité mesurés ne semblent pas réellement impactés, et les modes de mise en œuvre différents ne permettent pas vraiment de faire varier ces valeurs des mesures, s'échelonnant entre 300 et 450 MPa selon le cas considéré.

Finalement cette dernière étude a permis d'identifier des compatibilités entre modes de mise en œuvre, type de terre et type d'ajouts bio-sourcés permettant de faire en sorte que les matériaux formulés à base de terre crue étudiés dans le cadre de cette thèse puissent présenter systématiquement les meilleures caractéristiques mécaniques possible (masse volumique sèche, résistance à la compression, et module d'élasticité) dans le but de leur utilisation en tant que matériaux porteurs dans la construction contemporaine. Il est apparu à plusieurs reprises que la vibro-compaction est un moyen de mise en œuvre tout à fait adapté pour assurer systématiquement des masses volumiques sèches très importantes et cela pour tous les types de formulations étudiés. Pour les terres assez argileuses et fines, formulées avec certains ajouts, comme la gomme xanthane, l'extrusion semble aussi être un bon mode de mise en œuvre menant à des caractéristiques mécaniques très élevées. Il est aussi apparu que ce mode de mise en œuvre par vibro-compaction n'est pas optimal pour certaines formulations, comme les terres formulées avec de la gomme xanthane qui ne semblent pas afficher pleinement leur potentiel de résistance une fois qu'elles ont été vibro-compactées. Cependant les terres formulées avec de la gomme xanthane et vibro-compactées présentent tout de même de bonnes résistances à la compression et des masses volumiques sèches élevées. De la même manière l'extrusion ne semble vraiment pas adaptée avec des formulations de terres avec de l'huile de lin. De manière générale, pour chaque terre, au moins une stratégie a été identifiée en combinant formulation (avec HDL, Xan ou encore d'autres ajouts) et mode de mise en œuvre (vibro-compaction généralement et extrusion parfois) pour qu'un bloc de

terre crue fabriqué présente des résistances à la compression à l'état sec significativement supérieures à 4 MPa, diminuant moins rapidement avec la prise d'humidité.

5. Conclusions

Plusieurs stratégies peuvent ainsi permettre de mettre en œuvre facilement des blocs porteurs en terre crue bretonne présentant des caractéristiques mécaniques maitrisées à l'état initial et cela malgré la large variabilité des ressources étudiées. L'évolution de ces caractéristiques en service a été appréhendée et certaines des stratégies de formulation se sont aussi démarquées. Il reste cependant à appréhender les durabilités différentes de tous les types de formulation étudiés mises en valeurs par l'étude de différents critères : résistance à l'absorption d'eau capillaire, perméabilité à la vapeur d'eau, angles de contact de l'eau à leur surface ou encore résistance à l'érosion des matériaux formulés par exemple. Cette durabilité des matériaux exposés à l'eau sous toute ses formes sera ainsi investiguée dans la prochaine partie.

V. Durabilité des matériaux : « interactions entre la terre porteuse et l'eau sous différents états » - Vers une normalisation de certains matériaux ?

Les analyses expérimentales présentées dans les chapitres précédents ont permis de mettre en valeur différentes méthodes d'optimisation des caractéristiques mécaniques des matériaux mis en œuvre, que ce soit par formulation des terres avec des ajouts bio-sourcés, ou par optimisation des modes de mise en œuvre. Les essais ont été réalisé sur des matériaux à l'état sec ou après avoir été soumis à des variations d'humidité. Certains des ajouts testés semblent ainsi améliorer les résistances mécaniques des blocs réalisés à base de terre crue lorsqu'ils sont soumis à des fortes variations d'humidité, et pourraient facilement permettre d'utiliser ces blocs en tant que matériaux porteurs pour des bâtiments en R+3 d'un point de vue strictement structurel. Néanmoins la durabilité de ces formulations de terres reste à appréhender dans le but d'une démocratisation et d'une normalisation de ces types de blocs de terre crue, notamment vis-à-vis de l'eau sous et des sollicitations climatiques. Les natures des interactions terre/eau sous différentes formes seront ainsi étudiées pour tous les types de formulation des trois terres K, R et S sélectionnées afin de mieux comprendre les impacts des ajouts bio-sourcés sur la durabilité à l'eau des matériaux mais aussi sur leurs caractéristiques mécaniques et sur leurs capacités hygroscopiques permettant de réguler les ambiances intérieures des bâtiments. Les différents mécanismes de protection induits par les ajouts bio-sourcés utilisés seront aussi recherchés afin de tenter de donner une explication des phénomènes observés.

Ainsi, une première campagne expérimentale a porté sur les capacités des stabilisants choisis à limiter l'absorption d'eau capillaire dans le but de protéger les terres des impacts préjudiciables la présence d'eau liquide sur leurs caractéristiques mécaniques. Ensuite une seconde campagne d'essais s'est focalisée sur la résistance à l'érosion de ces différentes formulations des terres K, R et S. Elle a aussi permis d'appréhender les différences entre ces trois terres au regard de leurs comportements face à l'érosion et notamment d'identifier les facteurs influençant l'érosion des matériaux à base de terre crue. Aussi, des mesures d'angles de contact en surface des différentes formulations de matériaux ont été réalisées afin de mettre en valeur les mécanismes de protection induits par certains ajouts bio-sourcés. Enfin l'impact de certains ajouts sur la perméabilité à la vapeur d'eau de blocs de terre crue sera évalué : si la sensibilité à l'eau « liquide » du matériau terre crue doit être limitée, il ne faudrait surtout pas limiter sa perméabilité à la vapeur d'eau, propriété importante dans le phénomène naturel de régulation hygrique de l'atmosphère intérieure des bâtiments induit par les matériaux de construction bio-sourcés. Finalement certaines formulations sélectionnées des terres seront étudiées de manière plus approfondie afin de démontrer leur capacité à remplir plusieurs critères critiques de la norme expérimentale AFNOR XP P 13-901 [23] relative aux briques de terre crue comprimées. Ces critères sont actuellement très difficilement atteignables même lorsque les blocs sont stabilisés à l'aide de liants hydrauliques. Cette étude sera réalisée afin d'aller vers une normalisation pour des briques formulées avec des ajouts bio-sourcés donnés.

1. Étude de l'absorption capillaire de différentes formulations de matériaux

Comme plusieurs études l'ont déjà démontré [119, 120], certains ajouts bio-sourcés pourraient avoir le pouvoir de réduire la sensibilité à l'eau des matériaux de construction à base de terre crue. Pour illustrer cette propriété, un premier essai d'absorption d'eau capillaire a été développé, inspiré par différentes normes françaises : la norme AFNOR NF EN 13057 [221] et la norme AFNOR XP P 13-901 [23] relatives respectivement aux éprouvettes de béton et aux briques de terre comprimées (BTC).

a) Méthodes d'étude, coefficients d'absorption : analyse critique

Méthode de mesure de l'absorption capillaire

L'essai développé consiste, de manière simplifiée, à mettre une face d'un bloc de terre crue aux dimensions connues en contact avec de l'eau et de suivre sa prise de masse au cours du temps afin de décrire la cinétique d'absorption d'eau. L'objectif étant ici d'étudier l'effet de chaque ajout sur l'absorption d'eau capillaire de chaque type de terres étudiées à l'aide d'un test simple. La figure V-1 représente de manière schématique le dispositif expérimental adopté pour cette étude.

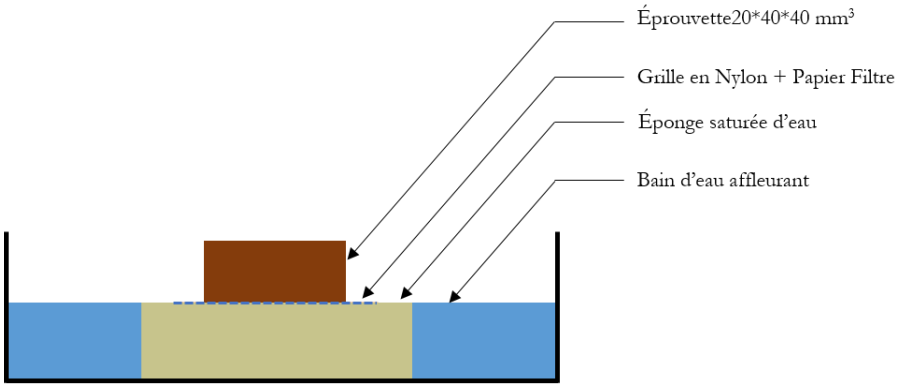


Figure V-1: Représentation schématique du dispositif expérimental d'absorption élaboré

Des échantillons moulés de dimensions 20*40*40 mm³, confectionnés à partir des trois terres K, R et S, formulées avec un grand nombre d'ajouts précédemment évoqués, ont été placés sur un papier filtre et une fine grille en nylon sur une éponge imprégnée d'eau elle-même contenue dans un bain d'eau affleurant au niveau de sa face supérieure. Les essais sont réalisés dans une ambiance contrôlée à 20°C et une humidité relative de 50%. Les essais ont été réalisés sur des échantillons à l'état sec, après qu'ils aient passé plus d'une semaine dans une étuve à 50°C jusqu'à stabilisation de leurs masses. Ainsi la teneur en eau initiale des formulations testées est considérée nulle comme C. Hall (1989) le suggère dans ses travaux [222]. Lors de cette campagne expérimentale, les essais ont débuté aussitôt après que les échantillons aient été déposés sur le dispositif papier filtre/grille de nylon/éponge saturée. Le niveau d'eau dans a été maintenu constant au niveau de la surface supérieure de l'éponge pendant toute la durée de l'essai. Les essais se sont terminés dans la plupart des cas lorsque la teneur en eau des échantillons n'évoluait plus.

Dans le cadre de cette étude, les effets des différents ajouts (présentés dans le chapitre II) sur le comportement d'échantillons à base des trois terres K, R et S lorsqu'ils sont soumis à des essais d'absorption d'eau capillaire ont été analysés. Les formulations testées pour chacune des terres sont les suivantes : Terre seule, Terre+HMP, Terre+HMP+Pai, Terre+HMP+Foi, Terre+HMP+Alg, Terre+HMP+Cas, Terre+HMP+Col, Terre+HMP+OSE, Terre+Tan, Terre+HMP+HDL(1%), Terre+HMP+HDL(2%), Terre+HMP+Xan(0,5%), Terre+HMP+Xan(1%), Terre+HMP+HDLSurf, Terre+HMP+Ver, Terre+HMP+Biocal. De manière informative, et pour comparer l'impact des ajouts avec celui d'un matériau traité avec un liant traditionnel, l'ajout de chaux aérienne notée CaO à hauteur de 5% de la masse sèche initiale de terre mise en œuvre a aussi été évalué.

Comme brièvement évoqué, l'évolution de la prise de masse des échantillons au cours du temps t a été suivie. En traçant le flux d'absorption cumulé φ (en kg/m²) défini comme la masse d'eau absorbée par unité de surface en fonction de la racine carrée du temps ($t^{0,5}$), une courbe d'absorption présentant généralement deux phases distinctes a été obtenue pour toutes les formulations des terres K, R et S testées. La figure V-2 présente une courbe type obtenue pour un échantillon de la terre R mise en œuvre sans ajout qui présente bien deux phases d'absorption distinctes. Durant la première phase, la cinétique d'absorption est principalement influencée par les forces capillaires internes au matériau : la masse d'eau absorbée augmente alors rapidement. Ensuite, une deuxième phase d'absorption commence lorsque le front d'absorption a atteint le sommet de l'échantillon et c'est la diffusion de l'air piégé dans les pores du matériau qui gouverne ensuite la vitesse d'absorption, comme des études précédentes l'ont déjà mis en valeur [223]. Sur la figure V-2 la transition de la phase 1 vers la phase 2 est visible à $t^{0,5}$=50 $s^{0,5}$.

En prenant en compte ces phénomènes observés, deux types de critères pouvant décrire l'absorption d'eau capillaire dans les échantillons étudiés ont été déterminés. D'abord, un coefficient d'absorption capillaire, noté A_{cap} ($g.m^{-2}.s^{-0.5}$) a été déterminé pour illustrer la vitesse d'absorption capillaire lors de la première phase de l'essai. Comme cette vitesse d'absorption est dépendante de la porosité du matériau, et donc de sa masse volumique sèche, nous avons choisi de considérer les valeurs d'A_{cap} normalisées par la porosité « n » de l'éprouvette afin de pouvoir comparer les résultats obtenus à partir d'éprouvettes de différentes densités[60].

Ensuite la teneur en eau capillaire w_{cap}(kg/m³), qui correspond généralement à la teneur en eau du matériau lorsque la seconde phase d'absorption débute, a été déterminée.

Afin de déterminer les valeurs des coefficients d'absorption A_{cap}, plusieurs méthodes issues de différentes études [23, 222–227] peuvent être envisagées. Dans le cadre de cette campagne expérimentale, trois méthodes de détermination de ces coefficients ont ainsi été envisagées : la méthode de Hall, la méthode à une tangente et la méthode à temps fixe. Les valeurs d'A_{cap} obtenues à l'aide de ces trois méthodes différentes pour un échantillon de la terre R mise en œuvre sans aucun ajout sont aussi précisées sur la figure V-2 en trois couleurs différentes. La méthode à une tangente consiste à réaliser une régression linéaire sur la partie linéaire de la première phase d'absorption. Ainsi, il est possible d'obtenir la pente de cette tangente et cette méthode est basée sur l'équation de la diffusion [224, 228], dont une expression simplifiée est donnée dans l'équation (V-1).

$$\frac{m_t - m_0}{A} = A_{cap} \times t^{0,5} + k_1 \qquad \text{(V- 14)}$$

La méthode de Hall [222, 225–227] quant à elle propose de prendre en compte les effets de la gravité sur l'absorption d'eau capillaire dans les échantillons. La valeur d'A_{cap} est alors déterminée à l'aide d'une régression polynomiale sur la courbe d'absorption dont une expression est donnée en équation (V-2).

$$\frac{m_t - m_0}{A} = A_{cap} \times t^{0,5} + k_1 - k_2 \times t \qquad \text{(V- 15)}$$

Enfin, la méthode à temps fixe propose de prendre la masse de l'échantillon à t=0 secondes et à un temps fixe durant le test d'absorption. À l'aide de ces mesures et de l'équation (V-3), aussi issue de l'équation de diffusion, un A_{cap} « sécant » peut aussi être déterminé. Dans la norme AFNOR XP P 13-901 [23], le temps fixe proposé est de 10 minutes, valeur également retenue ici.

$$\frac{m_t - m_0}{A} = A_{cap} \times t_{fix}^{0,5} \qquad \text{(V- 16)}$$

Dans ces trois équations différentes (m_t-m_0) représente la variation de masse de l'échantillon à un temps t donné, A est la surface de l'échantillon en contact avec l'éponge saturée d'eau, A_{cap} est le coefficient d'absorption déterminé et k_1 et k_2 sont des constantes.

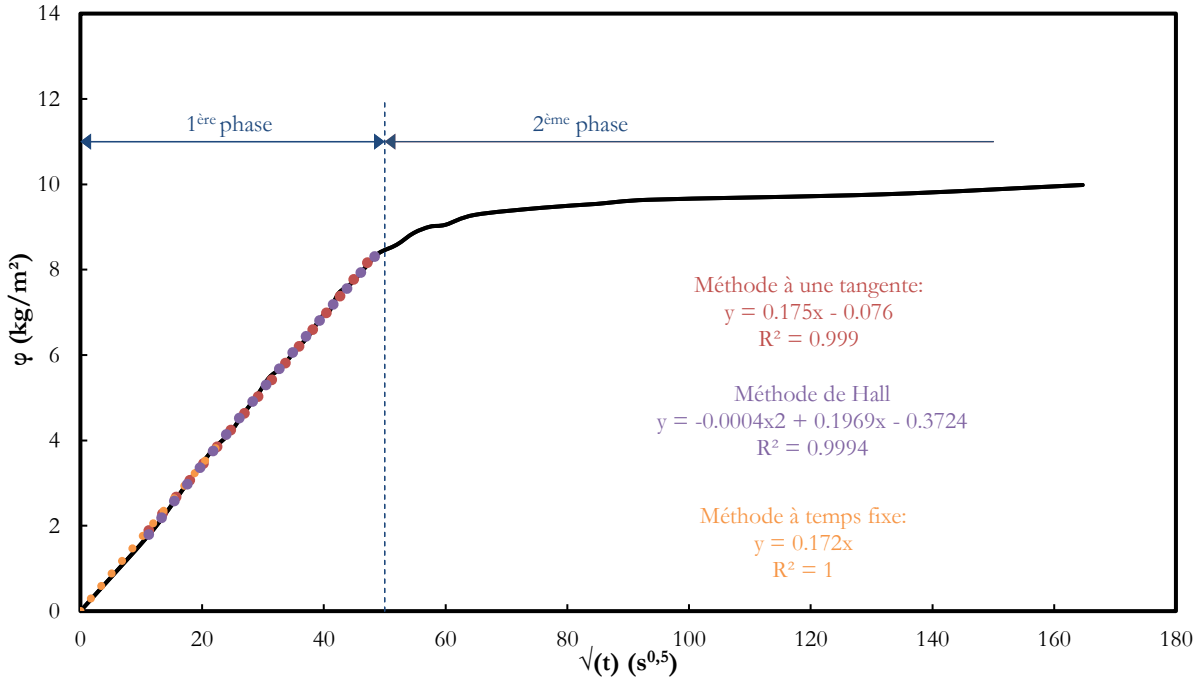


Figure V-2: Courbe d'absorption pour un échantillon de la terre R, 3 méthodes de détermination des valeurs d'A_{cap}

Différentes formes de courbes d'absorption

Environ une centaine d'essais d'absorption d'eau capillaire ont ainsi été menés lors de cette campagne sur de nombreuses formulations des terres K, R et S. Comme décrit précédemment, ces essais ont permis de tracer les évolutions des différents flux d'absorption cumulés φ (en kg/m²) en fonction de la racine carrée du temps ($t^{0,5}$). Ces différentes courbes, selon les types de terres mais aussi selon les types d'ajouts présents dans les formulations, mettent en valeur des comportements d'absorption d'eau capillaire sensiblement différents. En analysant tous ces essais, trois typologies de comportements d'absorption distincts ont été observées. Étant donné que trois méthodes peuvent être utilisées pour déterminer les coefficients d'absorption A_{cap}, chaque méthode peut présenter des limites et être approximative voire fausse pour certains de ces types de comportements d'absorption. Aussi, pour pouvoir réaliser une analyse comparative des comportements d'absorption des trois types de terres K, R et S formulées avec des ajouts aux effets variés, il est primordial de déterminer quelle méthode permettra de déterminer des paramètres A_{cap} et w_{cap} approchant et décrivant systématiquement au mieux les comportements des échantillons formulés soumis à ce test d'absorption. Les trois types de comportements différents observés lors de ces essais d'absorption d'eau capillaire sont présentés sur la figure V-3. Afin de vraiment mettre en valeur ces différences de comportements sur cette figure, les flux cumulés adimensionnés (flux divisé par sa valeur maximale au cours de l'essai dans chacun des cas) y sont tracés en fonction de la racine du temps. Dans le cas du premier type de comportement rencontré, les phases 1 et 2 de l'absorption ne sont pas clairement distinctes. Pour le deuxième type de comportement ces phases sont quant à elles bien distinctes. Pour les deux premiers types de comportements rencontrés, qui sont d'ailleurs observés la plupart du temps, la forme de la phase 1 est légèrement concave. Pour le troisième type de comportement observé, les deux phases d'absorption sont distinctes comme pour le second type de comportement observé, mais la forme de la première phase d'absorption est convexe.

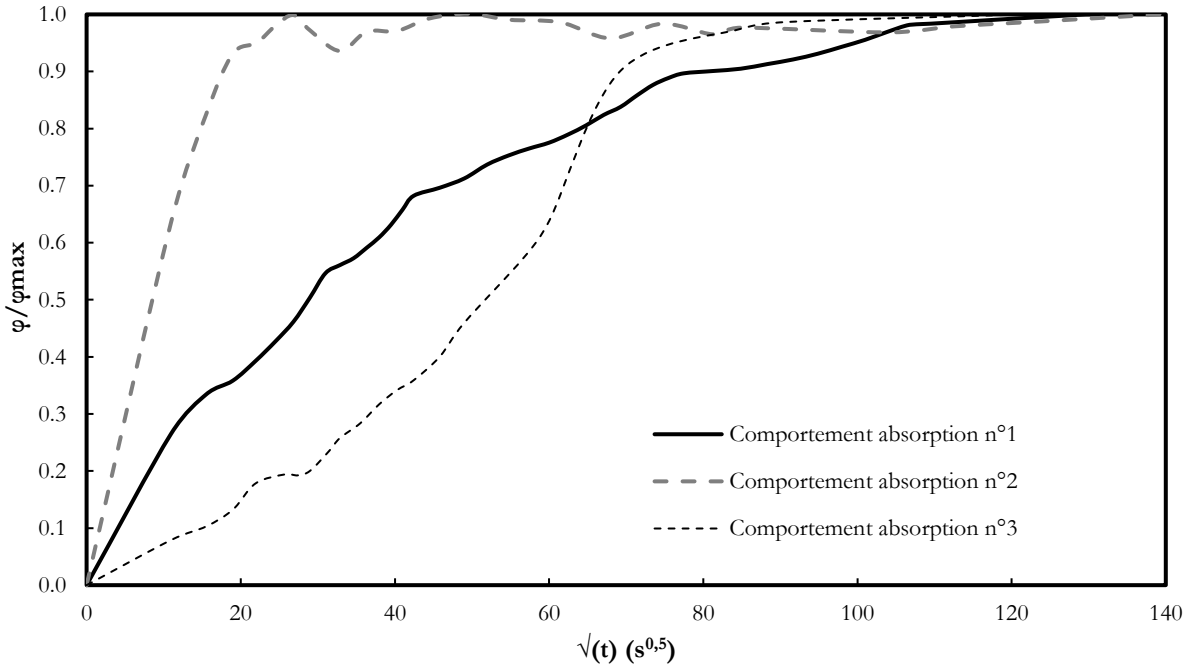


Figure V-3: Trois types de comportements pour différentes formulations de terre soumises aux essais d'absorption d'eau capillaire

Pour les déterminations des valeurs de w_{cap}, comme dans une grande partie des cas il n'est pas aisé de différencier deux phases d'absorption (quand le comportement observé à l'absorption est le comportement n°1), il a été décidé de noter la teneur en eau capillaire maximale obtenue à la fin des essais après saturation complète des échantillons afin de pouvoir comparer des valeurs obtenues dans les mêmes conditions de saturation, même si pour beaucoup de formulations il aurait été possible de déterminer des w_{cap} marquant les passages entre les phases 1 et 2 d'absorption. Pour les déterminations des coefficients A_{cap}, si la méthode de Hall semble être la plus appropriée pour déterminer un coefficient d'absorption capillaire pour le type de

comportement n°1 elle semble mener à des résultats très approximatifs pour les deux autres types de comportements observés. La méthode à une tangente semble quant à elle assez précise pour les comportements n°2 et n°3, mais approximative pour le type de comportement n°1 [225]. La méthode à temps fixe après 10 minutes d'absorption capillaire semble la plupart du temps approximative, car la vitesse de l'absorption d'eau capillaire est étudiée sur une période assez courte, ne décrivant pas vraiment le comportement global d'un échantillon durant la totalité de l'essai d'absorption d'eau capillaire auquel il est soumis. Les limites de chacune de ces méthodes de détermination des A_{ap} sont détaillées et illustrées en annexe 3.

Limites pour la détermination des valeurs d'A_{cap}

Selon le type de courbe d'absorption obtenue, il semble donc que certaines méthodes de détermination des coefficients d'absorption A_{cap} peuvent présenter des limites. Les limites de ces trois méthodes ont été étudiées pour chacune des trois différentes formes de courbes d'absorption rencontrées. Le but est aussi d'identifier une des trois méthodes qui serait la plus fiable pour comparer des valeurs d'A_{cap} déterminées de la même façon pour tous les types de formulations testées. Le détail de cette étude comparative est disponible en annexe 3. Cette étude a permis d'identifier une méthode polyvalente pour déterminer ces valeurs : la méthode à une tangente. C'est donc cette méthode à une tangente qui sera utilisée dans cette étude pour comparer les différents ajouts en termes de cinétique d'absorption capillaire (A_{cap}). Dans l'étude comparative, pour limiter les effets des variations de densités entre les échantillons testés, toutes les valeurs d'A_{cap} déterminées à l'aide de la méthode à une tangente ont été pondérées par la porosité apparente n de ces échantillons (A_{cap}/n). Les w_{cap} déterminés après saturation totale des échantillons ont aussi été déterminés lorsque c'était possible.

b) Des terres présentant des modèles d'absorption capillaire variés : une indication sur leurs propriétés

Après avoir discuté les choix méthodologiques et identifié les méthodes les plus fiables pour déterminer des valeurs de w_{cap} et d'A_{cap} pour analyser et comparer les comportements de toutes les formulations des trois terres soumises à un essai d'absorption, les comportements des trois terres mises en œuvre sans aucun ajout ont d'abord été comparés et analysés. En effet, les différences entre les trois terres K, R et S induisent une différence de leurs comportements face à l'absorption d'eau capillaire. La teneur en argiles, la distribution granulométrique et la nature de la fraction argileuse de chacune de ces terres sont autant de facteurs qui peuvent influencer leur comportement face à l'absorption d'eau capillaire. De par leur variabilité, le suivi et l'analyse des courbes d'absorption et des valeurs d'A_{cap}/n et w_{cap} obtenues pourraient être de bons indicateurs quant à la nature des terres utilisées comme matériaux de construction et permettre d'affiner leur compréhension.

Sur la figure V-4, les courbes d'absorption capillaire obtenues pour un échantillon de chacune des trois terres K, R et S ont été tracées. Aussi, les valeurs d'A_{cap} (déterminées à l'aide de la méthode à une tangente), w_{cap}, de la porosité apparente n et d'A_{cap}/n obtenues à l'aide de ces trois essais d'absorption capillaire sont données dans le tableau V-1. L'observation de ces résultats met clairement en évidence un comportement différents pour chacun des trois matériaux K, R et S.

Terre	K	R	S
A_{cap} ($g.m^{-2}.s^{0,5}$)	26	167	231
W_{cap} (kg/m^3)	285	513.7	665
Porosité apparente n	0,26	0,32	0,36
A_{cap}/n ($g.m^{-2}.s^{0,5}$)	100	514	647

Tableau V-1: Paramètres déterminés lors d'essais d'absorption capillaire sur des échantillons des terre K, R et S seules.

Dans le cas de la terre K, la courbe d'absorption capillaire obtenue semble présenter deux phases d'absorption qui ne sont pas clairement distinctes (comportement à mi-chemin entre le type de comportement n°1 et le type n°2). L'absorption capillaire durant la première phase d'absorption est plutôt lente (faible valeur d'A_{cap} mesurée) et la valeur de w_{cap} est elle aussi assez faible. Comme expliqué dans le chapitre concernant la caractérisation des ressources étudiées lors de ces travaux de thèse, la terre K présente

une faible fraction argileuse et les particules composant cette fraction argileuse (kaolinite) présentent une faible surface spécifique : cette terre K présente ainsi une faible activité argileuse. Aussi, cette ressource présente la plus grande densité quand elle est mise en œuvre (donc la plus faible porosité) et est composée à 75% de particules présentant un diamètre supérieur à 100 µm (taille moyenne des grains et taille des pores assez élevées). En se basant sur les équations de Washburn [229, 230] décrivant l'absorption capillaire dans un réseau poreux, le principal facteur influençant les forces capillaires est le rapport tension superficielle/tailles des pores. La taille moyenne des grains étant assez élevée pour la terre K, les forces capillaires sont plutôt faibles ainsi que les A_{cap} mesurés. La porosité de la terre K étant assez faible, les valeurs de w_{cap} sont aussi assez faibles. L'effet de la gravité serait aussi assez visible (type de comportement n°1) dans le cas de cette terre K du fait que les forces capillaires internes soient faibles.

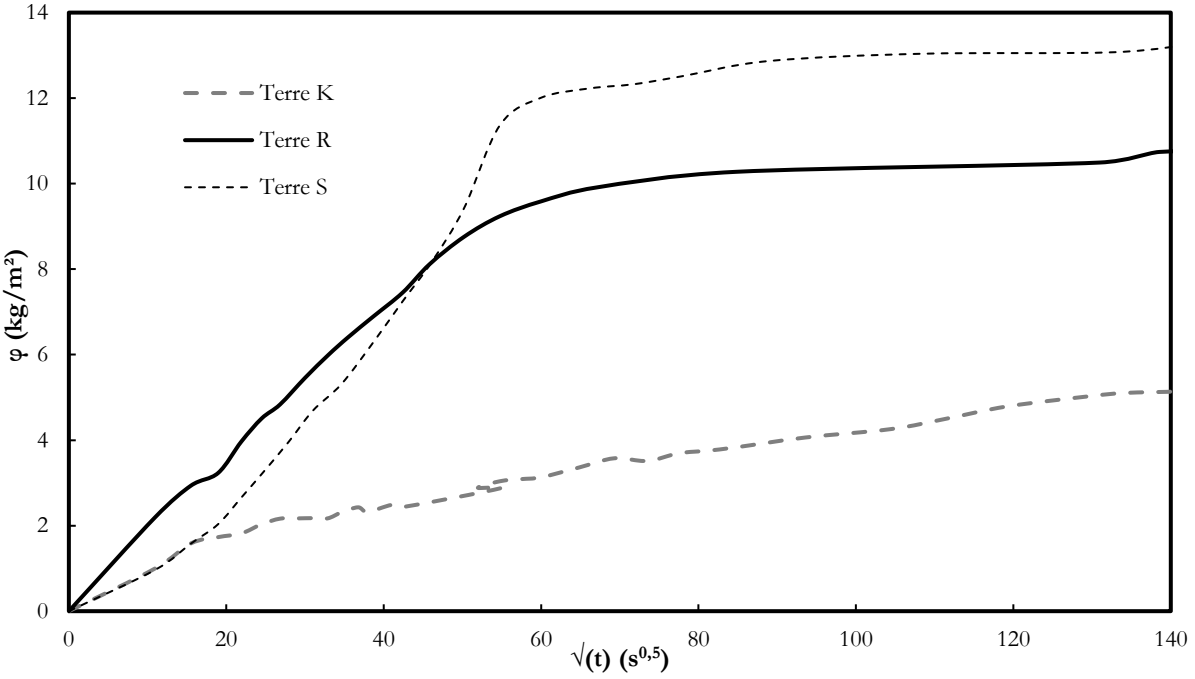


Figure V-4: Courbes d'absorption capillaire pour les terres K, R et S seules$

La terre R présente aussi une fraction argileuse relativement peu élevée, et cette fraction argileuse est composée de kaolinite, mais aussi d'illite et de chlorite qui sont des argiles présentant une plus grande surface spécifique. Cette terre R présente une densité plus faible à la mise en œuvre (porosité plus grande) et une taille moyenne de grains plus faible par rapport à la terre K. Ainsi cette terre R absorbe légèrement plus d'eau dans sa porosité durant l'essai. Les forces capillaires internes sont aussi probablement plus élevées dans cette terre R puisque la taille des pores est plus faible. La courbe d'absorption obtenue pour la terre R est composée de 2 phases d'absorption bien distinctes et la première phase est plutôt linéaire (type de comportement n°2). La forme de cette première phase d'absorption met en valeur le fait que pour la terre R la vitesse d'absorption d'eau capillaire est plus élevée et constante sur la première phase (A_{cap} plus élevé que pour la terre K). Cette plus grande vitesse d'absorption mène aussi assez rapidement à une deuxième phase stable qui présente une valeur de w_{cap} plus élevée. Là aussi, la taille des pores étant plus faible, la valeur d'A_{cap} est plus élevée et la porosité étant plus élevée, la valeur de w_{cap} est plus importante. Les effets de la gravité ne sont d'ailleurs plus visibles sur la courbe d'absorption de la terre R, les forces capillaires internes au matériau étant probablement bien supérieures.

Enfin, la terre S qui est la plus fine présente logiquement une plus grande fraction argileuse que la terre R. Cette fraction argileuse est composée de kaolinite, de beaucoup d'illite et surtout de vermiculite en faible quantité qui est une argile gonflante présentant de grandes affinités avec l'eau. Cette fraction argileuse présente aussi la plus grande surface spécifique des trois terres. Cette terre S présente la plus faible taille moyenne de particules, et quand elle est mise en œuvre elle présente aussi la plus grande porosité. Les forces capillaires y sont donc probablement les plus élevées (petite taille de pores) tandis que sa capacité de stockage

d'eau est probablement la plus élevée (faible densité, grande porosité). Ici aussi la courbe d'absorption capillaire est composée de 2 phases principales bien distinctes. Cependant, lors de la première phase, le flux d'absorption est d'abord assez lent (vitesse d'absorption presque équivalente à la vitesse d'absorption observée pour la terre K) avant d'accélérer très fortement. Cette accélération est assez facilement visible et donne une forme convexe à la courbe lors de cette première phase (Type de comportement n°3). Ce comportement particulier est probablement dû à la nature de la fraction fine de la terre S, ces particules d'argiles étant plus actives et interagissant fortement avec l'eau initialement adsorbée à leur surface après une première période d'absorption. En effet les particules de vermiculite sont des argiles gonflantes composées de feuillets très fins liés par des cations échangeables présentant de très grandes capacités d'hydratation. [25, 63, 70, 71, 80]. Dans ce cas, lors de la première phase d'absorption, il est très probable que la première période « ralentie » soit liée uniquement aux forces capillaires « communes » comme observé précédemment pour les terres K et R. Ensuite, lorsque l'accélération est visible sur la première phase de la courbe d'absorption, il est probable que les forces motrices de ce phénomène d'absorption soient à la fois les forces capillaires « communes » et l'hydratation des cations interfoliaires des vermiculites, menant au gonflement de ces argiles ce qui augmente significativement leur surface spécifique accessible à l'eau. Ce phénomène de gonflement de la fraction fine de la terre S pourrait ainsi expliquer cette accélération remarquable de l'absorption lors de la première phase menant à des mesures d'A_{cap} et d'A_{cap}/n systématiquement plus élevées. La petite taille des pores est aussi responsable de ces valeurs élevées d'A_{cap}. La plus grande porosité constatée pour cette terre S mène logiquement à de plus grandes valeurs de w_{cap} mesurées. La terre S est la plus fine des trois terres testées dans ces travaux de thèse, et il est donc probable que ses pores soient proportionnellement plus fins au sein d'une porosité très connectée. Cette caractéristique pourrait aussi expliquer les plus grandes vitesses d'absorption observées au sein de la terre S lors de la phase 1 compte tenu des compositions, des natures et des comportements des deux autres terres : les terres K et R sont des matériaux plus grossiers aux tailles moyennes de pores probablement plus grandes, présentant cependant une porosité apparente plus faible, donc probablement un réseau poreux plus grossier mais moins ramifié. Pour mieux appréhender cet aspect, il serait très intéressant de lier ces résultats d'essais d'absorption capillaire avec des estimations des tailles moyennes des pores au sein de chacune des terres mises en œuvre.

Il est aussi régulièrement admis que les forces de succion sont des forces motrices du phénomène d'absorption d'eau capillaire [231]. Par l'observation de courbes de rétentions en construction de ces trois terres étudiées (quelques points sont encore manquants et ne permettent pas encore d'afficher des courbes de rétention complètes), quelques premières observations ont néanmoins été réalisées : à une teneur en eau donnée, les forces de succion semblent plus élevées dans la terre S que dans la terre R, et les forces de succion semblent plus élevées dans la terre R que dans la terre K. Ces résultats préliminaires, qui nécessiteraient d'être validés plus rigoureusement, sont tout de même en accord avec les comportements observés pour ces trois types de terre. Ces forces de succion internes au matériau terre sont directement liées à la teneur et à la nature des argiles, et à la surface spécifique de chacune des terres étudiées [74, 232, 233].

Finalement ces courbes d'absorption capillaire semblent donc liées à deux phénomènes physiques principaux : l'absorption capillaire au sein d'un matériau de construction poreux en lien direct avec la nature de sa porosité (principal phénomène), et l'adsorption des particules d'eau à la surface et au sein des particules d'argile qui semble pouvoir amplifier cette absorption d'eau capillaire et influencer ce phénomène.

c) Effets des ajouts bio sourcés sur l'absorption capillaire d'eau liquide des terres étudiées

Comme énoncé précédemment dans cette étude, les impacts des différents ajouts sur les comportements à l'absorption des matériaux ont été suivis. Pour chacune des formulations (terre + ajouts), au moins deux échantillons ont été étudiés et les valeurs moyennes de w_{cap} et d'A_{cap}/n ont été mesurées. Elles sont représentées sur la figure V-5. Sur cette figure, les valeurs de w_{cap} et d'A_{cap}/n de chaque formulation d'une terre donnée ont été comparées aux valeurs de références obtenues pour cette même terre formulée avec du HMP seulement (puisque dans presque toutes les formulations étudiées du HMP a été ajouté). Les valeurs de w_{cap} et d'A_{cap}/n obtenues pour les terres sans aucun ajout sont également reportées sur cette figure.

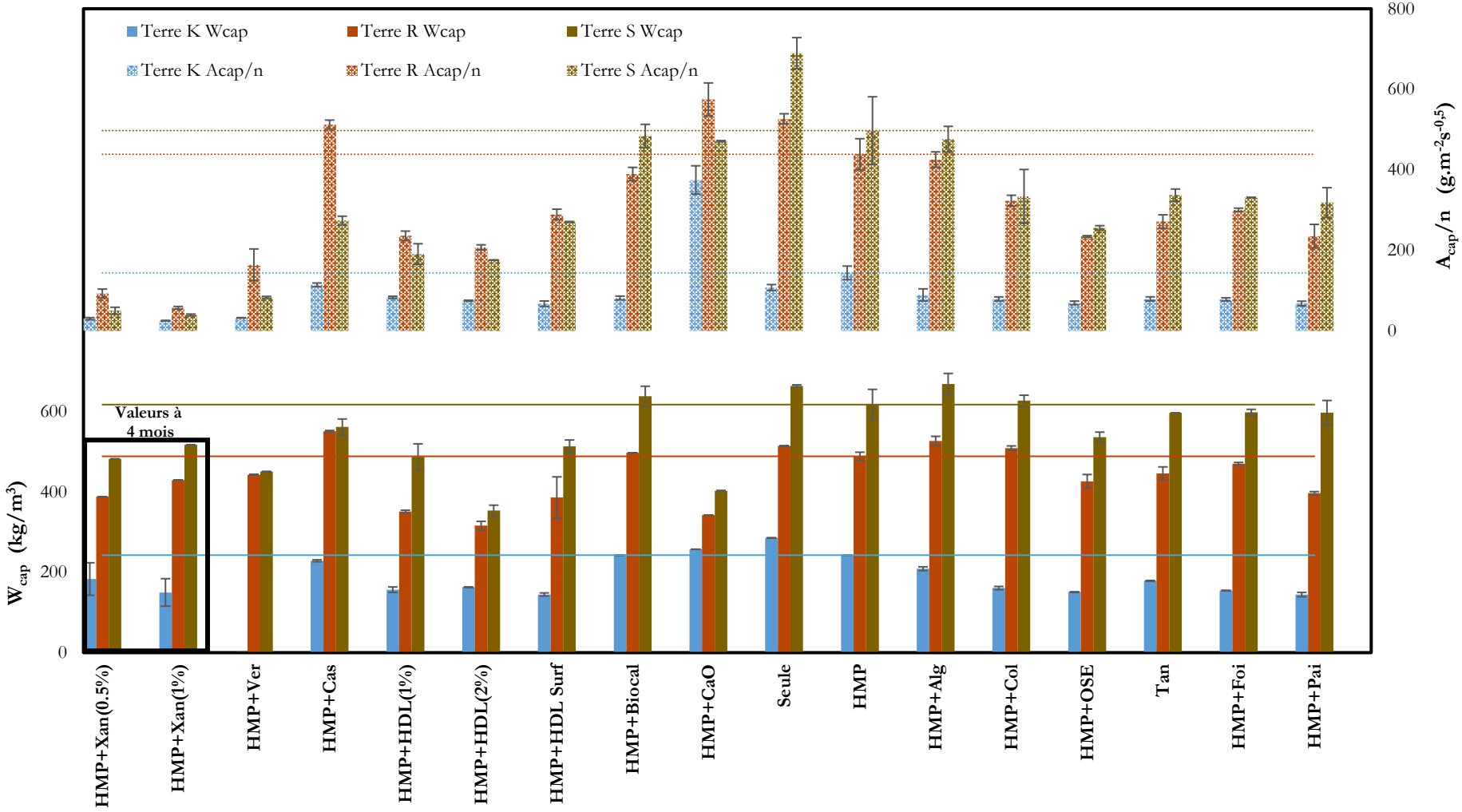


Figure V-5: Valeurs de w_{cap} et d'A_{cap}/n pour différentes formulations des terres K, R et S

Tout d'abord, il est assez clair que chaque ajout testé semble avoir le même effet l'absorption d'eau capillaire, quelle que soit la terre étudiée. Mis à part quelques exceptions, pour chaque formulation étudiée des trois terres, les valeurs de w_{cap} et d'A_{cap}/n sont les plus élevées dans le cas de la terre S et sont les plus faibles dans le cas de la terre K. Les précédentes observations et conclusions faites à propos des différentes natures des trois terres sont ainsi renforcées. Il apparait aussi que l'effet des ajouts bio-sourcés qui semblent limiter les vitesses d'absorption d'eau capillaire est plus visible et marqué sur la terre S. En effet, pour ces ajouts (Xan, Ver, HDL, Col, OSE, Tan, Foi, Pai) une valeur moyenne de 61% de réduction d'A_{cap}/n est observable pour la terre S, quand la réduction moyenne d'A_{cap}/n est de 58% pour la terre K et de 52% pour la terre R. Comme les ajouts testés sont supposés agir en priorité sur les fractions argileuses des terres étudiées, leur influence est très probablement plus visible sur les sols les plus fins présentant les plus grandes teneurs en argiles et surfaces spécifiques.

Les seules formulations de terres qui présentent des valeurs d'A_{cap}/n plus élevées que les valeurs de références obtenues (Terre+HMP) sont les suivantes : « Terre+HMP+CaO », « Terres seules sans ajout » et « Terre R+HMP+Cas ». Cependant il semble que ces formulations présentent aussi des masses volumiques sèches inférieures à celles des références. Cette observation pourrait ainsi remettre en cause la première hypothèse selon laquelle diviser les valeurs d'A_{cap} par la porosité apparente n permettrait de ne pas prendre en compte l'influence des variations de masses volumiques sèches entre les différents échantillons soumis aux essais d'absorption d'eau capillaire. Ainsi, il parait important de réaliser quelques essais complémentaires pour des échantillons d'une formulation de terre donnée mis en œuvre à différentes densités afin de mieux appréhender l'influence de la variation de densité d'un matériau donné sur son comportement lorsqu'il est soumis à de l'absorption d'eau capillaire. Ces essais ont été réalisés pour des éprouvettes de la terre K seule à différentes densités sèches visées. La figure V-6 présente les valeurs d'A_{cap}/n obtenues à l'aide de 2 méthodes (Hall et une tangente) en fonction des masses volumiques sèches mesurées pour différents échantillons de la terre K seule.

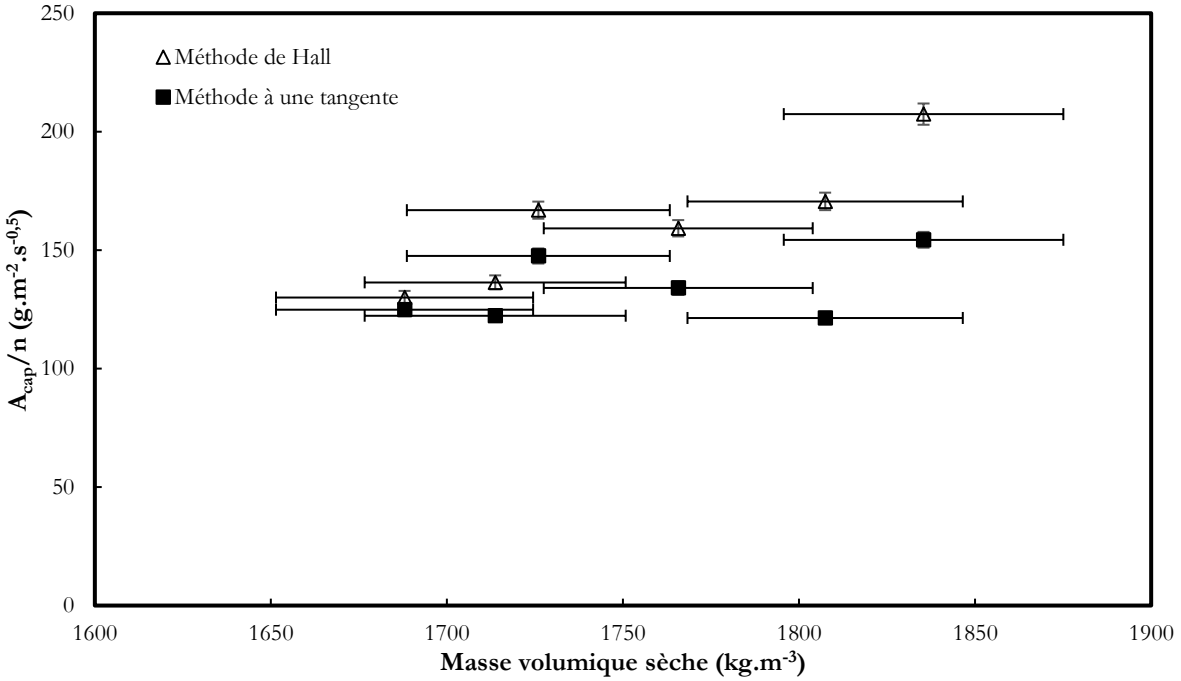


Figure V-6: Évolution des valeurs d'A_{cap}/n en fonction des masses volumiques sèches mesurées pour différents échantillons de la terre K

Pour les mesures d'A_{cap}/n à l'aide de la méthode à une tangente (méthode choisie) il ne semble pas vraiment y avoir de variation marquée en fonction de la masse volumique sèche du matériau étudié si ce n'est une très légère hausse d'A_{cap}/n quand la masse volumique sèche augmente. Cependant les variations d'A_{cap}/n ne sont vraiment pas très marquées, passant de 125 à 150 g.m^{-2}.s$^{-0,5}$. Pour les valeurs obtenues à l'aide de la méthode de Hall, cette hausse est légèrement plus marquée, les valeurs d'A_{cap}/n passant de 125 à 200 g.m^{-2}.s$^{-0,5}$ quand la masse volumique sèche de la terre K passe de 1690 kg/m^3 à 1835 kg/m^3. Néanmoins les

mesures de masses volumiques sèches de ces échantillons sont assez approximatives, et la tendance d'évolution observée reste assez peu marquée, les variations d'A_{cap}/n mesurées (surtout à l'aide de la méthode à une tangente) n'étant pas si importantes et ne permettent pas vraiment de tirer une conclusion définitive pour ce point. De plus, il semble que si la densité du matériau augmente, la valeur d'Acap/n augmente légèrement alors que pour les observations faites précédemment sur les formulations « Terre+HMP+CaO », « Terres seules sans ajouts » et « Terre R+HMP+Cas » les valeurs d'Acap/n étaient plus élevées que celles des références alors que leurs densités étaient plus faibles. Enfin, pour certains ajouts qui ont des propriétés viscosantes et épaississent le matériau à sa mise en œuvre, une diminution de la densité du matériau à l'état sec est inévitable et liée aux propriétés de l'ajout. Ainsi il parait assez pertinent d'analyser et de comparer les valeurs d'A_{cap}/n déterminées à l'aide de la méthode à une tangente pour mettre en valeur les effets des ajouts sélectionnés sur les comportements des matériaux à base de terre crue lorsqu'ils sont soumis à des essais d'absorption d'eau capillaire. Les valeurs de w_{cap} obtenues permettent aussi de compléter l'étude de ces comportements face à l'absorption d'eau capillaire : ce paramètre permet d'appréhender la quantité totale d'eau absorbée d'un échantillon après saturation lors de l'essai. Il est toutefois important de noter que, pour toutes les formulations testées, ces valeurs de w_{cap} ont toutes été obtenues après environ 24 heures d'essai, mis à part pour les formulations contenant de la gomme xanthane : dans ce cas, la deuxième phase d'absorption, et donc le w_{cap}, ne semble jamais atteinte et les valeurs affichées sur la figure V-5 ont été déterminées après quatre mois d'expérience. Après cette discussion à propos de la possibilité de comparer les valeurs d'A_{cap}/n et de w_{cap} affichées sur la figure V-5, les différentes formulations ont pu être comparées.

Dans les cas des ajouts d'OSE et de tanins de châtaigniers (Tan) ainsi que d'eaux fermentées de fibres végétales (Foi et Pai), l'absorption d'eau capillaire semble être légèrement ralentie (les valeurs d'A_{cap}/n sont divisées par 1,25 environ par rapport aux références), mais leurs effets restent tout de même assez limités, et ce pour tous les types de terres étudiés. Pour ces formulations les mêmes observations peuvent être faites sur les valeurs de w_{cap} obtenues, légèrement diminuées. Les formulations des terres avec de la caséine (Cas), de l'alginate (Alg) et de la colle végétale (Col) présentent aussi des valeurs d'A_{cap}/n et de w_{cap} légèrement limitées, dans une moindre mesure. Pour les échantillons des trois terres, protégés à l'aide de biocalcification en surface, les valeurs d'A_{cap}/n sont légèrement limitées, quand les valeurs de w_{cap} restent inchangées. Pour tous ces ajouts différents formulés avec les trois terres, si l'absorption d'eau capillaire semble légèrement limitée, leurs effets restent assez peu marqués et il est difficile de conclure quant à leurs propriétés pouvant améliorer la durabilité vis-à-vis de l'eau des matériaux à base de terre crue.

À propos de la protection de surface des échantillons à l'aide d'un vernis à base d'huiles végétales, il semble au premier abord que cette protection induit une forte réduction de l'absorption d'eau capillaire pour toutes les terres étudiées (Valeurs d'A_{cap}/n divisées par un facteur allant de 3 à 5). Cependant, et ce malgré une diminution des valeurs de w_{cap}, il apparait aussi que dès que l'eau absorbée franchit la couche de vernis, les échantillons commencent à gonfler et à se fissurer. Ainsi, il semble assez clair que le vernis à base d'huiles végétales, appliqué en trois couches, augmente la durabilité à l'eau des matériaux de construction à base de terre crue jusqu'à une certaine limite à partir de laquelle son effet pourrait devenir défavorable : une fois la barrière franchie, l'eau est piégée dans les échantillons et cela génère de la fissuration.

Dans le cas des ajouts d'huile de lin (HDL 1% ou 2% dans la masse des matériaux, ou HDLSurf en surface des échantillons), toutes les valeurs d'A_{cap}/n obtenues sont, au minimum, divisées par deux (figure V-5) pour toutes les proportions d'HDL et tous les types de terres. Cette forte réduction des valeurs d'A_{cap}/n est probablement liée aux propriétés hautement hydrophobes de l'huile de lin séchée [119, 120] qui limite la pénétration de l'eau dans les matériaux. Les valeurs de w_{cap} sont aussi divisées par environ 1,5 pour toutes les proportions d'HDL et tous les types de terres. Aussi, pendant toute la durée des essais d'absorption, les échantillons stabilisés à l'aide d'huile de lin dans la masse (HDL 1% et HDL 2%) ne présentent aucun gonflement et conservent une cohésion apparente très forte qui reste visible après plus de 72h d'essai. Ces observations ne peuvent pas être faites pour les échantillons protégés par l'huile de lin appliquée en plusieurs couches à leur surface : après 24 h d'essai, un fort gonflement de ces échantillons (pour toutes les terres testées) est visible et leurs cohésions sont très fortement impactées, comme cela a pu être observé pour les

échantillons de référence (Terres+HMP) par exemple. Ce comportement observé pour l'huile de lin appliquée en surface des échantillons des trois terres K, R et S est assez similaire à celui observé dans le cas de la protection de ces échantillons avec une couche de vernis à base d'huiles végétales. Dans les cas où l'huile de lin est ajoutée dans la masse des échantillons, tout se passe comme si l'huile de lin s'était étalée et avait recouvert la surface interne des pores, protégeant ainsi le liant argileux de la pénétration de l'eau dans ses espaces interfoliaires : la surface accessible à l'eau est ainsi limitée. Ce constat peut aussi justifier les faibles valeurs mesurées de w_{cap} (la quantité totale d'eau absorbée par les matériaux au cours des essais étant ainsi limitée) et l'absence de gonflement observée pour ces échantillons des trois terres stabilisées avec de l'huile de lin dans leurs masses.

Ensuite, l'effet de l'ajout de gomme xanthane à différents dosages sur les comportements des blocs de terre crue soumis à de l'absorption d'eau capillaire a aussi été suivi. Cet ajout bio-sourcé semble être le plus fort réducteur d'absorption d'eau capillaire pour matériaux à base de terre crue testé dans ces travaux de thèse. En effet, pour tous les dosages de gomme xanthane et pour tous les types de terres, les valeurs d'A_{cap}/n semblent être divisées par des facteurs variant de 5 à 10. La cinétique d'absorption est ainsi très fortement réduite lors de la première phase. De plus, l'absorption d'eau capillaire est tellement réduite pour ces formulations, que la transition de ce phénomène en deuxième phase n'est jamais atteinte, même après quatre mois d'expérience, un palier ne semblant jamais se dessiner. Cette deuxième phase n'étant jamais atteinte, aucune valeur de w_{cap} ne peut être précisément déterminée selon les procédures établies. À défaut, des valeurs de « w_{cap} », les teneurs en eau des échantillons mesurées après quatre mois d'essai, ont été déterminées et elles restent quand même inférieures aux valeurs de référence. Cela étant dit, après quatre mois d'essai, tous ces échantillons stabilisés à la gomme xanthane ne présentent aucun gonflement apparent et gardent une très forte cohésion apparente. Il est très probable que la gomme xanthane forme des liaisons microscopiques entre les feuillets d'argile composant le matériau, structurant ainsi un nouveau réseau de liaisons entre les particules du sol moins sensible à l'effet de l'eau [120, 151, 152]. Cependant, le risque de prolifération fongique et bactérienne dans ce genre de matériau soumis à une humidité constante reste à prendre en considération car elle pourrait compromettre son utilisation en tant que matériau de construction [234]. De plus, dans cette étude, la gomme xanthane utilisée est une gomme xanthane très purifiée car destinée à une utilisation dans le domaine de l'industrie agroalimentaire. Dans l'optique de limiter autant que possible les impacts des blocs de terre crue formulés avec des ajouts bio-sourcés, l'ajout de gomme xanthane étant prometteur, il serait très intéressant d'utiliser une gomme xanthane la moins transformée possible, la moins purifiée possible, mais qui serait aussi probablement plus sujette à la prolifération fongique et bactérienne. De futures études sont ainsi envisageables quant à l'efficacité d'une gomme xanthane beaucoup moins purifiée pour stabiliser des blocs de terre crue, les rendre durables à l'eau et à propos de cette possible prolifération fongique et bactérienne dans les matériaux formulés.

Enfin, l'ajout de chaux aérienne dans la formulation des blocs de terre crue a été étudié à titre comparatif et il apparait que cet ajout ne réduit pas les valeurs d'A_{cap}/n. Cependant, tous les échantillons des trois terres combinées avec de la chaux aérienne étudiés présentent des valeurs de w_{cap} divisées par 1,5. De plus pendant toute la durée de l'expérience, ces échantillons ne présentent aucun gonflement et gardent une forte cohésion apparente. La carbonatation de la chaux crée un squelette rigide qui immobilise et fixe les différentes particules du matériau. Ainsi, les particules d'argiles immobilisées ne peuvent plus toutes adsorber de l'eau à leur surface, ce qui empêche le matériau de gonfler sous l'action de l'eau et lui permet de conserver une certaine résistance ainsi qu'une certaine cohésion.

Cette étude a permis de mettre en valeur le fait que les ajouts de gomme xanthane et d'huile de lin dans la masse des matériaux de construction à base de terre crue permettaient de les rendre beaucoup plus durables face à l'action de l'eau, comme les résultats du chapitre IV mettaient déjà en valeur les propriétés bénéfiques de ces deux types d'ajouts bio-sourcés. Il apparait ainsi assez clairement que pour garantir de bonnes résistances mécaniques en service aux matériaux à base de terre crue il est primordial de se concentrer sur sa bonne durabilité à l'eau. Il est aussi apparu ici que, dans une certaine mesure, des protections de surface des matériaux à base de terre crue à l'aide d'huiles végétales ou de vernis à base d'huiles végétales sont des solutions viables pour améliorer leur durabilité à l'eau.

2. Étude de la résistance à l'érosion de différentes formulations de matériaux

Comme cela a déjà été évoqué plusieurs fois, l'un des problèmes majeurs auquel le milieu de la construction en terre crue doit faire face est la durabilité du matériau, notamment face à l'eau, au regard des normes actuelles en vigueur dans le milieu du bâtiment. Dès 1952, Middleton [235] met en valeur le fait que les murs construits en matériau terre crue sont régulièrement sujets à des pertes considérables de matière qui sont causées par les conditions climatiques auxquelles ils sont soumis. Cette perte de matière implique ainsi un besoin de maintenance de ces murs qui peut paraitre assez important au premier abord, besoin qui a pu paraitre assez éloigné des exigences de la construction moderne [236] à une époque ou construire durablement consistait surtout à construire rapidement des grands ensembles monolithiques permettant de fournir des logements modernes au plus grand nombre en leur donnant accès à l'électricité, l'eau courante et à un certain confort. Ce « manque de durabilité » apparent des murs en terre crue face aux conditions climatiques extérieures (manque de résistance à l'érosion finalement) a contribué à une époque à un certain oubli de cette méthode de construction. Si aujourd'hui, il est possible de justifier sa durabilité à l'érosion par de simples procédés constructifs relevant du bon sens [20], il peut aussi être assez intéressant de protéger le matériau à base de terre crue au moment même de sa formulation et de le réaliser sans liants hydrauliques afin de lever ce frein au développement du matériau terre crue dans la construction moderne que peut être ce « manque de résistance à l'érosion ». Justifier une certaine résistance à l'érosion de certaines des formulations sélectionnées, c'est l'objectif de la prochaine étude.

a) Érosion des matériaux de construction en terre crue : méthodes de mesure, dispositif expérimental

Étude bibliographique : méthodes expérimentales

Étudier la résistance à l'érosion d'un matériau de construction, c'est appréhender sa résistance de surface. Ainsi, plusieurs facteurs vont influencer la résistance de surface d'un matériau formulé à base de terre crue, d'ajouts sélectionnés et mis en œuvre de manière particulière : ses propriétés intrinsèques, l'effet des ajouts, l'effet du mode de mise en œuvre sélectionné, l'influence de la température et l'influence du climat extérieur [237]. L'érosion causée par les précipitations est le facteur principal de la détérioration des propriétés de surface d'un matériau donné. D'une manière générale, un bloc de terre crue présentant une bonne résistance à l'érosion verra sa durabilité élevée, car il résistera à priori mieux aux autres agressions de son milieu [235]

Aussi, il est acquis que l'absorption d'eau capillaire, étudiée dans les sections précédentes, a un impact très important sur la durabilité des matériaux poreux et donc sur leur résistance à l'érosion [238]. Il est ainsi très probable que les formulations identifiées précédemment, ayant permis de limiter l'absorption d'eau capillaire dans les blocs de terre crue, soient aussi les formulations présentant les meilleures résistances à l'érosion. L'augmentation de la teneur en eau des matériaux à base de terre crue en service peut être causée par de nombreux facteurs comme les précipitations pluviales, la condensation de la vapeur d'eau atmosphérique ou encore l'infiltration d'eau [239]. Afin qu'un matériau poreux puisse absorber de l'eau lorsqu'il est exposé à des précipitations, diverses conditions doivent être remplies : présence d'eau sur la surface du matériau, présence d'un « passage » permettant à l'eau de s'infiltrer (les pores), et présence d'une force motrice pour absorber cette eau de surface [240]. Diverses forces peuvent ainsi conduire l'eau présente en surface du matériau terre crue à être absorbée en son sein, comme la gravité, les forces capillaires, l'énergie cinétique pouvant provenir du dépôt d'eau à sa surface ou encore la pression hydrostatique [238]. C'est l'absorption d'eau en surface du matériau terre crue qui va localement limiter sa résistance de surface et entrainer son érosion lorsqu'il est soumis à des précipitations et mener à des pertes, parfois considérables, de matière pouvant à terme mener à une mise en péril l'intégrité d'un bâtiment construit en terre crue.

Pour étudier et quantifier l'érosion des matériaux à base de terre crue, de nombreux essais de laboratoire ou de terrain ont été élaborés. Ces essais peuvent être classés en plusieurs catégories [237] :

- Les essais indirects utilisant les résultats d'une autre expérimentation comme un facteur prédisant la résistance à l'érosion.

- Les simulations tentant d'approcher des conditions exactes d'érosion d'un milieu choisi comme le spray test développé par M.M. Dad [241] en 1985 ou plus récemment le spray test développé par F.O. Ogunye en 1997 [242].
- Les essais accélérés déterminant la résistance à l'érosion au travers d'expérimentation simulant l'érosion d'une façon accélérée.

L'essentiel des essais accélérés et des simulations sont répartissables en deux catégories principales : les « spray tests » ou encore les « drip tests ». Succinctement, un « spray test » consiste à soumettre un matériau à un jet d'eau à haute pression afin de simuler l'action de la pluie à sa surface. Plusieurs « spray tests » ont déjà été développés [243–245] , et K.A. Heathcote en fait une revue documentaire dans le cadre de sa thèse [237]. Les principales différences entre ces essais sont les paramètres considérés pour simuler l'action de la pluie, comme la durée d'un essai ou la pression du jet d'eau appliqué sur l'échantillon. Un « drip test » consiste très simplement à faire tomber des gouttes d'eau sur un matériau étudié. Différents « drip tests » existent aussi comme le « Swinburne Accelerated Drip Test (SADT) » [237] pouvant être interprété à l'aide de la classification issue des travaux de Weisz et al. [246] ou comme le « Yttrup test » [247] pouvant facilement être interprété grâce à la classification proposée par G.J. Frencham [248]. La figure V-7 présente de manière schématique ces deux types d'essais utilisés pour quantifier la résistance à l'érosion des matériaux à base de terre crue.

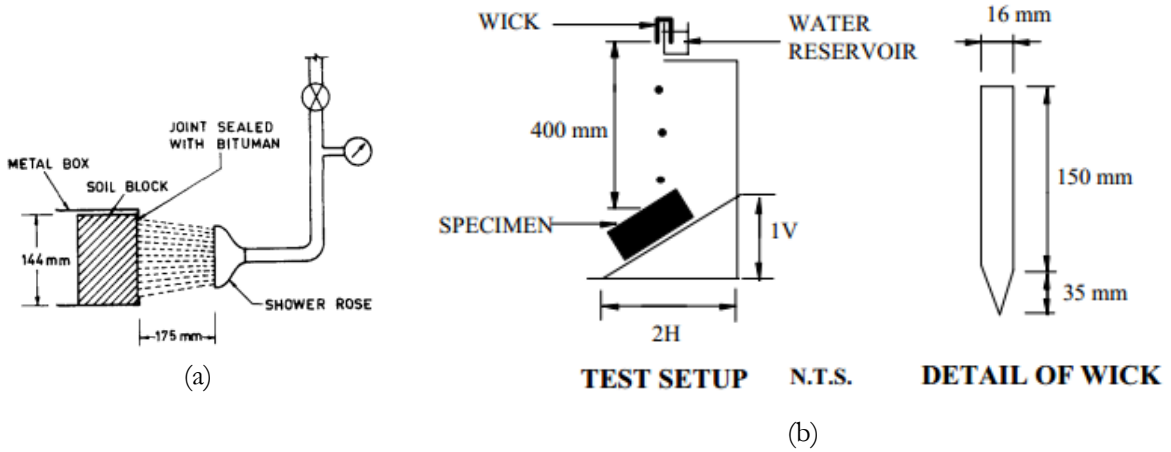


Figure V-7: Schémas de dispositifs d'essais d'érosion différents : (a) Reddy and Jagadish spray test [245] (b) Yttrup drip test [247]

Afin d'estimer la résistance à l'érosion des matériaux testés lors de ces essais, différents paramètres peuvent être suivis lors de ces types d'essais : la masse perdue [249], l'érosion des coins de l'échantillon [243], ou encore la profondeur érodée [244, 245, 247]. Cette profondeur érodée peut aussi être reliée à des données qui seraient obtenues sur terrain. Les travaux de Frencham [248] proposent en effet de faire le lien entre la profondeur érodée résultant de l'essai d'Yttrup (drip test) et une résistance à l'érosion des matériaux en service. Pour déterminer la résistance à l'érosion en fonction du milieu, Frencham définit différents facteurs et indices :

- L'indice d'érodabilité (E_I) dépendant de la profondeur érodée (Tableau V-2)
- Le facteur d'exposition (E_X) étant lié au milieu et à l'exposition du matériau mis en œuvre (Tableau V-3)
- Le facteur de précipitation (R_F) valant 0 pour un milieu dont les précipitations sont inférieures à 500mm/an, et 1 si les précipitations sont supérieures à 500mm/an.
- L'indice d'érodabilité de mur (E_{WI}), la somme des 3 indices précédemment déterminés et qui permet d'estimer la perte potentielle d'épaisseur du mur mis en œuvre dans un milieu donné (Tableau V-4). C'est cet indice qui doit alors être pris en compte : si ce facteur dépasse 4, le matériau ne peut pas être utilisé dans un milieu donné.

Indice d'érodabilité (E_I)	Profondeur érodée (mm)	Catégorie d'érosion du matériau
1	D=0	Non érodable
2	0<D<5	Légèrement érodable
3	5<D<10	Érodable
4	D>10	Très érodable

Tableau V-2: Valeurs d'indices d'érodabilité (E_I) selon Frencham [248]

Milieu	Facteur d'exposition (E_X)	
	Exposé au vent dominant	Non exposé
Côtier, très exposé	2	1
Rural	1	0
Suburbain	0	0

Tableau V-3 : Valeurs de facteurs d'exposition (E_X) selon Frencham [248]

Indice d'érodabilité du mur (E_{WI})	Perte potentielle d'épaisseur du mur (mm)
1	0 mm
2	10 mm
3	25 mm
4	50 mm

Tableau V-4: Perte d'épaisseur potentielle de mur selon les indices d'érodabilité déterminés selon Frencham [248]

Si Frencham propose des interprétations pour estimer l'érosion réelle d'un mur en terre dans des conditions données, l'érosion d'un mur résulte de l'action de différents phénomènes assez variés. Sur la figure V-8 adaptée de l'étude de C. Beckett et al. (2020) [250], la multitude de ces sources d'érosion différentes est présentée : de par ces multiples facteurs d'érosion il est assez complexe de reproduire en laboratoire le phénomène d'érosion des matériaux.

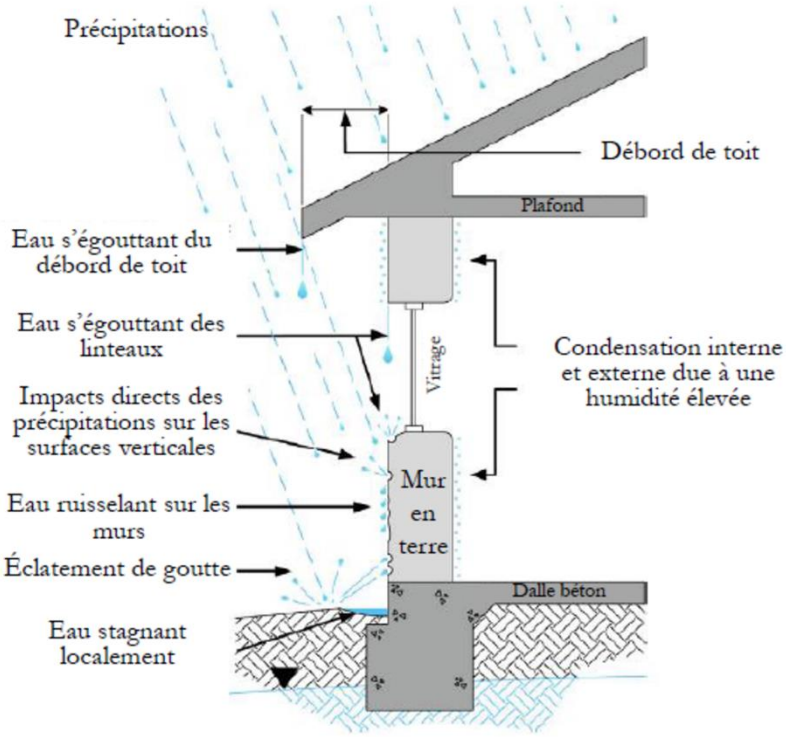


Figure V-8: Représentation schématique des différentes sources d'érosion possibles pour un mur en terre crue dans un bâtiment, adapté de C. Beckett et al. [250]

Comme décrit précédemment, il existe un grand nombre d'essais qui ont été développés afin d'analyser au mieux ce phénomène d'érosion à plus ou moins long terme dans des conditions maitrisées. Par exemple des essais comme les « drip tests » sont plutôt des essais permettant une analyse de l'érosion à court terme, qui

ne prennent pas en compte toutes les sources d'érosion possible. Au contraire, des essais comme les « spray tests » sont souvent considérés comme trop intenses et sont parfois difficiles à relier à une érosion à long terme qui est plutôt induite par de nombreux cycles d'humidification/séchage plutôt que par une sollicitation extrême localisée sur un échantillon. Au cours de la vie d'un matériau les différentes sources d'érosion apparaissent et disparaissent de façon plus ou moins aléatoire, c'est pourquoi un essai de laboratoire ne peut pas totalement décrire l'érosion d'un mur de terre crue donné. En réalité pour approcher une description complète de la résistance à l'érosion d'un matériau, il peut être intéressant de multiplier les différents essais [250]. Ici, l'objectif n'est pas d'obtenir des valeurs très précises de la résistance à l'érosion des échantillons, mais plutôt, à l'aide d'un essai simple, de comparer les différences de comportements des trois terres soumises à l'érosion et d'étudier les effets de différents ajouts bio-sourcés sur leur résistance à l'érosion en tentant d'identifier les différents mécanismes favorisant ou ralentissant le phénomène. C'est pourquoi il a été décidé de réaliser un « drip test » adapté de l'essai de Yttrup [247], facile à développer en laboratoire et rapide à effectuer. Cet essai simple devrait déjà permettre d'appréhender l'influence des différents ajouts testés sur la résistance à l'érosion de blocs de terre crue réalisés à partir des terres K, R et S.

Dispositif expérimental

Comme l'érosion peut être simulée et étudiée en laboratoire au moyen de différents essais, Différentes contraintes et impératifs (nécessité d'économiser de la matière pour ces essais, de réaliser un essai simple et de limiter le temps des expérimentations) ont menés à développer un « drip test » inspiré de l'essai d'Yttrup évoqué précédemment.

Ainsi, des éprouvettes 40*40*160 mm^3 de différentes formulations des terres K, R et S ont ainsi été confectionnées et soumises à cet essai d'érosion. Lors de cet essai, un volume d'eau de 100 mL tombe goutte après goutte depuis une burette graduée sur une éprouvette inclinée à 30° afin de simuler une érosion sous l'action du vent la plus défavorable possible [237, 251]. La hauteur de chute des gouttes d'eau est de 40cm. Des essais préliminaires ont permis de vérifier que les dimensions des éprouvettes sont suffisantes pour que leur érosion ne soit pas perturbée par des effets de bords. La figure V-9 représente très schématiquement le dispositif expérimental adopté lors de cette campagne d'essais d'érosion.

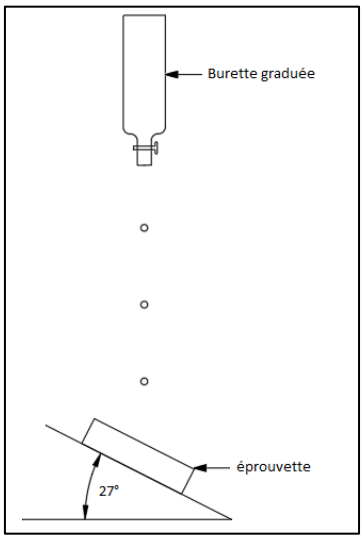


Figure V-9: Schéma du dispositif expérimental d'essai d'érosion choisi, adapté de l'essai d'Yttrup [247]

À la différence de l'essai d'Yttrup qui dure 60 minutes, l'essai qui a été mené dans le cadre de cette thèse a duré dix minutes par éprouvette testée avec un débit de goutte à goutte beaucoup plus élevé. L'essai développé est en quelque sorte un essai d'Yttrup accéléré. Afin de vérifier la validité de cette durée d'essai en comparaison à l'essai d'Yttrup, un parallèle énergétique a été établi.

Selon les explications énoncées dans les travaux de K.A. Heathcote [237], dans le cadre de l'essai d'Yttrup, les gouttes sont sphériques, présentent un diamètre de 6mm, et ont donc une masse de 0,11g chacune. Cette masse tombe ainsi à une vitesse théorique de 2,8 $m.s^{-1}$. Cette vitesse correspond à la vitesse de chute d'une

particule dans le vide, en considérant que les dimensions de la goutte et le fluide qu'elle traverse (l'air) engendrent très peu de résistance à sa chute. L'énergie cinétique d'une telle goutte est ainsi de 0,44mJ. En moyenne lors de cet essai qui dure 60 minutes (14 gouttes par minute environ), 833 gouttes d'eau au total tombent. Ainsi l'énergie cinétique totale des gouttes d'eau tombant sur l'échantillon lors de l'essai est ainsi de 833*0,44=0,37J. Selon cette même étude, la surface d'impact de chacune des gouttes lors de l'essai d'Yttrup est de 25 mm par 25 mm ce qui donne finalement une énergie cinétique par unité de surface qui impacte un échantillon testé de 600 $J.m^{-2}$.

Dans le cas de l'essai développé lors de ces travaux de thèse (qui dure dix minutes, avec un débit beaucoup plus élevé), le nombre de gouttes tombant lors de l'essai de dix minutes a été déterminé en comptant plusieurs fois le nombre de gouttes sur une minute et en réalisant une moyenne de ces mesures, qui a ensuite été ramenée à une durée de dix minutes d'essai. Un nombre de 1863 gouttes tombant en dix minutes a ainsi été déterminé. En divisant le volume d'eau utilisé par ce nombre, une masse de goutte de 0,054g a pu être déterminée. L'énergie cinétique d'une goutte tombant lors de cet essai à la surface d'un échantillon a ainsi été estimée à 0,21mJ, soit 0,39J d'énergie cinétique totale impactant l'éprouvette à la fin de l'essai. Les énergies cinétiques totales sont donc bien comparables entre les deux types d'essais mais les diamètres d'impact des gouttes à la surface de l'échantillon étant différents, l'énergie d'impact par unité de surface doit également être vérifiée.

Dans l'essai développé ici, la surface d'impact mesurée de chaque goutte est de 3 cm^2 ce qui permet de déterminer une énergie cinétique totale par unité de surface appliquée aux échantillons qui est de 1275 J/m^2, plus du double que lors de l'essai d'Yttrup, accentuant l'impact de l'érosion à laquelle l'échantillon sera soumis. Ainsi en liant les résultats obtenus à d'hypothétiques données de terrain grâce à la méthode de Frencham [248], l'analyse sera plus sécuritaire que si les résultats avaient été obtenus à l'aide de l'essai d'Yttrup.

Matériaux étudiés

Au cours de cette étude sur les résistances à l'érosion de différentes formulations de terres crues et d'ajouts divers, presque toutes les formulations des terres K, R et S étudiées lors de la campagne expérimentale précédente concernant l'absorption d'eau capillaire ont été testées mis à part les formulations suivantes : « Terre+Foi », « Terre+Pai », « Terre+Col », et « Terre+CaO ». Pour les ajouts de tanins de châtaigniers (Tan), deux dosages ont été étudiés (0,4% et 0,8%). Les études de ces formulations devraient permettre, de la même façon que lors de la campagne d'essais d'absorption d'eau capillaire, d'identifier les ajouts bio-sourcés potentiellement efficaces pour améliorer la résistance à l'érosion de matériaux de construction à base de terre crue, peu importe le type de terre étudié. Il est important de préciser encore une fois que le meilleur moyen de protéger un matériau à base de terre crue d'une érosion trop rapide et ce de manière durable, c'est encore de choisir de bonnes dispositions constructives lors de la mise en œuvre du matériau pour le protéger lors de sa vie (débords de toit suffisants, soubassements en autre matériau que la terre crue).

Pour ces essais d'érosion, différentes grandeurs seront déterminées et suivies avant, pendant et après les essais. Deux essais pour chaque type de formulation étudiée seront effectués pour obtenir des valeurs moyennes de résistances à l'érosion. Cependant, quelques essais complémentaires ont été réalisés.

En effet, dans le but d'étudier certains paramètres particuliers catalysant probablement le phénomène d'érosion d'un matériau à base de terre crue, certains matériaux particuliers ont été étudiés :

- Des matériaux à la distribution granulométrie modifiée
- Des échantillons de la terre S, présentant des défauts de surface
- Des échantillons de la terre K présentant des densités variables

En effet la distribution granulométrique d'une terre donnée impacte plusieurs de ses caractéristiques, et donc très probablement son comportement lorsqu'elle est soumise à de l'érosion. Pour étudier l'impact de la granulométrie sur la résistance à l'érosion, des échantillons de la terre K présentant une granulométrie modifiée mis en œuvre sans aucun ajout ont été testés. Les terres mises en œuvre dans ce pan de l'étude

sont donc composées des mêmes constituants que la terre K (Kaolinite, sable fin et sable normalisé) mais dans des proportions différentes. Ces différentes proportions sont décrites dans le tableau V-5.

Description terre	Terre K optimisée	Terre K fine	Terre K Intermédiaire	Terre K - Granulométrie interrompue	Terre K faible teneur en argile
Kaolinite (%)	17%	42.5%	30%	40%	7
Sable fin (%)	23%	57.5%	40%	-	33
Sable normalisé (%)	60%	-	30%	60%	60

Tableau V-5: Différentes variantes de formulation de la terre K pour étudier l'influence de la distribution granulométrique sur l'érosion de blocs de terre crue

Aussi un mur de terre crue peut parfois présenter des aspérités en surface. Ces aspérités peuvent être la conséquence de diverses actions externes : érosion, abrasion, imperfections ou endommagements causés lors de la mise en œuvre. Ainsi, afin de compléter cette analyse de la durabilité à l'érosion de blocs de terre crue, l'impact de différents types de défauts de surface sur la résistance à l'érosion d'échantillons de la terre S biocalcifiées en surface (éprouvettes sélectionnées par défaut, dernière formulation restant) a également été estimé. Différents défauts de surfaces ont été testés :

- Un défaut hémisphérique de 5mm de diamètre
- Un défaut hémisphérique de 20mm de diamètre
- Une fente de 2mm de profondeur
- Une fente de 5mm de profondeur

Ensuite, la densité d'un bloc de terre crue est un paramètre influençant grandement plusieurs de ses propriétés comme sa résistance à la compression par exemple. D'une manière générale, atteindre une densité élevée à la mise en œuvre pour une terre donnée permet de lui garantir de bonnes caractéristiques mécaniques. Des études précédentes évoquent qu'une augmentation de la résistance à l'érosion des matériaux à base de terre crue lorsque leur densité apparente augmente est visible [237]. Ici, aussi l'impact de la densité sur la résistance à l'érosion d'échantillons de la terre K sera évalué. Ces résultats seront mis en lien avec les résultats déjà obtenus lors des essais d'absorption d'eau capillaire sur des éprouvettes de la terre K à différentes densités.

Enfin, comme observé dans les différentes campagnes expérimentales précédentes, la teneur en argile et la nature des argiles composant la fraction fine des terres étudiées sont des facteurs d'influence de leur comportement mécanique et de leur durabilité. Ainsi pour une terre donnée, sa teneur en argile sera probablement un paramètre qui influencera sa résistance à l'érosion. Aussi l'accélération de l'érosion en un point de la surface d'un échantillon est souvent liée à la perte localisée de résistance de surface du matériau induite par l'absorption d'une partie des gouttes d'eau y ruisselant. Ainsi il peut être intéressant de lier érosion et absorption d'eau capillaire de manière expérimentale. Si un grand nombre d'essais d'absorption ont déjà été réalisés, il manque tout de même des mesures d'absorption capillaire sur des échantillons d'une terre donnée présentant des teneurs en argile variées. C'est pourquoi des essais d'érosion et d'absorption d'eau capillaire ont été réalisés sur des échantillons de la terre K pour lesquels la proportion de kaolinite varie de 7% à 30% pour un mélange sable fin/sable normalisé restant inchangé par rapport à la terre K originale (17% d'argile). Le but de cette étude est de mettre en valeur que pour une terre donnée, il pourrait exister un seuil de teneur en argile au-dessus duquel l'érosion n'est plus visible lors d'un « drip test ». Le but est aussi d'évaluer l'impact de cette teneur en argile sur le comportement d'un matériau donné lors d'un essai d'absorption capillaire et de le lier aux résultats des essais d'érosion déjà réalisés.

b) Différents paramètres de suivi de l'érosion

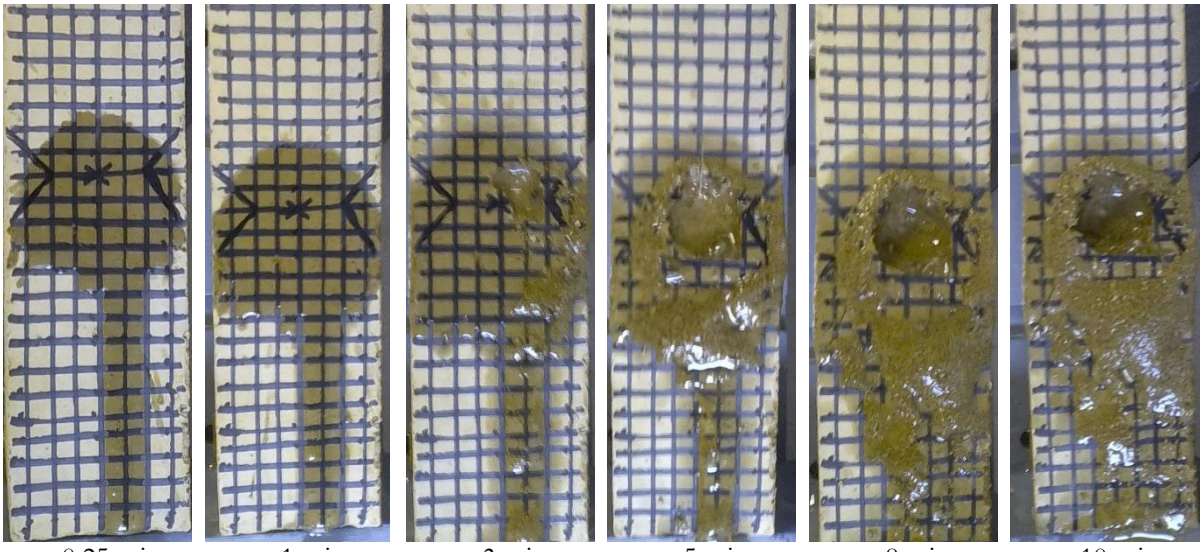
Pour rendre compte précisément des comportements des éprouvettes étudiées lors des essais d'érosion, des paramètres très variés ont été suivis à différents moments des expériences. Afin de prendre en compte leurs variations, les densités sèches des différentes éprouvettes ont été mesurées avant les essais comme lors des études précédentes (avec les mêmes erreurs de mesure d'environ 1,7% pour des éprouvettes 40*40*160mm^3). Les autres mesures ont été réalisées en cours d'essai ou à la fin des 10 minutes d'essai.

Mesures réalisées pendant l'essai :

En cours d'essais différents paramètres ont donc été mesurés afin de suivre l'évolution du phénomène d'érosion lors de l'essai, et aussi de l'absorption locale et superficielle d'eau autour de la zone d'impact des gouttes d'eau. Ces mesures présentent une précision de l'ordre de quelques millimètres et ont été réalisées grâce à l'analyse de photos prises au cours des essais. Comme il n'est pas possible de mesurer la profondeur érodée, et la quantité d'eau absorbée au cours du temps, au risque d'interrompre l'essai et d'endommager l'éprouvette, l'avancée des fronts d'absorption et d'érosion au cours du temps a été estimée à l'aide d'un quadrillage composé de mailles de 5 mm par 5 mm dessiné sur chaque éprouvette testée. Plusieurs paramètres de suivi ont ainsi été estimés au cours du temps lors des essais pour suivre l'évolution de la surface érodée de l'échantillons et de l'absorption superficielle d'eau dans l'échantillon :

- La hauteur du front d'érosion (Fe_H (t)) mesurée dans le sens de l'écoulement de l'eau.
- La largeur du front d'érosion (Fe_L(t)) mesurée perpendiculairement au sens de l'écoulement de l'eau.
- La hauteur du front d'absorption (Fa_H(t)) mesurée dans le sens de l'écoulement de l'eau.
- La largeur du front d'absorption (Fa_L(t)) mesurée perpendiculairement au sens de l'écoulement de l'eau.

Ces fronts sont les frontières entre le matériau non érodé et le matériau érodé pour le front d'érosion et le matériau sec et le matériau humidifié pour le front d'absorption. Il faut toutefois bien différencier le matériau humidifié par absorption d'eau superficielle (qui définit le front d'absorption d'eau) et le matériau humidifié par l'eau ruisselante qui elle n'est pas absorbée lors de l'impact de chaque goutte d'eau. La figure V-10 illustre l'évolution de l'érosion et de l'absorption d'eau superficielle observée sur un échantillon de la terre S au cours du temps d'un essai. La figure V-11 illustre quant à elle la méthode adoptée pour estimer les évolutions de l'absorption et de l'érosion au cours des essais par analyses de photos. Les photos lors de chaque essai ont été prises toutes les quinze secondes lors de la première minute, puis toutes les minutes pour le reste de l'essai. Ces estimations ont permis de tracer des tendances d'évolution de l'érosion et de l'absorption d'eau superficielle en fonction du temps au cours des essais.



t=0,25 min t=1 min t=3 min t=5 min t=8 min t=10 min

Figure V-10: Évolution de l'érosion et de l'absorption d'eau superficielle d'un échantillon de la terre S soumis à un essai d'érosion

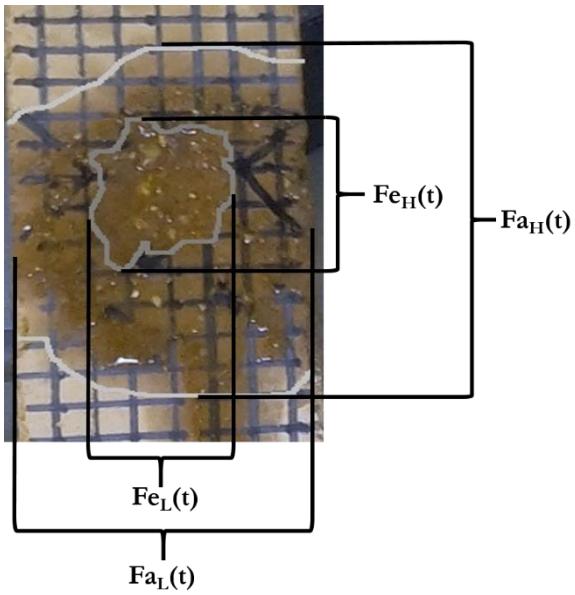


Figure V-11: Méthode d'estimation des différentes grandeurs relatives à l'érosion et à l'absorption superficielle au cours de l'essai d'érosion

Après l'essai

À la fin de l'essai de 10 minutes, les valeurs finales d'érosion d'un échantillon d'une formulation donnée peuvent enfin être déterminées après une période de stabilisation d'au moins 24h à 20°C. Cette période de stabilisation permet de laisser décroitre l'humidité de surface des éprouvettes afin de ne pas endommager les échantillons lors de la prise de mesure. La profondeur érodée (P_e) est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse. Il s'agit de la différence de hauteur entre le fond de l'empreinte érodée et la partie non érodée de l'éprouvette. Cette mesure est prise à différents endroits de l'empreinte érodée : cinq points ont été pris à chaque fois pour estimer une valeur maximale ($P_{e,max}$), et une valeur moyenne ($P_{e,moy}$). De plus, quatre mesures différentes du diamètre de l'empreinte érodée ont été prises au pied à coulisse, avec des angles de 45° entre chacune des prises ($D_{e,0°}$, $D_{e,45°}$, $D_{e,90°}$, $D_{e,135°}$). Cette méthode de mesure de diamètres différents est présentée sur la figure V-12.

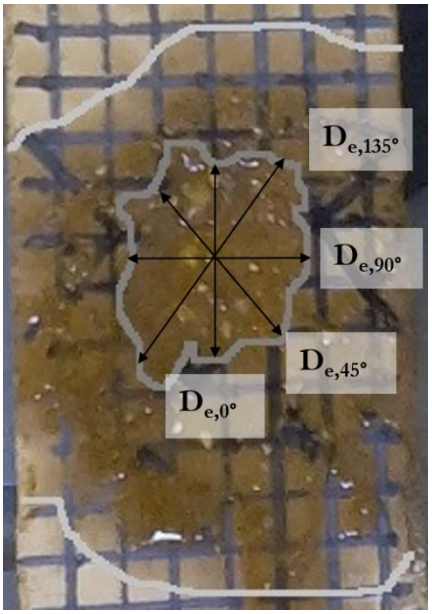


Figure V-12: Exemple de mesures des différents diamètres de l'empreinte érodée après l'essai d'érosion

L'érosion finale des éprouvettes a également été estimée par une mesure du volume érodé. Ce volume a été déterminé à l'aide de billes de verre de marque « Silibeads » de type S et de diamètre compris entre 0,04mm et 0,06mm. La masse volumique apparente d'un tas non compacté de ces billes de verre a préalablement été

déterminée et vaut 1,41g/cm³. Dans cette étude, on a considéré que les billes de verre ont une dimension suffisamment faible pour remplir la totalité de l'empreinte érodée du matériau sans laisser trop de vides. La masse des éprouvettes est mesurée avant et après remplissage de l'empreinte érodée par ces billes de verre, permettant ainsi de déterminer le volume de billes de verre et ainsi, estimer assez précisément le volume érodé. Une seconde méthode de mesure de volume érodé envisageable est son calcul en estimant que l'empreinte mesurée ait une géométrie type. Cette géométrie simple, la plus représentative possible de l'empreinte érodée, semble être un cylindre : on détermine la valeur de ce volume cylindrique à l'aide de la profondeur érodée moyenne ($P_{e,moy}$) mesurée et de la moyenne des diamètres de l'empreinte préalablement mesurés. Cette méthode de calcul du volume érodé semble être assez approximative, car l'empreinte érodée ne présente généralement pas tout à fait la géométrie cylindrique supposée.

Tous ces paramètres estimées et mesurés ont permis de suivre relativement précisément l'évolution et l'étendue finale de l'érosion de tous les types d'échantillons testés au cours de ces essais. Certaines tendances ont pu être remarquées, et les effets bénéfiques de certains ajouts bio-sourcés, quant à la résistance à l'eau des matériaux de construction à base de terre crue, ont notamment été mis en valeur.

c) Des ajouts bio-sourcés pour limiter l'érosion finale des matériaux

En premier lieu, les résistances à l'érosion des différentes terres K, R et S formulées avec différents types d'ajouts obtenues en fin d'essais après 10 minutes ont donc été déterminées. Pour cela différentes mesures obtenues en fin d'essai pour chacune des formulations testées ont été comparées : profondeur érodée (P_e), diamètre moyen de l'empreinte érodée et volume érodé.

La profondeur de l'empreinte érodée sur chaque échantillon de chaque formulation a d'abord été déterminée en différents points : cela a permis d'obtenir deux paramètres par échantillon, $P_{e,max}$ et $P_{e,moy}$. Selon les résultats obtenus, les formulations étudiées ont pu être classées en deux catégories. D'abord, pour certaines formulations une très faible érosion est observée (valeurs de profondeur érodée inférieures à 0,1mm) s'apparentant presque à un défaut de surface l'échantillon. Dans ces cas, l'érosion des échantillons est considérée comme nulle. Pour d'autres formulations par contre, une érosion notable est observée avec des valeurs de profondeur érodée mesurées supérieures à 0,1mm. Deux échantillons par formulations ont été testés, ainsi les valeurs moyennes de $P_{e,moy}$ et de $P_{e,max}$ par formulation, ainsi que l'écart type, sont présentés sur les figures V-13 et V-14, l'axe des ordonnées étant en échelle logarithmique.

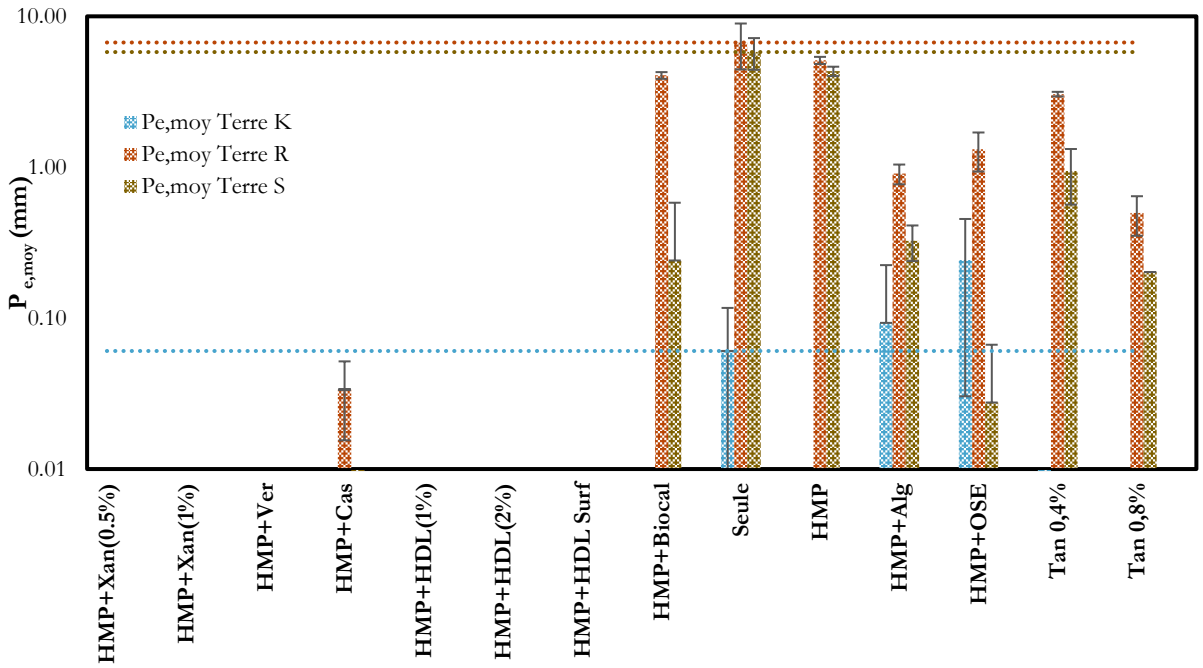


Figure V-13 : Valeurs des profondeurs érodées moyennes ($P_{e,moy}$) mesurées pour toutes les formulations des terres K, R et S étudiées

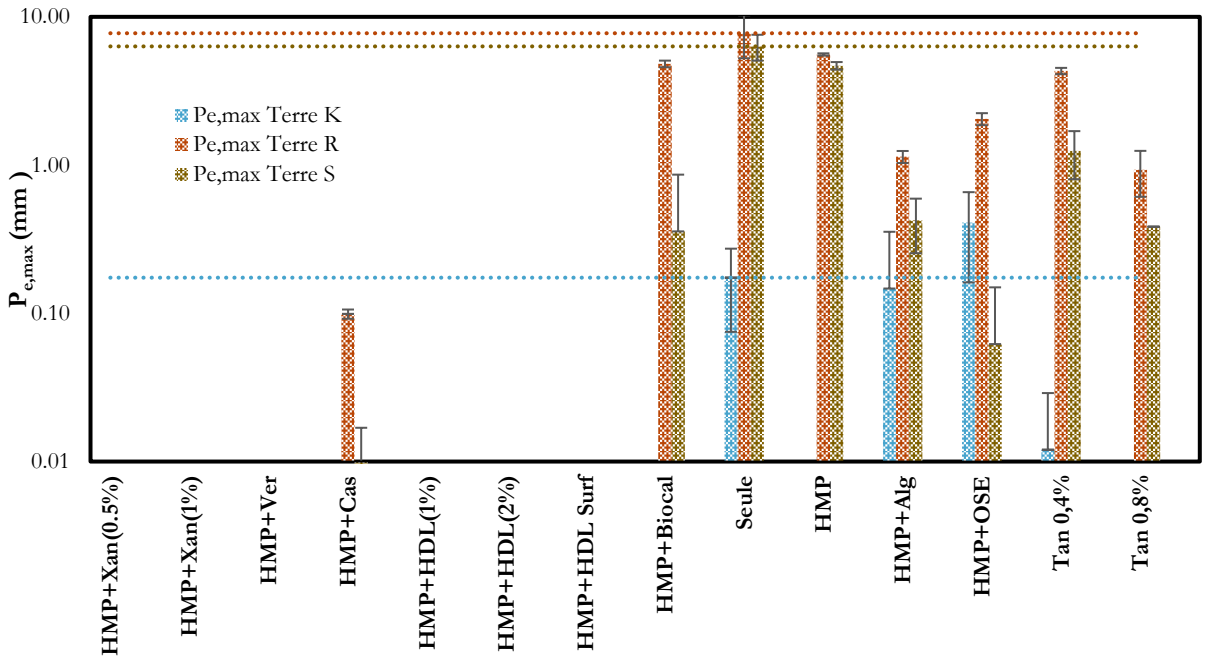


Figure V-14: Valeurs des profondeurs érodées moyennes ($P_{e,max}$) mesurées pour toutes les formulations des terres K, R et S étudiées

Tout d'abord, le premier résultat marquant de cette étude, est que la terre K présente dans tous les cas de figure les meilleures résistances à l'érosion. Dans le cas des terres mises en œuvre seules et sans ajout, la moyenne des profondeurs érodées maximales mesurées ($P_{e,max}$) est de 0,2 mm environ pour la terre K alors qu'elle est de 7,75 mm pour la terre R et de 6,3 mm pour la terre S (figure V-14). La terre R semble elle présenter la plus grande sensibilité à l'érosion des trois terres.

Ensuite, les ajouts dispersants (HMP, OSE ou Tan) semblent présenter un léger effet de réduction de l'érosion, plus ou moins marqué selon la formulation considérée. L'ajout de HMP semble être le moins efficace, l'atténuation de la profondeur érodée ($P_{e,max}$ et $P_{e,moy}$, sur les figures V-13 et V-14) étant moins marquée que pour les autres ajouts dispersants (Tan et OSE) pour les terres R et S. L'OSE semble limiter encore plus cette érosion visible pour les terres R et S, mais n'a aucun impact sur la terre K (voire un impact néfaste). Dans les cas des formulations Tan 0,4% et Tan 0,8% la résistance à l'érosion semble accrue pour tous les types de terre, cette résistance augmentant lorsque le dosage en tanins est plus élevé.

Pour tous les autres ajouts, comme lors de la campagne d'essais d'absorption, ils ont été formulés avec du HMP. Il est alors plus pertinent de comparer les résultats obtenus pour ces ajouts avec les résultats obtenus pour les formulations « Terre+HMP ».

Au regard des figures V-13 et V-14, tous les ajouts semblent conduire à une limitation voire une annulation complète de l'érosion de la surface des échantillons au cours de l'essai. Seul l'ajout d'alginate (Alg), au dosage utilisé, ne semble pas permettre d'annihiler cette érosion pour les trois terres. Le traitement de surface des échantillons à l'aide de la biocalcification ne semble pas non plus être une solution très efficace pour limiter leur érosion lors de ces essais. L'efficacité de l'ajout de caséine (Cas) est meilleure : elle permet d'obtenir pour la terre R une valeur $P_{e,moy}$ de 0,035 mm et une valeur $P_{e,max}$ de 0,1 mm, pour la terre S. Ces valeurs restent des profondeurs érodées très faibles.

Par contre, pour les formulations et traitements de surfaces qui permettent déjà de limiter fortement l'absorption d'eau capillaire (figure V-5 : Xan 0,5%, Xan 1%, HDL 1%, HDL 2%, Ver et HDLSurf), l'érosion des échantillons semble complètement supprimée. En effet les $P_{e,moy}$ et $P_{e,max}$ moyennes mesurées lors des essais sont systématiquement nulles. Dans les cas d'ajout d'huile de lin dans la masse des échantillons à différents dosages (HDL 1% et HDL 2%) l'eau ne semble d'abord pas pénétrer à l'intérieur des échantillons et ruisselle à leur surface. Puis en cours d'essai, lorsque l'échantillon absorbe de l'eau dans sa porosité, il ne s'érode pas immédiatement : comme lors des essais d'absorption d'eau capillaire tout se passe

comme si l'huile de lin s'était étalée et avait recouvert la surface des pores internes du bloc de terre crue, protégeant ainsi le liant argileux des matériaux de la pénétration de l'eau dans ses espaces interfoliaires. Dans les cas des traitements de surface des échantillons (HDLSurf et Ver) le principe de protection des échantillons reste similaire, une couche hydrophobe protégeant suffisamment la surface des échantillons pour que l'impact des gouttes d'eau n'engendre pas d'érosion. Dans le cas de l'ajout de gomme xanthane (Xan 0,5% et Xan 1%) l'eau pénètre plus rapidement dans les échantillons, mais comme dans le cas des essais d'absorption, les liaisons créées par la gomme xanthane entre les grains des matériaux semblent les renforcer et augmenter ainsi leur résistance à l'érosion.

Il semble alors assez évident qu'une stratégie efficace pour protéger les matériaux de construction à base de terre crue de l'érosion serait de chercher à limiter leur absorption d'eau capillaire à l'aide d'ajouts bio-sourcés comme l'huile de lin ou la gomme xanthane. Il semble qu'un lien important existe entre absorption d'eau capillaire (Figure V-5) et résistance à l'érosion (Figures V-13 et V-14) des matériaux à base de terre crue.

Aussi, si cet essai d'érosion d'une durée de 10 minutes ne représente pas exactement l'érosion des murs de terre crue in-situ, il est possible selon les travaux de Frencham [248] précédemment évoqués, d'établir un parallèle entre ce type de résultats expérimentaux et la possibilité de mettre en œuvre une formulation donnée de matériau dans un environnement donné. Cette étude a été réalisée pour établir un lien entre des essais d'Yttrup [247] et l'érosion de 20 bâtiments ayant été bâtis 60 à 120 ans plus tôt. Comme elle a été réalisée en Australie cette étude fixe une limite entre peu de précipitations (Facteur de précipitations, R_F=0) et beaucoup de précipitations (Facteur de précipitations, R_F=1) à partir de 520 mm de précipitations annuelles. Ce facteur, qui semble être un facteur important à maitriser, ne semble pas très adapté à une région comme la Bretagne ou les précipitations annuelles sont généralement plus élevées. Cependant, comme l'essai développé dans cette étude semble être plus défavorable que l'essai d'Yttrup (énergie appliquée par les gouttes d'eau sur une surface donnée deux fois plus élevée), l'analyse selon la méthode de Frencham représente une approche intéressante à utiliser. Dans cette analyse, le cas d'une mise en œuvre de terre crue le plus défavorable sera étudié : elle prendra donc en compte le cas d'un mur exposé aux vents dominants, et des précipitations annuelles moyennes supérieures à 520 mm. Les résultats des essais d'érosion traités à l'aide de la méthode de Frencham, sont bien sûr à prendre avec précaution et sont présentés à titre d'exemple.

Il est donc possible de déterminer un indice d'érosion de mur (E_{WI}) valant la somme des indices suivants :

$$E_{WI} = E_I + E_X + R_F \qquad \text{(V- 17)}$$

Dans le cas de cette étude, les matériaux sont étudiés pour être mis en œuvre en Bretagne où les précipitations annuelles sont supérieures à 520mm, le facteur de précipitation (R_F) considéré sera donc de 1. Trois cas de conditions environnementales sont étudiés séparément : zone suburbaine, zone rurale, et zone côtière ou très exposée. Les facteurs d'expositions (E_X) associés à ces environnements valent respectivement 0, 1 et 2. Comme le tableau V-2 l'évoque, grâce aux résultats des essais d'érosion ($P_{e,\,max}$) préalablement obtenus, il est d'exprimer un indice d'érodabilité E_I pour les différentes formulations testées : dans ce cas les profondeurs érodées maximales ($P_{e,max}$) les plus défavorables obtenues sont considérées pour chaque formulation. Ainsi, selon cette méthode d'analyse, il est possible de déterminer des valeurs d'indices d'érosion de mur E_{WI} pour toutes les formulations étudiées mises en œuvre dans différentes conditions. Si cette valeur de E_{wI} est inférieure à 4, selon Frencham la mise en œuvre d'une formulation de terre donnée dans son environnement ne devrait pas poser de problème au regard de l'érosion. Les indices d'érodabilité E_I obtenus pour chacune des formulations testées ainsi que la possibilité de mettre en œuvre chaque formulation dans un environnement donné selon Frencham (OK si E_{WI}<4, NON si E_{WI}>4) sont présentés en annexe 4.

Il apparait ainsi, selon cette méthode d'étude, que la mise en œuvre de ces terres K, R et S formulées avec certains ajouts, comme la gomme xanthane ou l'huile de lin, ou encore protégées en surface à l'aide d'huile de lin ou d'un vernis à base d'huiles végétales serait tout à fait envisageable pour que les murs ainsi érigés présentent des résistances à l'érosion suffisantes dans tous types de contextes. Il faudrait tout de même

réaliser plusieurs essais complémentaires afin de valider ces résultats, et par exemple soumettre ces formulations plus résistantes à des essais plus destructifs (comme des « spray tests » par exemple) ou cyclés afin d'appréhender un peu mieux leurs limites.

Ici, cette méthode repose sur des mesures de profondeurs érodées P_e en surface d'échantillons qui sont dans la pratique assez difficiles à mesurer précisément au pied à coulisse. De plus les surfaces des empreintes érodées visibles sur les échantillons à la fin des essais de laboratoires sont aussi très variables selon les formulations. Ainsi un échantillon donné peut présenter une grande profondeur érodée P_e sur une empreinte érodée de faible surface, alors qu'un autre échantillon peut présenter une faible profondeur érodée $P_é$ uniforme sur une plus grande surface. Le volume total de matériau érodé semble ainsi être un paramètre intéressant à suivre. Il a débord été déterminé de manière approximative par le calcul à l'aide de $P_{e,moy}$ et des diamètres moyens des empreintes érodées en estimant que les empreintes érodées présentaient une forme cylindrique. Puis pour être plus précis, ce volume a été évalué à l'aide de la méthode précédemment évoquée des « billes de silice » permettant de s'affranchir des mesures de diamètres moyens et de profondeurs érodées. Ces différents résultats de volumes érodés mesurés en cm^3 sont présentés dans les figures V-15 et V-16 sur lesquelles l'axe des ordonnées est en échelle logarithmique.

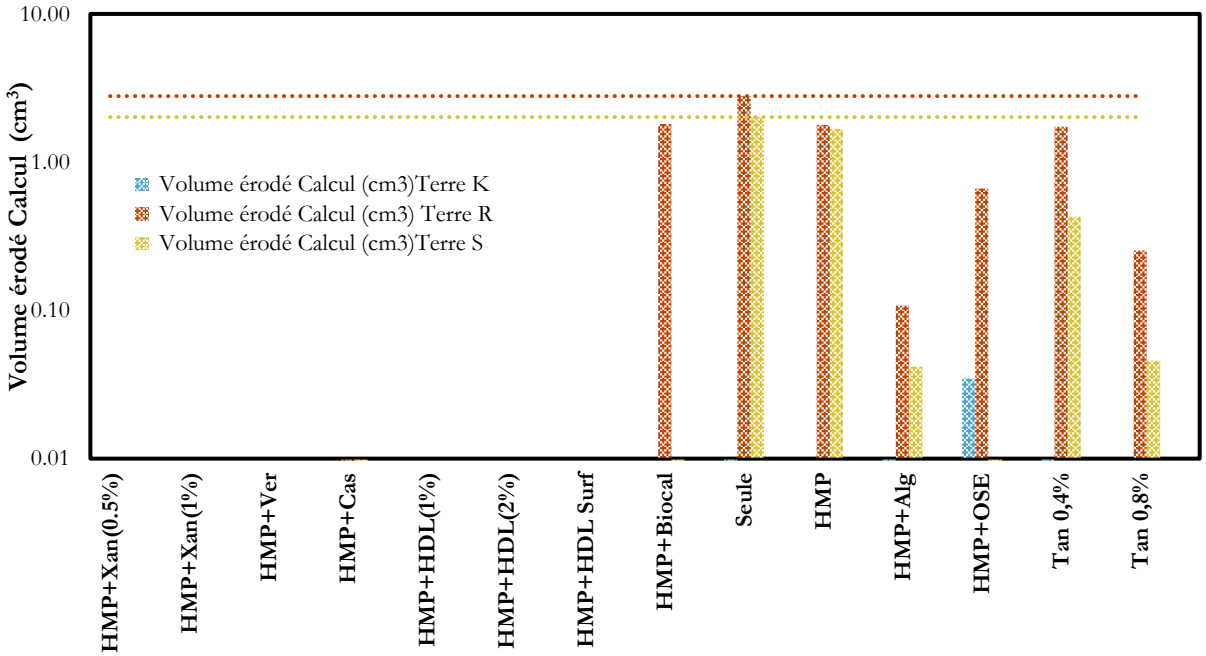


Figure V-15: Valeurs des volumes érodés moyens déterminés par le calcul à l'aide des valeurs de $P_{e,moy}$ et de $D_{e,moy}$ mesurées en prenant en compte une empreinte érodée de forme cylindrique, pour toutes les formulations des terres K, R et S étudiées

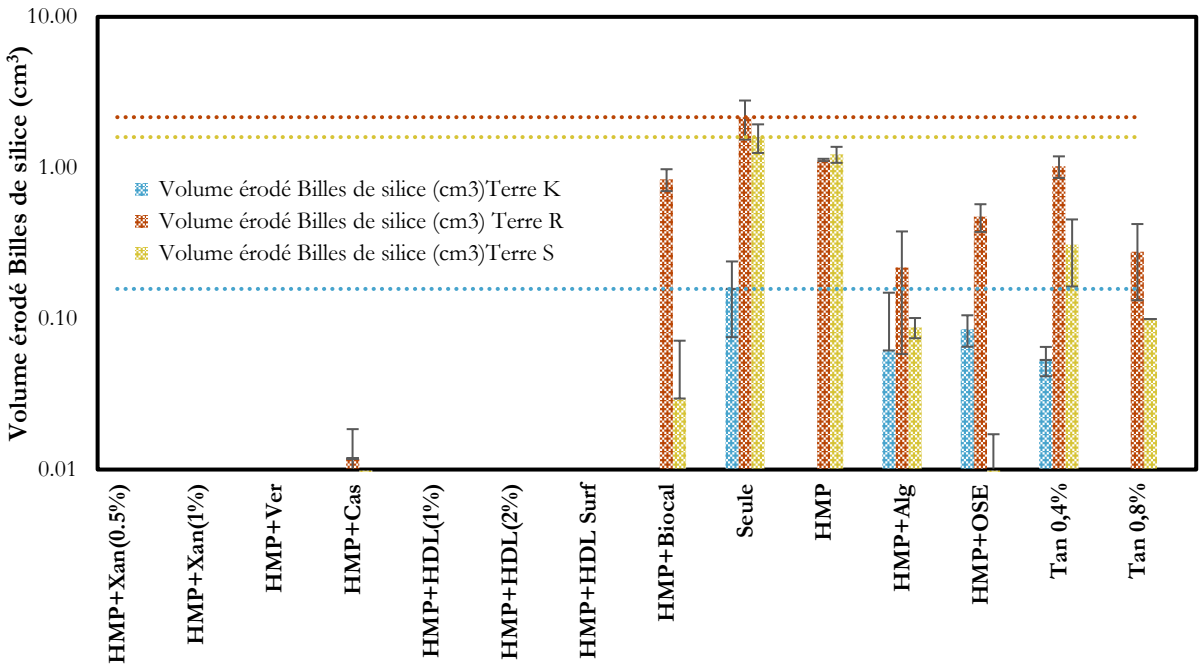


Figure V-16: Valeurs des volumes érodés moyens déterminés à l'aide de la méthode des billes de silice, pour toutes les formulations des terres K, R et S étudiées

Au prime abord, les deux méthodes de mesure semblent mener à des résultats globaux (figures V-15 et V-16) similaires aux résultats obtenus à l'aide des mesures de profondeurs érodées (figures V-13 et V-14) : les mêmes formulations résistant à l'érosion sont mises en valeur, les ajouts d'huile de lin et de gomme xanthane se montrant très efficaces pour améliorer cette résistance. Cependant, c'est en considérant les formulations s'érodant que la mesure de volume érodé parait être plus pertinente et précise : cela permet de prendre en compte la surface de l'empreinte érodée sur chaque échantillon en plus de sa profondeur P_e. Et en comparant les parties des figures V-15 et V-16 concernant les formulations érodables, il apparait que ces deux méthodes différentes mènent à des valeurs qui peuvent être éloignées. Il est aussi assez clair en faisant cette comparaison, que par le calcul (figure V-15) les volumes érodés obtenus pour les formulations très érodables (Terres R et S seules, Terres R et S + HMP, Terres R et S +Tan0,4%) sont légèrement surestimés : la forme du volume érodé n'est jamais vraiment cylindrique en pratique. De plus avec cette même méthode, les érosions plus faibles et beaucoup moins visibles (soit une $P_{e,moy}$ faible, soit un $D_{e,moy}$ faible) ne sont pas vraiment visibles (formulations de la terre K par exemple). L'incertitude de la détermination du volume érodé par le calcul en considérant une géométrie type cylindrique semble alors trop importante. La méthode de détermination de ce volume érodé par la méthode des billes de silices semble beaucoup plus précise, les valeurs d'érosion « extrêmes » étant mieux approchées et plus modérées et les faibles valeurs d'érosion étant ainsi mesurables (figure V-16). Les conclusions concernant l'efficacité de certains ajouts pour limiter l'érosion des blocs de terre crue, tirées à l'aide de l'étude des profondeurs érodées mesurées restent sensiblement les mêmes.

La détermination du volume érodé peut être un facteur innovant et plus précis concernant l'étude de l'érosion. Il reste cependant à le mettre en lien avec des données obtenues sur le terrain que cette mesure puisse être un facteur pertinent concernant l'utilisation possible d'un matériau donné dans un environnement donné.

En comparant les figures V-13, V-14, V-15 et V-16 avec la figure V-5 il est aussi indéniable que la limitation de l'absorption d'eau capillaire (limitation des facteurs A_{cap}/n et w_{cap}) d'un bloc de terre crue semble être une bonne stratégie pour protéger ce matériau de l'érosion : pour une terre donnée les formulations présentant les plus faibles valeurs d'A_{cap}/n n'ont pas présenté d'érosion importante lors de l'essai développé. De plus la terre K, qui présente les plus grandes résistances à l'érosion, présente aussi les plus faibles valeurs d'A_{cap}/n.

Un lien entre A_{cap} mesuré et potentielle érosion d'un matériau pourrait ainsi être établi dans le cas de terres présentant naturellement de faibles résistances à l'érosion, comme les terres R et S.

Pour la terre S par exemple, une faible érosion est visible et mesurable sur sa formulation avec de l'OSE, pour laquelle A_{cap}/n est d'environ 250 $g.m^{-2}.s^{-0,5}$. Toutes les formulations de la terre S pour lesquelles A_{cap}/n est supérieur à cette valeur ont aussi présenté une érosion visible, et toutes les formulation de la terre S pour lesquelles A_{cap}/n est inférieur à cette valeur n'ont pas présenté d'érosion : pour la terre S, limiter A_{cap}/n à des valeurs inférieures à la valeur seuil de 250 $g.m^{-2}.s^{-0,5}$ pourrait permettre de protéger le matériau de l'érosion (au moins vis-à-vis de l'essai développé lors de ces travaux de thèse, plus défavorable que l'essai d'Yttrup). Pour la terre R, la détermination de cette valeur seuil d'A_{cap}/n est moins évidente, mais elle semble être comprise entre 200 et 300 $g.m^{-2}.s^{-0,5}$ en comparant les figures V-13, V-14, V-15 et V-16 avec la figure V-5. Une étude plus poussée des liens probables entre absorption d'eau capillaire et résistance à l'érosion serait intéressante à développer en multipliant les essais et les résultats différents.

d) Facteurs d'influences de l'érosion des matériaux à base de terre crue, évolution du phénomène au cours d'un essai

Si certains ajouts bio-sourcés testés dans cette étude, qui permettent aussi de limiter l'absorption capillaire de blocs de terre crue, semblent être efficaces pour leur conférer une meilleure résistance à l'érosion il semble intéressant d'étudier les différents phénomènes qui peuvent avoir lieu dans un échantillon donné soumis à un essai d'érosion. Dans cette partie, l'évolution des phénomènes d'érosion et d'absorption observés dans les échantillons au cours des essais sera d'abord étudiée pour différents types de formulations. Puis différentes études liant absorption capillaire et érosion seront réalisées pour différentes distributions granulométriques de la terre K, des compositions de la terre K présentant des teneurs en argiles différentes et pour la terre K normalement formulée présentant des densités sèches variables. Ces études devraient permettre d'identifier quelques facteurs d'influence de l'érosion plus ou moins importante d'une terre donnée. Enfin l'influence de défauts de surface d'échantillons donnés sera très succinctement appréhendée.

Évolutions des fronts d'érosion et d'absorption superficielle au cours des essais

Les fronts d'érosion et d'absorption sont chacun définis par deux paramètres présentés précédemment : $Fe_H(t)$ et $Fe_L(t)$ pour l'érosion ainsi que $Fa_H(t)$ et $Fa_L(t)$ pour l'absorption.

Dans le cas du front d'érosion, les résultats obtenus mettent en valeur des tendances d'évolution caractéristiques selon les formulations étudiées, si les matériaux testés présentent une érosion nulle, une érosion modérée ou une érosion importante. La figure V-17 illustre ainsi ces trois différentes tendances d'évolution de l'érosion (cas de la hauteur du front d'érosion $Fe_H(t)$ ici) observées selon les formulations étudiées.

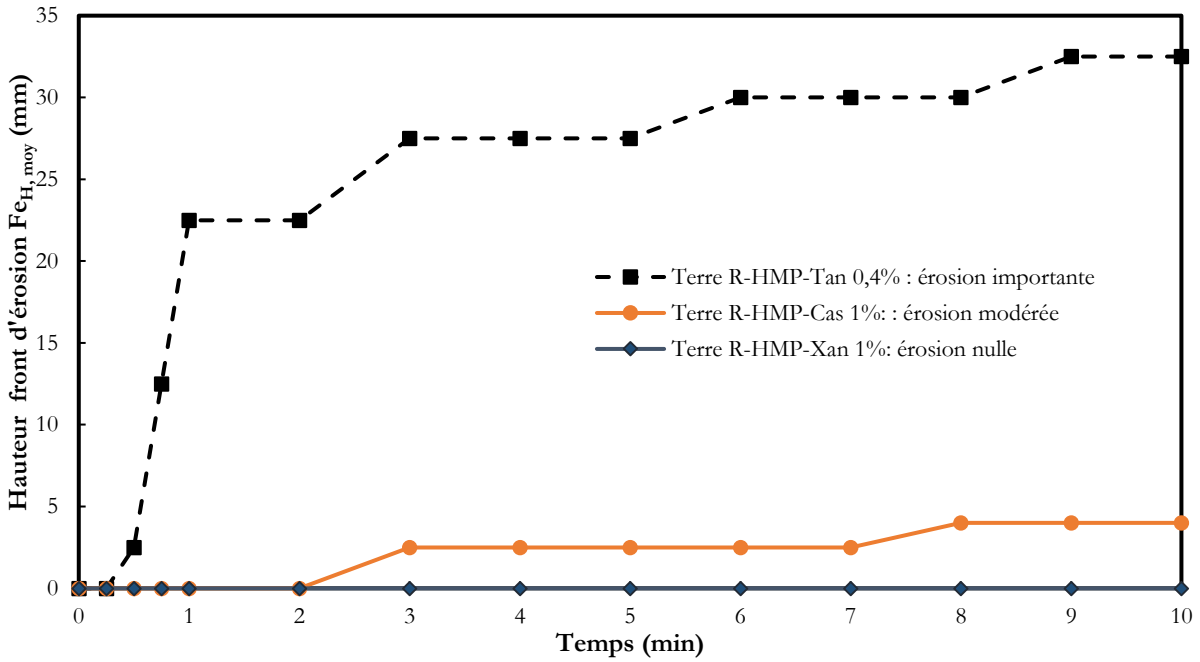


Figure V-17: Évolutions des hauteurs de fronts d'érosion $Fe_H(t)$ pour des échantillons présentant une érosion finale nulle, modérée ou importante

Une de ces trois tendances caractéristiques d'évolution de l'érosion lors des essais est généralement rencontrée pour chacune des formulations des terres étudiées. Ces observations d'évolutions du front d'érosion (hauteur et largeur du front) au cours du temps pour plusieurs formulations de la terre R sont données à titre d'exemple en annexe 5. Ainsi il est possible de décomposer l'évolution typique rencontrée du phénomène d'érosion observé lors de ces essais en trois phases caractéristiques :

- Une première phase où aucune érosion n'est visible
- Une seconde phase correspondant à la naissance et à l'augmentation rapide du front d'érosion.
- Une dernière phase où l'on observe un ralentissement voire une stabilisation de l'évolution du front d'érosion.

La première phase se poursuit tant que la force d'impact des gouttes d'eau reste inférieure à la résistance de surface du matériau. Lors de l'essai d'érosion développé, une partie de l'eau est absorbée dans les pores de l'échantillon et peut ainsi dégrader progressivement ses caractéristiques mécaniques. Lorsque la résistance de surface locale est suffisamment diminuée par l'augmentation de la teneur en eau, le front d'érosion s'initie. La fin de cette première phase se termine au bout d'un temps que l'on peut noter t_1. La seconde phase qui s'ensuit correspond à l'érosion du matériau. À partir du temps t_1, l'évolution du front d'érosion lors de cette seconde phase présente une vitesse constante, variable selon la formulation considérée, jusqu'à un temps qui peut être noté t_2. Enfin lors de la dernière phase généralement observée à partir du temps t_2, la vitesse d'évolution de l'érosion est fortement limitée voire annulée. Cette diminution semble due au fait que lorsque l'empreinte érodée dans le matériau est suffisamment marquée, de l'eau y stagne et limite l'énergie d'impact à la surface du matériau jusqu'à la fin de l'essai : cet effet semble d'ailleurs être une des limites de l'essai d'érosion accélérée d'une durée de 10 minutes : un essai d'érosion plus long avec une fréquence de gouttes d'eau plus faible devrait permettre de laisser le matériau absorber toute l'eau durant l'essai et ainsi d'étudier l'érosion à la surface du matériau tout au long de l'essai sans que de l'eau stagnant dans l'empreinte érodée vienne perturber la mesure. Ici à partir de t_2 l'essai est probablement faussé. Ce phénomène d'eau stagnante venant perturber l'étude de l'érosion des matériaux à base de terre crue a d'ailleurs déjà été mise en valeur dans d'autres études [250]. Ce phénomène peut ainsi remettre en cause la pertinence d'une partie de essais réalisés lors de cette étude, surtout pour les éprouvettes présentant une faible résistance à l'érosion. Cependant, ce phénomène de stagnation d'eau n'apparait que dans les cas où l'empreinte érodée est très importante, où la faible résistance à l'érosion est déjà mise en valeur. Ce phénomène n'influe donc pas sur

les résultats qui indiquent qu'une formulation donnée semble résistante à l'érosion, principale donnée recherchée ici. La figure V-18 présente schématiquement l'évolution caractéristique du front d'érosion qui a été constatée lors de tous les essais réalisés. Cette évolution peut être décrite à l'aide de cinq facteurs présentés sur cette figure dont trois d'entre eux sont déterminés pour chaque formulation des terres K, R et S testée en annexe 6.

- t_1 : temps marquant le passage de la première à la seconde phase, initiation de l'érosion
- t_2 : temps marquant le passage de la seconde à la dernière phase, ralentissement de l'érosion
- E_r : valeur caractéristique (hauteur ou longueur) du front d'érosion à partir de laquelle l'évolution du front d'érosion est ralentie (à $t=t_2$)
- V_1 : vitesse d'évolution du front d'érosion lors de la seconde phase, coefficient directeur de cette phase
- V_2 : vitesse d'évolution du front d'érosion lors de la dernière phase, coefficient directeur de cette phase

Les paramètres qui semblent être les plus importants à déterminer parmi ces cinq facteurs, afin de décrire rapidement l'effet d'un ajout donné sur une terre donnée vis-à-vis de l'érosion, sont le temps t_1, la vitesse V_1 et le temps t_2.

Le temps t_1 donne une information à propos du moment de l'essai où l'érosion est initiée et précise indirectement dans quelle mesure un ajout donné peu limiter l'absorption d'eau à la surface d'un échantillon de terre crue et limiter sa perte de résistance locale. Pour protéger un échantillon de terre de l'érosion, l'objectif est donc d'augmenter ce temps t_1 pour qu'il soit supérieur à la durée de l'essai à l'aide d'une stratégie de formulation : c'est le cas lorsque les terres sont formulées avec de la gomme xanthane, de l'huile de lin ou encore protégées en surface à l'aide d'huile de lin ou de vernis à base d'huiles végétales. La vitesse V_1 observée donne une information sur la rapidité à laquelle l'empreinte érodée se forme : certains ajouts qui ne permettent la suppression de l'érosion peuvent tout de même permettre de ralentir l'évolution de l'érosion. Enfin le temps t_2 donne une information sur la durée de la période durant laquelle le matériau sera soumis à une érosion rapide. Ce facteur permet de compléter la valeur de V_1 obtenue et donne une autre information sur le comportement d'un matériau donné face à l'érosion. Ces trois facteurs ont été déterminés pour toutes les formulations étudiées des terres K, R et S et sont présentés en annexe 6. Les volumes érodés moyens mesurés à l'aide de la méthode de billes de silice y sont aussi donnés à titre informatif.

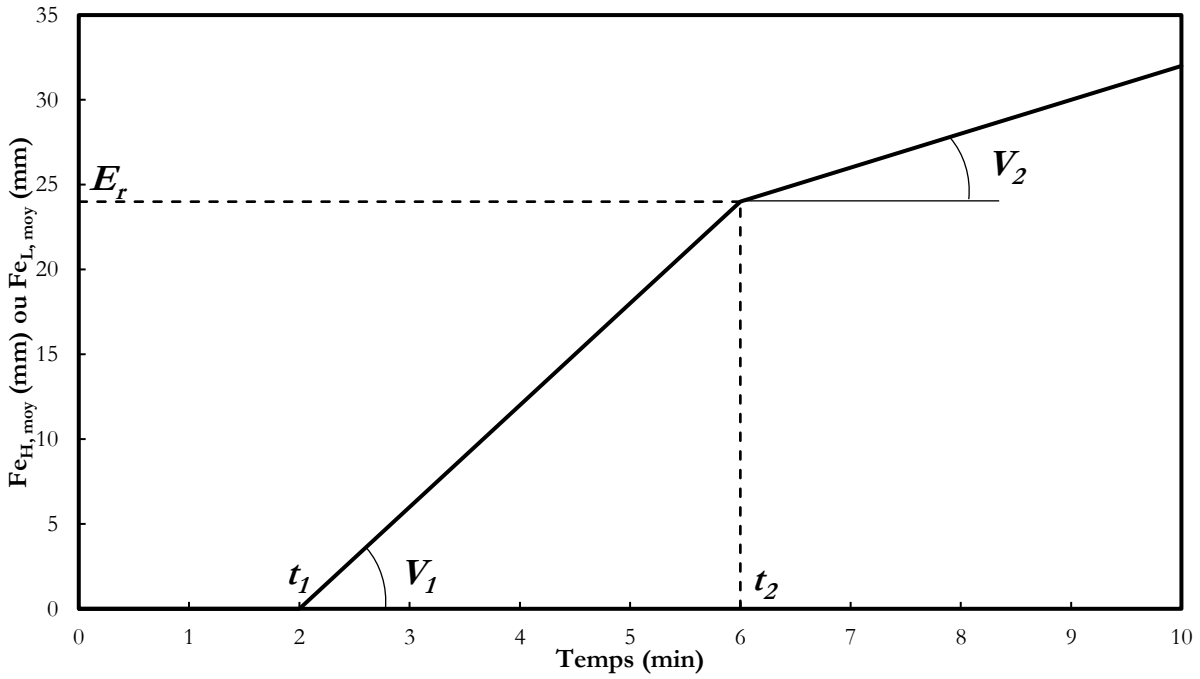


Figure V-18: Représentation schématique de l'évolution de l'érosion lors des essais

La stratégie qui semble la plus appropriée pour limiter au maximum l'érosion finale d'un matériau est d'étendre au maximum la durée t_1 pour que l'érosion de la formulation testée ne s'initie pas pendant l'essai. C'est exactement ce qui se passe dans les cas des formulations de terres avec de la gomme xanthane, de l'huile de lin ou encore lorsque les éprouvettes de terre crue sont protégées en surface à l'aide d'huile de lin ou de vernis à base d'huiles végétales. Ainsi, le suivi de ce front d'érosion au cours de l'essai, même s'il est approximatif, permet aussi de déterminer des paramètres caractéristiques et assez significatifs concernant l'érosion potentielle des matériaux à base de terre crue. Ces données peuvent ainsi servir en complément des mesures de profondeurs érodées finales et des volumes érodés.

Aussi le suivi de l'évolution du front d'absorption d'eau dans le matériau au cours de l'essai pourrait donner des informations, même si les mesures sont approximatives, permettant de différencier les effets de certaines familles d'ajouts et notamment leur impact sur la durée t_1 relative au suivi de l'érosion. Deux paramètres FaH(t) et $Fa_L(t)$ relatifs à l'absorption d'eau superficielle ont été estimés et suivis lors de ces essais d'érosion.

La largeur du front d'absorption $Fa_L(t)$ atteint une valeur de 40mm équivalent à la largeur de l'échantillon, au bout d'une durée maximale de 2 minutes dans tous les cas, et en moins d'une minute la plupart du temps. Dès lors, ce paramètre de l'absorption d'eau superficielle ne peut plus être suivi, et son étude semble alors peu pertinente.

Dans le cas de l'évolution de la hauteur de front d'absorption $Fa_H(t)$, elle semble assez similaire pour la plupart des différentes formulations étudiées. La figure V-19 illustre ces évolutions très similaires selon les formulations : sur cette figure les courbes d'évolution du front d'absorption extrêmes obtenues lors de cette campagne sont représentées ainsi qu'une évolution moyenne.

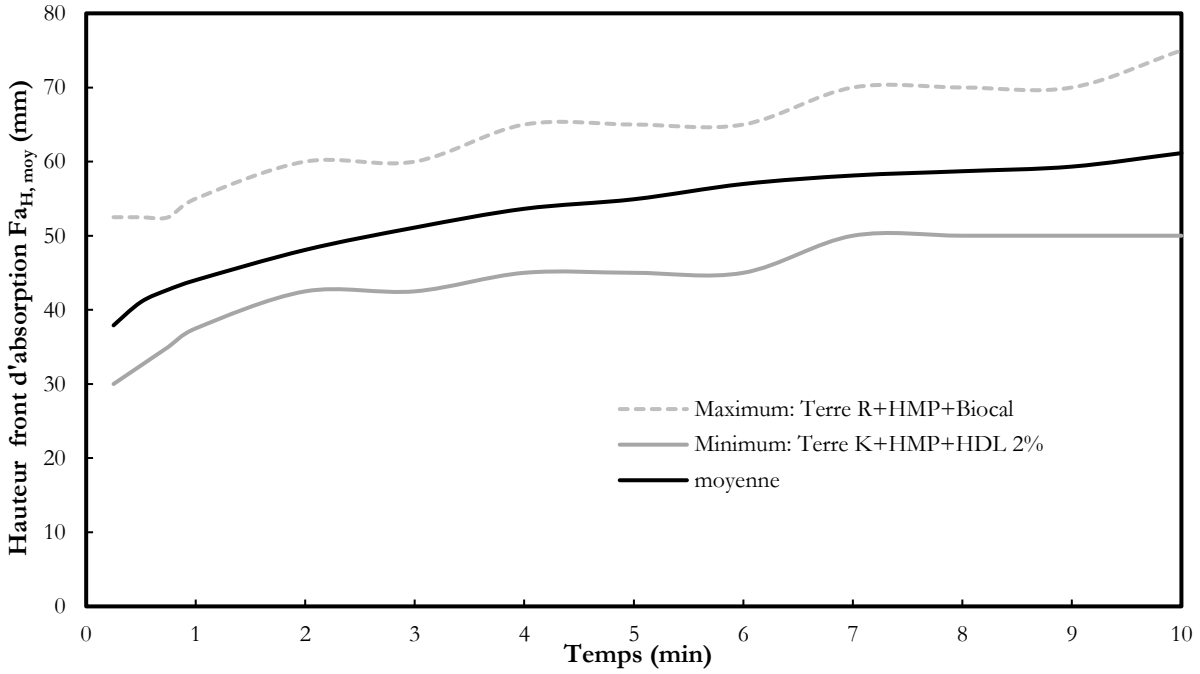


Figure V-19: Différentes courbes d'évolution de la hauteur du front d'absorption en fonction du temps lors des essais d'érosion

Pour presque toutes les formulations, ce comportement est défini par une forte augmentation de la hauteur de front lors de la première minute, puis d'une plus lente évolution au cours du reste de l'essai qui semble ralentir au fur et à mesure des minutes. Dans l'ensemble la hauteur de front d'absorption estimée semble plus limitée pour les formulations des terres contenant de l'huile de lin ou de la gomme xanthane (HDL 1%, HDL 2%, HDLSurf, Xan 0,5% et Xan 1%). Cependant, en considérant le caractère approximatif de ce type de mesure, il est assez compliqué d'en tirer des conclusions sur les effets des ajouts considérés. De plus les essais d'absorption d'eau capillaire déjà réalisés mettent en valeur avec plus de précision des données concernant la potentielle absorption superficielle d'eau d'une formulation donnée.

Enfin pour chacune des trois terres, quand elles sont protégées en surface à l'aide du vernis à base d'huiles végétales, aucune absorption superficielle n'est observée car l'eau ruisselle à la surface du matériau. C'est le seul traitement qui semble empêcher l'eau de pénétrer dans le matériau lors de l'essai de par son caractère hydrophobe. Cependant cet essai d'érosion étant relativement de courte durée, il est important de rappeler que l'effet protecteur de ce vernis de surface reste limité et est à prendre avec précaution comme les résultats des essais d'absorption capillaire l'ont mis en valeur.

Ainsi si l'évolution des fronts d'érosion des matériaux au cours des essais semble être un paramètre intéressant à suivre pour affiner la compréhension des effets de chacun des ajouts testés au regard de la résistance à l'érosion de blocs de terre crue, le suivi de l'absorption d'eau superficielle ne semble pas apporter beaucoup de précisions, surtout si des essais d'absorption capillaire ont été réalisés préalablement.

Influences de la distribution granulométrique, de la teneur en argile et de la densité d'un matériau donné sur sa résistance à l'érosion

Sur les figures V-13, V-14, V-15 et V-16, avant même de considérer les effets des ajouts bio sourcés sur la résistance à l'érosion, un premier résultat significatif apparait : la terre K semble initialement être beaucoup plus résistante à l'érosion que la terre S et la terre R. Il semble alors assez évident que la composition d'une terre donnée va influencer son comportement face à l'érosion, comme elle influence ses caractéristiques mécaniques ou encore ses caractéristiques d'absorption d'eau capillaire. D'ailleurs il a été précisé précédemment que la terre K est la terre étudiée induisant les plus faibles cinétiques d'absorption d'eau capillaire : ici encore un lien entre cinétique d'absorption et résistance à l'érosion du matériau peut être envisagé.

Ainsi des études corrélant résistance à l'érosion d'une terre donnée en fonction de sa distribution granulométrique et sa teneur en argile ont été menées. Ces études ont été menée sur la base de la terre K, formulée en laboratoire, pour laquelle il est aisé de faire varier sa composition. Pour cette même terre K, l'influence de sa densité sèche sur sa résistance à l'érosion a aussi été suivie. Ces essais ont aussi été couplés avec des essais d'absorption d'eau capillaire sur les mêmes formulations de la terre K.

Afin de mettre en valeur les éléments de la composition de la terre K (terre initiale composée de 17% de Kaolin, 23% de sable fin et 60% de sable normalisé) qui lui confèrent sa bonne résistance à l'érosion, des essais d'érosion sur des éprouvettes sur un matériau présentant les mêmes ingrédients mais avec des distributions granulométriques différentes (tableau V-5) ont été réalisés. Les profondeurs érodées maximales mesurées ($P_{e,max}$) ainsi que les volumes érodés déterminés par la méthode des billes de silice ont ainsi été déterminés pour ces différentes compositions de la terre K. La figure V-20 présente ces résultats. Cette figure permet ainsi de montrer que pour toutes les compositions étudiées, c'est seulement lorsque la terre présente une faible teneur en argile (7% de kaolinite ici) qu'elle devient très peu résistante à l'érosion : elle présente une profondeur érodée moyenne maximale d'environ 8 mm et le volume érodé n'est même plus mesurable car les échantillons sont trop endommagés à la fin de l'essai. Pour toutes les autres compositions étudiées, les variations de granulométrie ne semblent pas trop impacter leur résistance à l'érosion dans la mesure où la teneur en argile est suffisante. La teneur en argile semble donc un facteur influençant fortement la résistance à l'érosion des blocs de terre crue. La cohésion entre les différents grains du matériau terre crue étant essentiellement assurée grâce aux argiles composant sa fraction fine, si une terre donnée présente une faible teneur en argile sa résistance à l'érosion sera logiquement assez faible, et cela peu importe la nature des argiles considérées. Il est probable que pour une terre donnée, il y ait une teneur en argile minimale qui induise une cohésion et une résistance à l'érosion suffisante. Si sa teneur en argile est trop faible, le matériau ne résistera pas longtemps à l'érosion : sur une représentation de l'évolution de l'érosion durant l'essai inspirée de la figure V-18, le temps t_1 serait nul et la vitesse V1 assez élevée. C'est d'ailleurs le cas pour les formulations de la terre K présentant une faible teneur en argile. Ainsi, afin de valider cette hypothèse, dans le cas de la terre K il serait intéressant d'évaluer la teneur en argile minimale du matériau lui assurant une résistance à l'érosion suffisante.

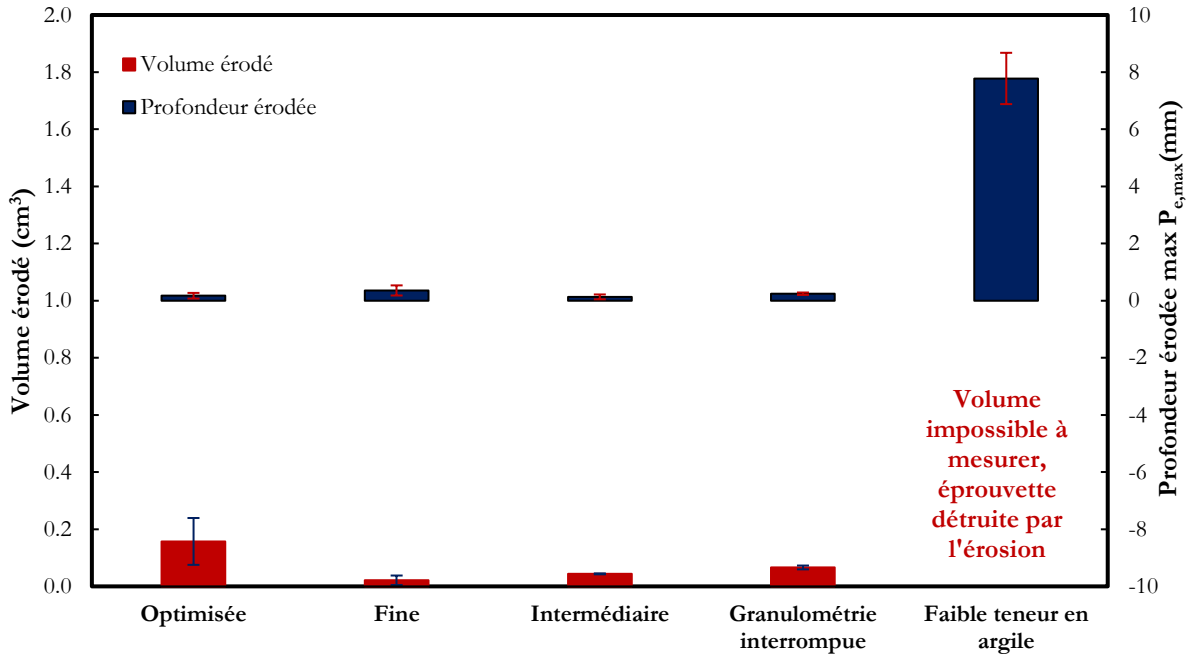


Figure V-20: Valeurs de volumes érodés (cm³) et de profondeurs érodées (mm) pour différentes compositions de la terre K

Les résultats précédents ont donc montré une influence importante de la teneur en argile sur la résistance à l'érosion de la terre K, formulée de différentes manières. Des essais d'érosion et d'absorption capillaire ont donc été menés sur des échantillons de la terre K présentant des variations de teneurs en kaolinite. Bien sûr la nature des argiles composant la fraction fine d'une terre influe sur ses propriétés, mais lors de cette étude ce point n'a pas été suivi, et les essais se sont donc focalisés sur un seul type d'argile. Des essais complémentaires sont envisageables pour étudier l'influence de la nature des différentes argiles.

La figure V-21 présente les volumes érodés obtenus en fin d'essais d'érosion pour ces différentes formulations de la terre K aux teneurs en argile variables.

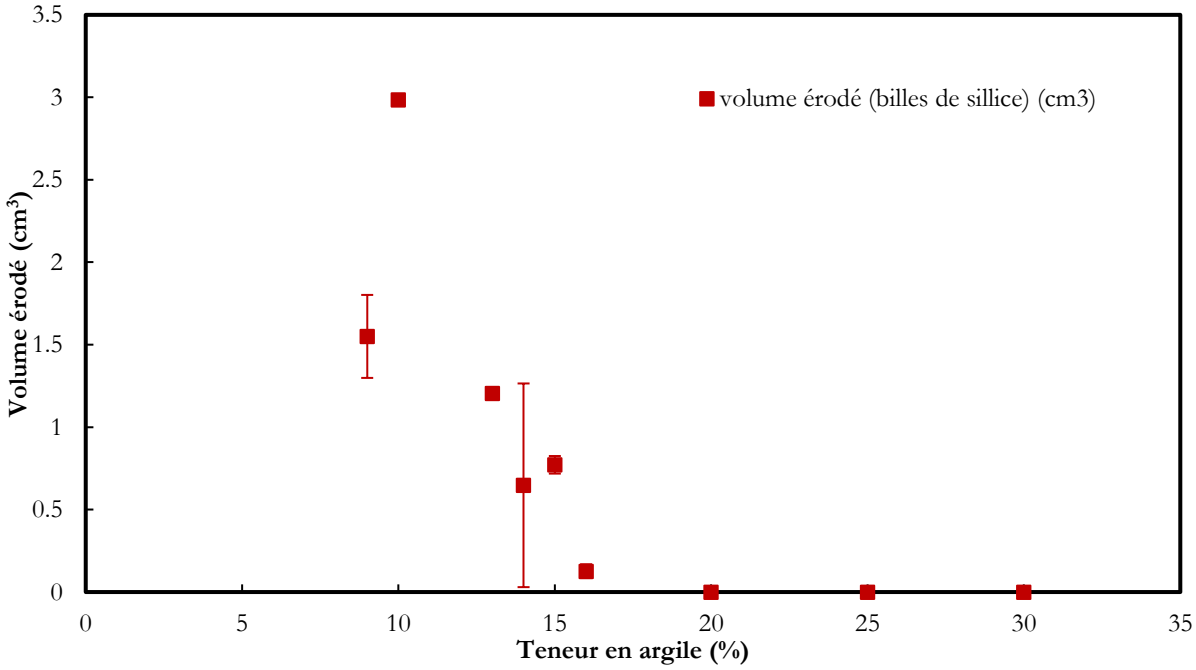
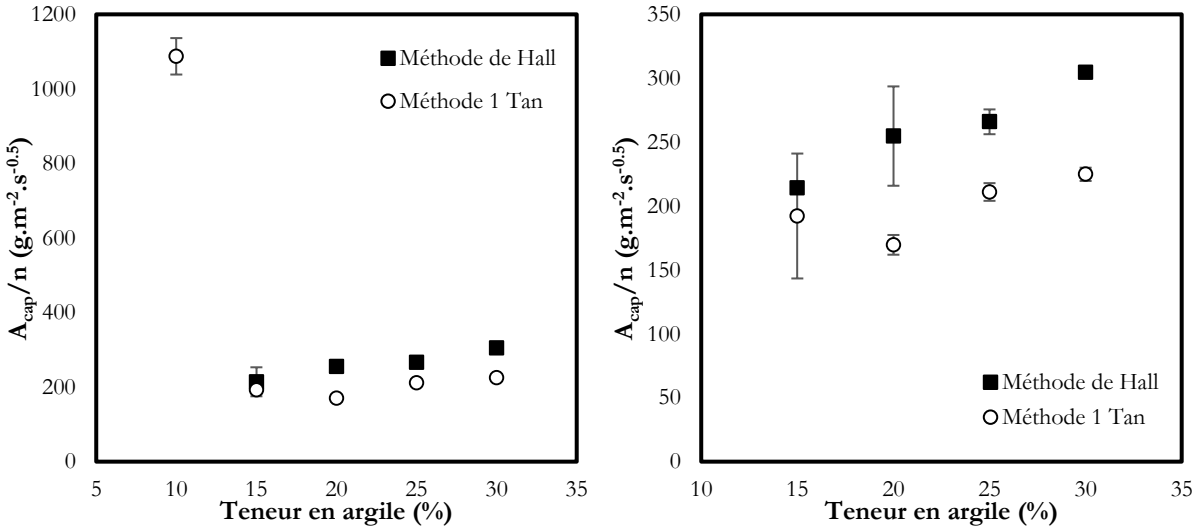


Figure V-21: Volume érodé mesuré pour différentes formulations de la terre K présentant des teneurs en argile variables

Cette figure met ainsi en valeur l'influence de la teneur en argile K sur la résistance finale de la terre à un essai d'érosion. Ici, il apparait clairement que dans le cas de la kaolinite, une teneur en argile de 15% au moins est nécessaire pour assurer une résistance correcte à l'érosion. Lorsque cette teneur varie entre 13% et 16% d'argile, le volume érodé lors de l'essai d'érosion est très fortement limité, voire annulé. Pour une teneur en argile de 10%, la résistance à l'érosion est très faible, le matériau étant très fortement détérioré. Pour cette terre à base de kaolinite, une valeur seuil de teneur en argile permettant une annulation du phénomène d'érosion peut être définie entre 16% et 17%.

Il peut aussi être intéressant de lier ces résultats à des essais d'absorption capillaire sur ces formulations de la terre K afin de valider l'influence de l'absorption d'eau capillaire sur la résistance à l'érosion d'un matériau donné. Ainsi pour ces mêmes formulations des valeurs d'A_{cap}/n ont été déterminées à l'aide de la méthode de Hall et de la méthode à une tangente à la suite d'essais d'absorption d'eau capillaire. Les figures V-22 (a) et V-22(b) illustrent les évolutions des valeurs d'A_{cap}/n obtenues en fonction de la teneur en argile de la terre K considérée.



(a) Teneurs en kaolinite de 10% à 30% (b) Teneurs en kaolinite de 15% à 30%

Figure V-22 : Évolution des valeurs d'A_{cap}/n avec la teneur en argile pour la terre K - (a) Teneurs en kaolinite de 10% à 30% - (b) Teneurs en kaolinite de 15% à 30%

Sur cette figure il apparait d'abord que pour la teneur en argile de la terre K la plus faible (10%) la valeur d'A_{cap}/n est nettement plus élevée que pour toutes les autres formulations de cette terre. Les valeurs d'A_{cap}/n les plus faibles sont ici obtenues pour la terre K contenant 15% d'argiles, puis à mesure que cette teneur en argile de la terre K augmente, les valeurs mesurées d'A_{cap}/n obtenues augmentent très légèrement. Pour une faible teneur en argile de la terre K, cette augmentation notable de la vitesse d'absorption d'eau capillaire est corrélable avec les résultats d'essais d'érosion préalablement obtenus. Ainsi une trop faible teneur en argile, inférieure à un seuil donné pour un matériau donné, augmenterait fortement les vitesses d'absorption d'eau capillaire dans ses pores, faciliterait la pénétration de l'eau dans le matériau et diminuerait fortement ainsi sa résistance à l'érosion. Pour la terre K, en analysant les figures V-21 et V-22, il est probable que cette teneur en eau limite permettant d'atteindre une bonne résistance à l'érosion soit proche de 15%.

Cette importante diminution des valeurs d'A_{cap}/n pour des teneurs en argile comprises entre 10% et 15% (Figure V-22 (a)), puis leur légère augmentation pour des teneurs en argile comprises entre 15% et 30% (Figure V-22 (b)) sont très probablement liées aux évolutions de la nature et de l'organisation de la microstructure des matériaux mis en œuvre. L'impact de la microstructure d'un matériau granulaire sur ses propriétés d'absorption d'eau capillaire a déjà été évoqué dans la littérature, sa porosité étant souvent définie comme un paramètre influençant l'absorption. Aussi, si ce matériau granulaire contient des argiles, la proportion et la nature des argiles influe sur ses propriétés d'absorption [252]. Ainsi la microstructure du matériau et les différents paramètres la définissant (porosité, taille des pores, tortuosité des pores, et propriétés de surface des grains) jouent un rôle important sur cette cinétique d'absorption [238, 252].

Notamment une augmentation de la tension de surface peut augmenter le potentiel capillaire d'un matériau donné et donc accélérant l'absorption d'eau capillaire dans ses pores.

Ici dans le cas des formulations de la terre K contenant trop peu d'argiles, la taille des pores des matériaux est probablement plus grande et cette porosité n'est pas comblée par des argiles aux propriétés de surfaces particulières et à la tortuosité plus importante : l'absorption d'eau capillaire a lieu dans un réseau probablement plus régulier où l'eau interagit moins avec les surfaces des grains, ce qui permet une absorption plus rapide et moins perturbée malgré des tailles de pores probablement plus élevées. Cela pourrait expliquer les valeurs élevées d'A_{cap}/n constatées et ainsi la rapide dégradation du matériau lorsqu'il est soumis à l'érosion. Dès que cette teneur en argile atteint un niveau suffisant, l'eau absorbée interagit probablement plus avec les surfaces de ces particules aux grandes surfaces spécifiques, ce phénomène devenant la force motrice de l'absorption capillaire tout en ralentissant fortement sa vitesse par ces interactions spécifiques.

Dans le cas des formulations de la terre K contenant suffisamment d'argiles assurant le rôle de liant du matériau, plus la teneur en argile augmente, plus la porosité du matériau est fine, ce changement de taille de pores induisant probablement une accélération du phénomène physique d'absorption capillaire, augmentant ainsi légèrement la valeur d'A_{cap}/n mesurée. Le principal résultat à considérer par l'étude des figures V-21 et V-22 reste tout de même que pour un type de terre donné, il existe probablement une teneur en argile limite qui lui assure naturellement une bonne résistance à l'érosion et qui limite ses cinétiques d'absorption d'eau capillaire. Cinétique d'absorption capillaire et résistance à l'érosion semblant ainsi liées, pour protéger un matériau de l'érosion due à l'eau il peut être intéressant de limiter sa vitesse d'absorption capillaire.

Enfin l'impact de la densité de cette terre K sur cette résistance à l'érosion a été évalué. Différents échantillons de cette terre K ont été mis en œuvre à différentes teneurs en eau initiales de manière à faire varier leur densité finale. Cette étude a été commune aux essais d'absorption et d'érosion. Les volumes érodés ont donc été évalués pour ces éprouvettes aux masses volumiques sèches variables et sont représentés sur la figure V-23.

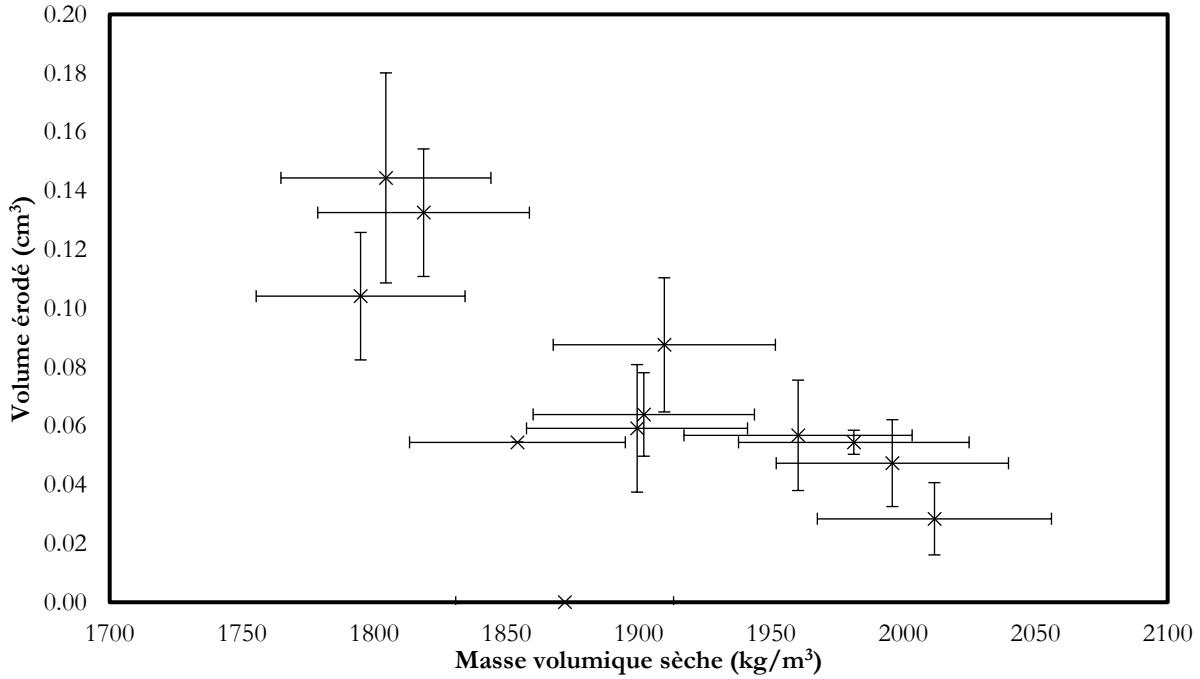


Figure V-23: Évolution des volumes érodés mesurés en fonction de la masse volumique sèche pour la terre K

Ici, dans le cas de la terre K, qui est peu érodable, lorsque la masse volumique sèche passe de 1800 à plus de 2000 kg/m³, le volume érodé évolue de 0,14 cm³ à 0,03 cm³. Malgré des erreurs de mesures et des écarts types assez importants, il apparait assez clairement que pour une terre donnée, viser une masse volumique sèche élevée à l'aide d'un procédé de mise en œuvre performant peut être un moyen de limiter son érosion.

Cette partie de l'étude a permis de suggérer que pour une terre donnée, il existe une teneur en argile limitante au-dessous de laquelle l'échantillon de terre crue sera très sensible à l'érosion et où ses propriétés d'absorption d'eau capillaire seront décuplées. Au contraire, si sa teneur en argile est suffisante le matériau présentera une résistance à l'érosion plus élevée et des vitesses d'absorption d'eau plus faibles. Cette teneur en argile qui se situe autour de 15% pour la terre K sera différente pour chaque type de terre, selon la nature des argiles composant sa fraction fine. Ainsi certaines terres, suffisamment argileuses pourraient présenter naturellement de bonnes résistances à l'érosion. Il serait aussi intéressant de réaliser ce même genre d'étude avec une terre reconstituée en laboratoire dont la fraction fine est composée d'un autre type d'argile (illite ou smectite) pour mettre en valeur l'influence de la nature des argiles sur la résistance à l'érosion d'un matériau donné, et s'il est aussi possible de mettre en valeur une teneur en argile limitante au regard de l'érosion. Si une terre ne présente pas naturellement une teneur en argile suffisante, il peut alors être intéressant de la formuler avec des ajouts bio-sourcés et de faire en sorte de la mettre en œuvre de manière maitrisée pour optimiser sa densité.

Influence de l'état de surface sur la résistance à l'érosion

Lors de la mise en œuvre de matériau en terre crue, il arrive régulièrement qu'il présente des défauts de surface. Localement, ces défauts peuvent impacter la résistance de surface de ces blocs de terre crue et limiter ainsi leur résistance à l'érosion. Différents types de défauts de surface ont été réalisés sur des échantillons de la terre S afin d'appréhender leurs influences sur le phénomène d'érosion à l'eau. Le tableau V-6 illustre les types de défauts étudiés et les empreintes érodées obtenues en fin d'expérience.

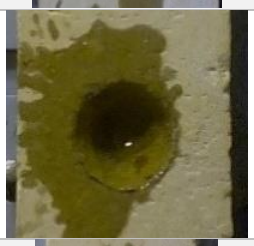
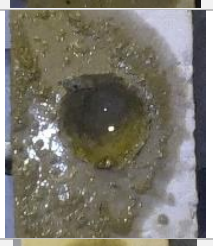
Défaut de surface	Éprouvette après quinze secondes d'essai d'érosion	Éprouvette après dix minutes d'essai d'érosion
Défaut hémisphérique de 5mm de diamètre		
Défaut hémisphérique de 20mm de diamètre		
Fente de 2mm de profondeur		
Fente de 5mm de profondeur		

Tableau V-6: Tests d'érosions sur différents échantillons de la terre S présentant des défauts de surface variés, états des éprouvettes après 15 secondes d'essai puis après 10 minutes.

Au premier abord, les empreintes érodées obtenues lors de ces tests d'érosion ne paraissent pas importantes. Dans le cas des défauts hémisphériques, l'éprouvette ne semble pas vraiment s'éroder de façon importante

lors de l'essai, en comparaison aux éprouvettes de la même formulation ne présentant pas de défauts de surface. Lors de ces essais d'érosion sur les éprouvettes présentant des défauts hémisphériques, il est apparu très rapidement que l'eau stagnait dans le défaut de surface dès le début de l'essai, ce qui a tendance à limiter l'énergie de l'impact des gouttes à la surface du matériau et donc à limiter l'érosion de l'échantillon. L'essai développé lors de cette campagne expérimentale ne semble pas adapté à l'étude de l'effet de ces défauts de surface.

Si l'érosion est plus marquée en fin d'essai pour l'éprouvette présentant un défaut de surface en forme de fente de 2mm de profondeur, elle est similaire à l'érosion mesurée sur des échantillons ne présentant pas de défaut de surface. Pour la fente de 5 mm de profondeur, la rapide présence d'eau stagnante dans l'empreinte au cours de l'essai limite aussi l'érosion et ne permet pas un bon déroulement d'essai pour qualifier correctement l'effet de ce type de défaut sur la résistance à l'érosion d'un bloc de terre crue.

S'il est probable que les défauts de surface puissent impacter la résistance à l'érosion de blocs de terre crue, les quelques essais réalisés lors de cette étude ne permettent pas de le mettre en valeur correctement. D'autres essais seraient à développer pour cela.

e) Conclusions sur l'étude de l'érodabilité

Quelques résultats importants ont tout de même été mis en valeur lors de cette campagne expérimentale d'essais d'érosion. D'abord il est apparu que la résistance à l'érosion d'un matériau donné semblait être liée fortement avec ses propriétés d'absorption d'eau capillaire. Ainsi pour protéger un matériau terre crue d'une érosion trop importante il est envisageable de chercher à limiter sa vitesse d'absorption d'eau capillaire (exprimée par son coefficient A_{cap}/n). Dans cette optique, la protection à l'érosion de blocs de terre crue peut être assurée à l'aide d'ajouts ou de protections de surface choisis (comme la gomme xanthane, l'huile de lin ou des vernis à base d'huiles végétales) permettant de limiter leurs propriétés d'absorption d'eau capillaire. Il est aussi apparu que pour une terre donnée, sa teneur en argile pourrait être un bon indicateur de sa potentielle résistance à l'érosion. Ainsi pour une terre similaire à la terre K dont la fraction argileuse est uniquement composée de kaolinite, il est apparu qu'une teneur en argile de 15% était presque suffisante pour assurer une résistance à l'érosion intéressante. Il est important de noter que cette teneur en kaolinite est une teneur du kaolin commercial utilisé (au sens minéralogique) et non une teneur en argile définie par la granulométrie. Néanmoins de plus amples études pourraient être menées pour tenter de déterminer ces teneurs en argiles limites pour différents types de terres (différentes natures de fractions argileuses) permettant de limiter leur érosion. Enfin, il est aussi apparu, grâce à un exemple réalisé sur la terre K, que la densité d'un matériau donné semblait influencer sa résistance à l'érosion : lorsque la masse volumique sèche d'un bloc de terre crue est élevé, sa résistance à l'érosion sera potentiellement plus élevée. Ainsi deux stratégies paraissent envisageables pour optimiser et améliorer la résistance à l'érosion de blocs de terre crue : la formulation avec des ajouts bio-sourcés choisis, et une mise en œuvre optimisée et maitrisée permettant de viser des masses volumiques sèches élevées pour une terre donnée.

3. Étude de l'angle de contact à la surface de différentes formulations de matériaux

a) Méthode de mesure

Lors des deux précédentes campagnes expérimentales d'absorption d'eau capillaire et de résistance à l'érosion, les effets protecteurs de certains ajouts bio-sourcés ont été mis en valeur. Il apparait cependant, de par les observations réalisées et les études déjà réalisées dans la littérature, que l'impact de chacun des ajouts bio-sourcés sur les différentes terres serait induit par différents mécanismes de protection à l'échelle microscopique [119, 120, 139, 146, 151, 152]: Pour mettre en valeur certains de ces mécanismes de protection, des mesures d'angle de contact de gouttes d'eau à la surface de différentes formulations des trois terres K, R et S ont été suivies au cours du temps jusqu'à absorption complète de la goutte d'eau. Ainsi, l'angle de contact statique d'une goutte pendante déposée à la surface d'échantillons de terre crue a été mesuré et suivi à l'aide d'un DSA30 Krüss GmBH (Drop Shape Analyser). Les essais ont d'abord été réalisés sur des échantillons des terres K, R et S formulées avec différents ajouts et extrudées à iso-consistance (teneurs en eau visées pour l'extrusion adaptées à chaque formulation). De la même façon, des échantillons des terres K et S ont été compactés à une même consistance adaptée au procédé (teneurs en eau plus faibles) pour l'étude. Les essais ont été réalisés dans une pièce à une température régulée de 20°C et une humidité relative de 50%HR. Des gouttes pendantes d'eau d'un volume de 15 µL ont été réalisées à l'aide d'une seringue verticale avec une aiguille de diamètre extérieur de 1,835 mm. L'angle de contact de ces gouttes à la surface des différentes formulations de terres étudiées a ainsi été déterminé à l'aide d'une analyse de forme fondée sur l'équation de Young-Laplace appliquée à l'interface entre la goutte d'eau et la surface poreuse des matériaux étudiés. Pour chaque type d'échantillon, les évolutions des angles de contact apparents mesurés en fonction du temps ont ainsi été enregistrées. Pour chaque formulation, 2 à 9 mesures d'évolutions d'angles de contact ont ainsi été réalisées, et l'évolution moyenne a été déterminée et tracée en fonction du temps. L'analyse de ces évolutions obtenues pourrait être un bon indicateur de certains mécanismes de protection de la terre crue induits par certains ajouts bio-sourcés, notamment pour mettre en valeur les ajouts qui recouvrent la porosité interne des matériaux d'une fine couche plus hydrophobe. Les valeurs obtenues pour les différents matériaux mis en œuvre par extrusion des différentes formulations des trois terres seront comparées entre elles et les valeurs obtenues pour les différents matériaux mis en œuvre par compaction seront comparées entre elles séparément afin de s'affranchir des différents aspects de surfaces induits par un procédé de mise en œuvre donné (différences de consistance initiale, densité, rugosité de surface, teneur en eau à la mise en œuvre). Les résultats de ces essais devraient aussi permettre de valider l'efficacité de certains ajouts pour renforcer des blocs de terre crue au regard de leur durabilité à l'eau et confirmer les observations déjà réalisées lors des essais d'absorption.

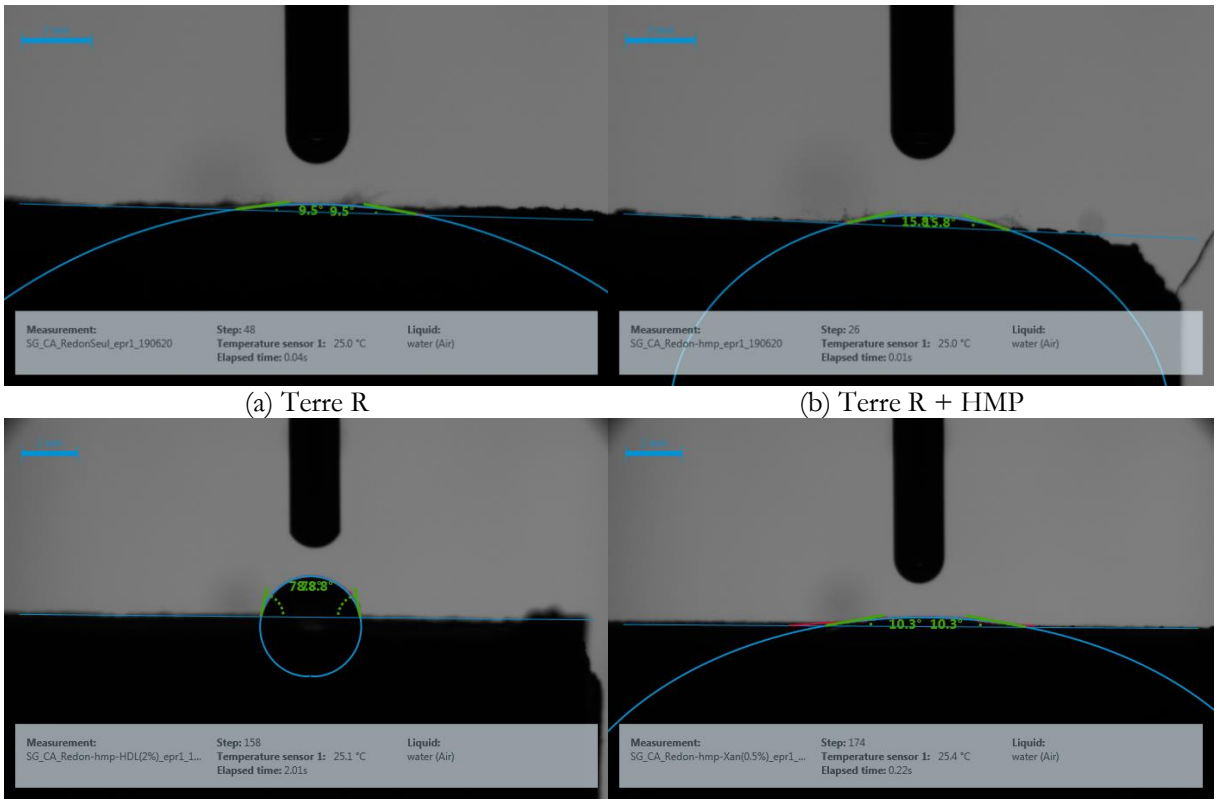
b) Impacts des ajouts bio-sourcés sur l'angle de contact d'une goutte d'eau à la surface de blocs de terre crue

Pour certains ajouts bio-sourcés étudiés (Xan, HDL, HDLSurf et Ver), une réduction importante de l'absorption d'eau capillaire ainsi qu'une augmentation de la résistance à l'érosion ont précédemment été observées. Certains de ces ajouts bio-sourcés semblent aussi prometteurs pour limiter la chute de résistance mécanique des blocs de terre crue lorsqu'ils sont soumis à des variations importantes d'humidité (chapitre précédent). Ainsi ces traitements et ajouts bio-sourcés semblent très prometteurs pour protéger les matériaux de construction à base de terre crue de l'action de l'eau liquide. Cependant, ces ajouts semblent induire des mécanismes de protection de la microstructure des blocs de terre différents, selon l'ajout considéré. Les suivis des évolutions des angles de contacts apparents mesurés sur différentes formulations des trois terres étudiées devraient permettre de mettre en valeur ces mécanismes distincts et de vérifier les hypothèses formulées lors des études d'absorption d'eau capillaire et d'érosion à propos des mécanismes de protections induits par les ajouts d'huile de lin (HDL) et de gomme xanthane (Xan).

Si dans le cas des protections de surface à l'aide de vernis à base d'huiles végétales (Ver) ou d'huile de lin (HDL), une couche de protection hydrophobe est créée en surface des grains pour les protéger, les mécanismes induits par les traitements dans la masse des matériaux semblent plus complexes. C'est ces types

de formulations qui ont été étudiés ici. Les mesures d'angles de contact à la surface de formulations choisies ont donc été réalisées pour mieux les appréhender.

Les figures V-24 (a), (b), (c) et (d) illustrent les variations d'angles de contact de gouttes d'eau de 15 µL observées pour plusieurs formulations extrudées de la terre R (Terre R, Terre R + HMP, Terre R+HMP+HDL(2%) et Terre R+HMP+Xan(0,5%))à l'instant t=0 s. Dans l'ensemble comme les matériaux étudiés sont des matériaux poreux, les gouttes d'eau pénètrent très rapidement, voire instantanément dans le matériau et l'angle de contact d'une goutte à leur surface est très faible et très rapidement nul comme le matériau est par nature très hydrophile. Cependant certains ajouts permettent d'augmenter cet angle de contact observé et rendent le matériau à base de terre crue moins hydrophile. En annexe 7, pour chaque formulation et chaque mode de mise en œuvre de chaque type de terre, un angle de contact instantané mesuré est présenté. Dans l'ensemble, deux ajouts semblent légèrement augmenter ces angles de contact instantanés observés : l'ajout d'huile de lin dans la masse des matériaux (HDL 1% et HDL 2%) et dans une moindre mesure l'ajout de caséine (Cas 1%).



(a) Terre R (b) Terre R + HMP

(c) Terre R+HMP+HDL(2%) (d) Terre R+HMP+Xan(0,5%)

Figure V-24: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations de la terre R : (a) Terre R, (b)Terre R + HMP, (c) Terre R+HMP+HDL(2%) et (d) Terre R+HMP+Xan(0,5%))

Sur la figure V-24, il apparait très clairement que pour 3 des formulations de la terre R, cet angle de contact est presque instantanément nul, l'eau pénétrant rapidement dans le matériau (Terre R, Terre R+HMP et Terre R+HMP+Xan(0,5%)). Pour la formulation de la terre R avec 2% d'huile de lin (HDL 2%) cet angle de contact instantané parait beaucoup plus élevé (72° ici) illustrant une surface de matériau rendue moins hydrophile à l'aide de cet ajout aux propriétés hydrophobes. Dès lors la différence de mode de protection à l'eau entre l'huile de lin et la gomme xanthane semble claire. Par l'étude de l'annexe 7, un seul autre type d'ajout semble aussi rendre les surfaces des matériaux légèrement moins hydrophiles : la caséine. La propriété hydrophobe de certains enduits à la caséine est d'ailleurs parfois évoquée dans la littérature [119, 120], et cette observation semble le confirmer.

Aussi, les figures V-25 et V-26 illustrent les évolutions des angles de contacts obtenus pour différentes formulations de la terre S extrudée et de la terre K mise en œuvre par compaction. Tous les autres résultats de ces évolutions obtenus pour les formulations de la terre R extrudée, de la terre K extrudée et de la terre

S compactée sont disponibles en annexe 8. Il semble assez clair que dans tous les cas (figures V-25 et V-26 et annexe 8) les ajouts d'huile de lin dans la masse (HDL 1% et HDL 2%) des matériaux mis en œuvre permettent de limiter et retarder l'absorption de la goutte d'eau ainsi que d'augmenter son angle de contact en surface du matériau afin de globalement retarder sa disparition. Dans ces cas d'ajouts d'huile de lin dans la masse des matériaux à la mise en œuvre, les angles de contact des gouttes d'eau en surface restent régulièrement visibles lors de plus longues durées (de 30 à 100 secondes environ) Dans certains cas l'ajout de caséine dans la masse des matériaux semble aussi limiter légèrement cette absorption et l'angle de contact reste visible plus longtemps (jusqu'à une dizaine de secondes pour la terre S). Pour la plupart des autres ajouts bio-sourcés étudiés, et du HMP, la durée durant laquelle la goutte d'eau reste visible en surface des matériaux et qu'un angle de contact est mesurable n'excède pas une seconde.

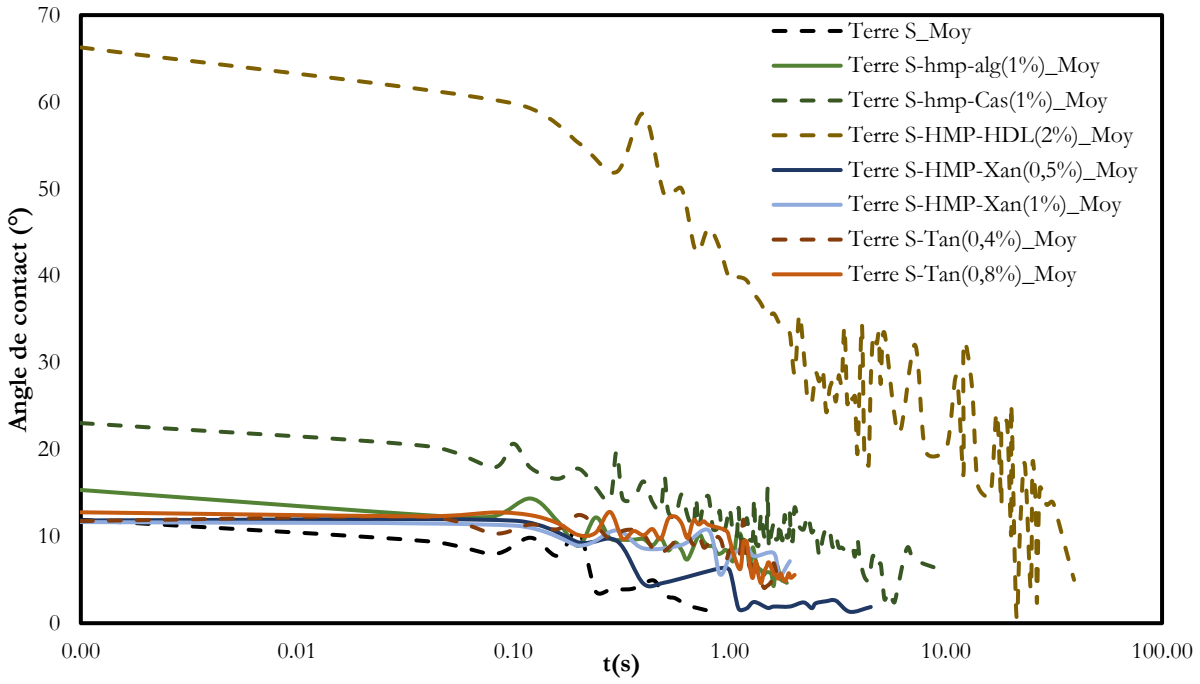


Figure V-25: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations extrudées de la terre S en fonction du temps

Ces observations concernant les ajouts d'huile de lin dans la masse des matériaux ont pu être constatées dans tous les cas de figure, pour tous les types de mise en œuvre, pour tous les types de terres, avec ou sans ajout de HMP. Ainsi l'huile de lin semble être très efficace, créant probablement une fine couche plus hydrophobe à la surface des particules fines, notamment les argiles, composant la microstructure des échantillons de terre crue, retardant ainsi très fortement leur vitesse d'absorption d'eau capillaire. Les évolutions d'angles de contact observées à la surface des échantillons formulés avec de la caséine sur les figures V-25 et V-26 ainsi qu'en annexe 8 permettent de supposer que la caséine en poudre ajoutée sans traitement particulier avec seulement un dispersant pourrait jouer, à moindre échelle, un rôle similaire à celui de l'huile de lin permettant de retarder légèrement l'absorption d'eau. D'ailleurs, lors des essais d'absorption capillaire et d'érosion, cet ajout semblait avoir un impact protecteur significatif sur les trois terres K, R et S. Selon le mode de mise en œuvre par extrusion ou compaction, les différences entre les angles de contact mesurés ne semblent pas très importantes, les échantillons compactés semblant tout de même présenter un état de surface plus compact, limitant donc légèrement l'absorption des gouttes d'eau.

Dans le cas des formulations des terres avec de la gomme xanthane, les angles de contact à la surface des échantillons étudiés ne semblent pas plus élevés et la pénétration de la goutte d'eau dans les matériaux ne semble pas retardée. Cependant, lors de toutes les campagnes précédentes, les formulations des terres avec de la gomme xanthane (Xan 0,5% et Xan 1%) présentaient de très bonnes propriétés de durabilité à l'eau et de résistances mécaniques soumises à des variations d'humidité. La gomme xanthane ne semble ainsi pas présenter des propriétés hydrophobes et le mécanisme limitant l'absorption d'eau, l'érosion et la perte de

résistance mécanique n'est pas le même que pour l'huile de lin dans ce cas. En effet, ici le mécanisme améliorant la durabilité à l'eau des blocs de terre crue est probablement dû aux liaisons électrostatiques et hydrogène que la gomme xanthane crée entre les particules composant leur microstructure. En effet certaines études ont porté sur l'observation de sols stabilisés à la gomme xanthane à l'aide d'un MEB ont permis de mettre en valeur le fait que la gomme xanthane pourrait créer un autre réseau de liaisons (électrostatique et hydrogène) peu sensible à l'eau au sein des matériaux en plus des liaisons sensibles à l'eau créées entre les argiles [151, 152]. Les mesures d'angles de contact ne sont ainsi pas une méthode adaptée pour traduire l'effet protecteur de la gomme xanthane pour les matériaux à base de terre crue.

Finalement si deux types de traitements dans la masse (huile de lin et gomme xanthane) des matériaux à base de terre crue semblent être efficaces pour améliorer leur durabilité à l'eau en modifiant leur microstructure, il ne faudrait pas qu'ils la modifient trop radicalement jusqu'au point d'impacter le transfert de vapeur d'eau dans leurs pores qui est une des propriétés importantes à préserver de la terre crue utilisée en tant que matériau de construction. Ainsi il serait intéressant d'étudier les propriétés de perméabilité à la vapeur d'eau des terres stabilisées à l'aide de gomme xanthane ou d'huile de lin et de les comparer avec les propriétés de ces terres non stabilisées, avec ou sans HMP. Les résultats obtenus permettraient de vérifier si des blocs de terre crue formulée avec de l'huile de lin ou de la gomme xanthane gardent les mêmes capacités à transmettre de la vapeur d'eau, propriétés permettant de réguler naturellement les ambiances intérieures des bâtiments, y améliorant ainsi le confort.

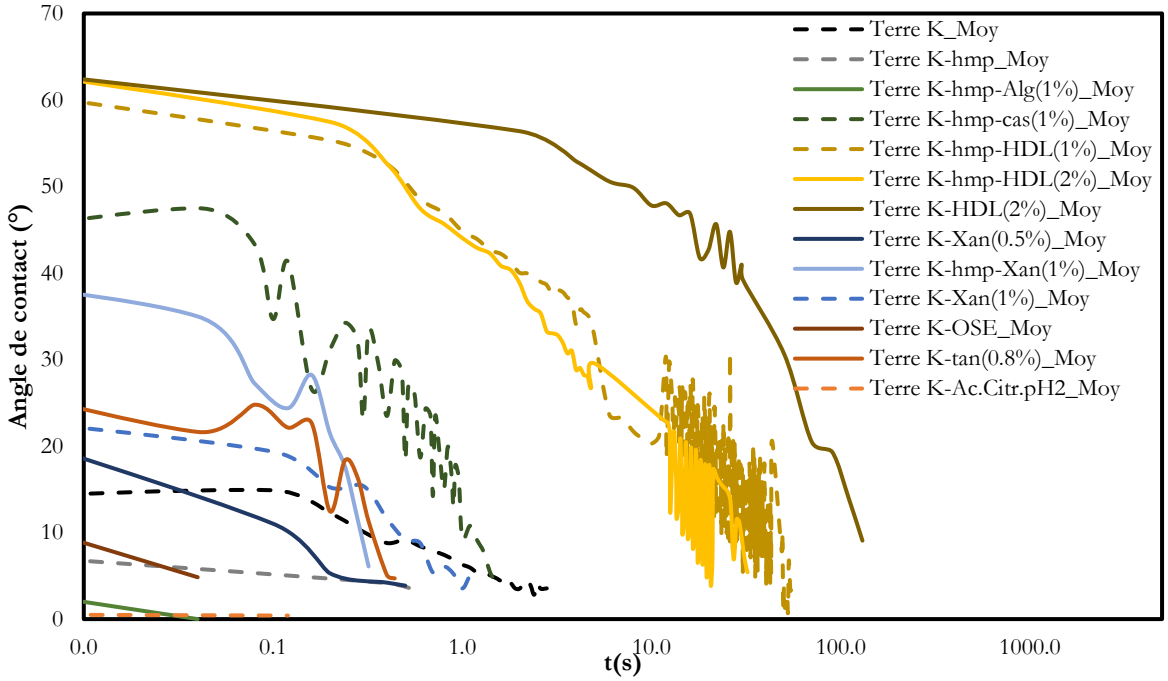


Figure V-26: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations compactées de la terre K en fonction du temps

4. Perméabilité à la vapeur d'eau de formulations choisies

a) Méthode de mesure

S'il est maintenant établi que certaines stratégies de formulation ou de protection de surface des blocs de terre crue leur permettent de limiter leurs propriétés d'absorption d'eau capillaire, de limiter leur érosion à l'eau, d'améliorer ainsi leur durabilité et de maintenir des niveaux de résistances mécaniques satisfaisants, ces ajouts pourraient aussi avoir un impact non négligeable sur le transfert de vapeur d'eau au sein de ces blocs de terre crue. La perméabilité à la vapeur d'eau d'un matériau donné est sa capacité à laisser passer l'humidité lorsqu'il est soumis à un gradient de pression de vapeur en régime permanent. Le concept de perméabilité à la vapeur considère plusieurs types de transferts : un transfert de vapeur par diffusion, un transfert de vapeur par effusion et un transfert de liquide (lié à la condensation capillaire) [253–255]. Dans cette étude, la méthode de la coupelle, définie par la norme AFNOR NF EN ISO 12572 relative aux performances hygrothermiques des matériaux et produits pour le bâtiment[256], a été suivie afin de déterminer les propriétés de perméabilité à la vapeur d'eau de différentes formulations de terre crue dans des conditions isothermes(23°C) pour une gamme donnée d'humidité relative (0/50%HR), en adsorption.

Comme les mesures doivent être réalisées pour plusieurs échantillons d'une formulation donnée pour que les résultats soient précis (5 échantillons pour une formulation donnée étudiée), et que ce type de campagne expérimentale est longue à réaliser, seulement quelques formulations identifiées au préalable ont été sélectionnées pour leurs potentiels à réduire fortement la sensibilité à l'eau des matériaux de construction à base de terre crue. D'autres formulations plus simples ont aussi été étudiées à titre comparatif. La terre S a été choisie pour sa résistance élevée facilement atteignable et pour sa capacité à être facilement mise en œuvre en forme de cylindre de 2 cm de hauteur et de 11 cm de diamètre. Ainsi, seulement quatre formulations de la terre S ont été testées : « Terre S sans ajout », « Terre S+HMP », « Terre S+HMP+Xan(0,5%) » et « Terre S+HMP+HDL(2%) ». L'expérience a été menée sur 5 éprouvettes de chaque formulation listée précédemment selon les recommandations de la norme internationale « Méthode de la coupelle » déjà décrite dans l'étude de Collet et al. concernant la mise en œuvre de bétons de chanvre [253].

b) Évolution de la perméabilité à la vapeur sur des formulations choisies de la terre S

Des essais de perméabilité à la vapeur d'eau ont donc été menés sur quatre formulations différentes de la terre S : Terre S, Terre S+HMP, Terre S+HMP+HDL(2%) et Terre S+HMP+Xan(0,5%). L'objectif ici est donc de mettre en valeur les potentiels effets des ajouts de dispersant (HMP) et de traitements de masse à l'aide d'ajouts bio-sourcés (HDL et Xan) sur la capacité d'une terre donnée à transmettre de la vapeur d'eau dans ses pores. Cinq échantillons de chaque formulation ont ainsi été testés sous un gradient de pression de vapeur en régime permanent.

Pour chaque type d'échantillon la prise de masse tout au long de l'essai a été suivie. Lors de cette étude, le régime permanent a été très vite atteint. La figure V-27 illustre un exemple de la prise de masse Δm en fonction du temps au cours de l'essai pour un échantillon de la terre S. Cette cinétique observée est représentative des résultats obtenus sur tous les types d'échantillons. Le régime permanent a été atteint après 8 jours et la pente étudiée a été calculée par une régression linéaire entre les jours 8 et 21. Le coefficient de corrélation est dans tous les cas très élevé (<0,999). Ainsi une valeur de perméabilité à la vapeur d'eau π ($kg.m^{-1}.s^{-1}.Pa^{-1}$) et un coefficient de résistance à la diffusion de vapeur μ ont été déterminés à partir de la pente de la vitesse de prise de masse sur 13 jours des échantillons selon la méthode décrite par Collet et al. [253]. Les résultats moyens ainsi obtenus sont présentés dans le tableau V-7.

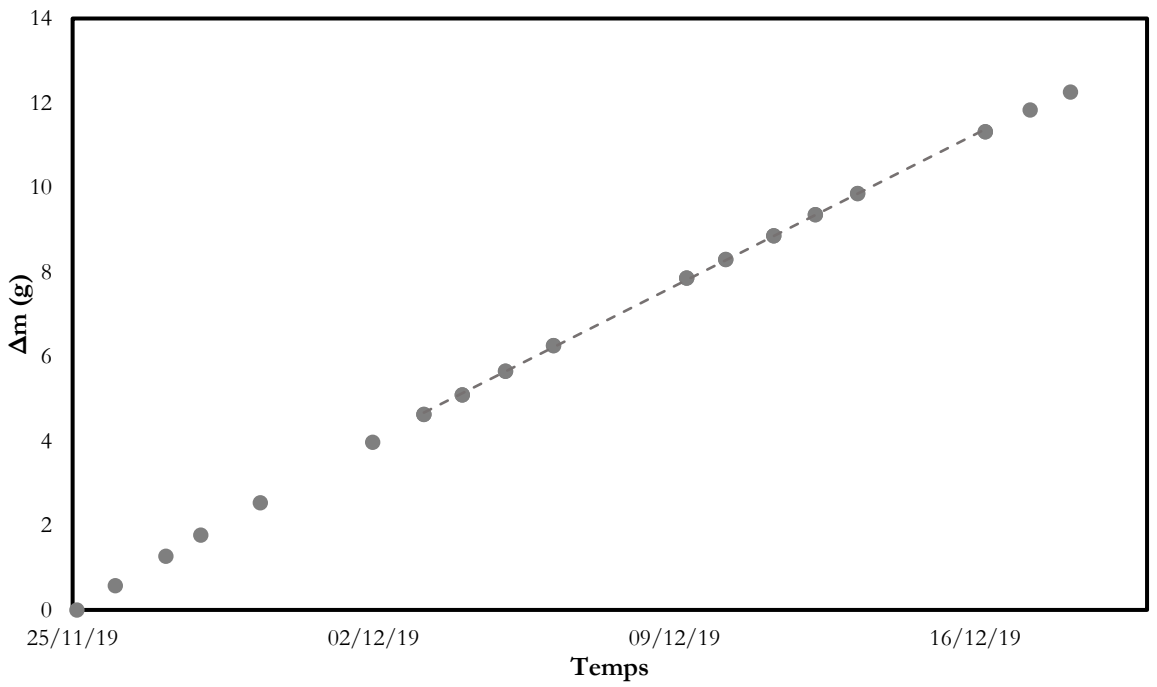


Figure V-27: Prise de masse en fonction du temps durant les essais de perméabilité à la vapeur d'eau – exemple de la terre S

Formulation	Perméabilité à la vapeur d'eau moyenne π (kg.m^{-1}.s^{-1}.Pa^{-1})	Coefficient de résistance à la diffusion de vapeur d'eau (μ)	Masse volumique sèche moyenne (kg/m^3)
Terre S	9,9 x 10^{-12}	19,8	1665
Terre S + HMP	9,6 x 10^{-12}	20,4	1677
Terre S + HMP + HDL(2%)	7,8 x 10^{-12}	25,0	1658
Terre S + HMP + Xan(0.5%)	10,5 x 10^{-12}	18,7	1605

Tableau V-7: Résultats moyens des essais de perméabilité à la vapeur d'eau pour différentes formulations de la terre S

Au prime abord, il semble que les différentes valeurs moyennes de perméabilité à la vapeur d'eau et des coefficients de résistance à la diffusion de vapeur d'eau obtenues sont du même ordre de grandeur pour toutes les formulations étudiées. Ces résultats mettent en valeur le fait que ces échantillons différents présentent de grandes capacités de transfert d'humidité pour des matériaux de construction porteurs [254, 257]. L'ajout de HMP dans la formulation des échantillons de la terre S ne semble pas influencer cette transmission de vapeur d'eau dans ce type de matériau. Au premier abord l'ajout d'huile de lin dans la formulation des blocs de terre crue semble légèrement limiter leur perméabilité à la vapeur d'eau quand l'ajout de gomme xanthane semble légèrement l'augmenter. Cependant les masses volumiques moyennes des différentes formulations de la terre S présentent des variations non négligeables selon la formulation considérée. Notamment, il apparait que la masse volumique sèche moyenne des échantillons formulés avec de la gomme xanthane est légèrement plus faible. De façon à prendre en compte ces variations de masses volumiques sèches entre formulations, les coefficients de résistance à la diffusion de vapeur d'eau μ ont été représentés sur la figure V-28 en fonction de leurs masses volumiques sèches. Il semble assez clair sur cette figure que les valeurs de ce facteur de résistance sont similaires pour les formulations terre S, Terre S + HMP et Terre S+HMP+Xan(0,5%). Les valeurs de ce facteur semblent légèrement plus élevées pour la formulation Terre S+HMP+HDL(2%).

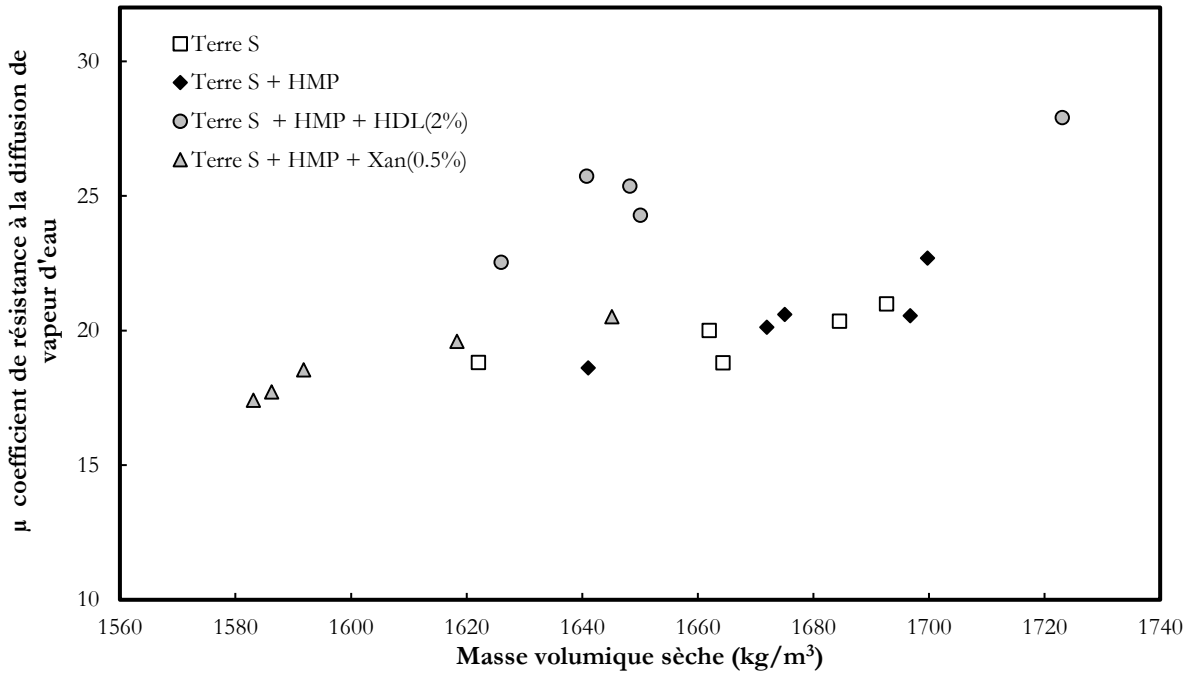


Figure V-28: Évolution des coefficients de résistance à la diffusion de vapeur d'eau (μ) en fonction de la masse volumique sèche pour quatre formulations différentes de la terre S

En prenant en compte ces observations, il parait juste de supposer que l'ajout de gomme xanthane dans la masse de blocs de terre crue pour en améliorer les caractéristiques mécaniques et la durabilité à l'eau n'affecte cependant pas leur propriété de perméabilité à la vapeur d'eau. Ainsi ce genre d'ajout permet de protéger les matériaux à base de terre crue de l'action de l'eau et des variations d'humidité de l'atmosphère sans pour autant affecter leurs propriétés de transfert de vapeur. Par contre dans le cas d'ajout d'huile de lin dans la masse de blocs de terre crue pour en améliorer la durabilité à l'aide ses propriétés hydrophobes, leurs propriétés de perméabilité à la vapeur d'eau sont légèrement diminuées. Cette limitation est probablement liée à la couche moins hydrophile qui recouvre potentiellement les surfaces des pores du matériau les rendant moins accessible à l'eau et à la vapeur d'eau. Cependant cette diminution reste assez légère et n'impacte pas vraiment le transfert de vapeur d'eau dans les matériaux qui y restent ouverts. Les ajouts bio-sourcés identifiés ici comme étant efficaces pour protéger les caractéristiques des blocs de terres en service ne semblent donc pas impacter fortement leurs propriétés de transfert de vapeur d'eau. Il serait intéressant de coupler ces résultats de perméabilité à la vapeur d'eau à des essais estimant la capacité de stockage d'humidité (MBV, Moisture Buffer Value) de ces formulations pour une étude plus détaillée de leurs caractéristiques hygroscopiques [258].

5. Vers une normalisation ? Essais de la norme AFNOR XP P 13-901 : analyse critique

Au cours de ces travaux de thèse, plusieurs types d'ajouts bio-sourcés comme l'huile de lin ou la gomme xanthane ont été identifiés comme étant prometteurs pour stabiliser les matériaux de construction à base de terre crue et leur conférer des propriétés de durabilité et de résistance mécanique élevées. Cette stratégie de formulation combinée à un mode de mise en œuvre maitrisé et optimisé (comme la vibro-compaction par exemple) permet d'envisager de fabriquer à grande échelle des blocs de terre crue porteurs, reproductibles et aux caractéristiques maitrisées sans avoir à les stabiliser à l'aide de liants hydrauliques pour respecter certaines normes actuelles concernant les matériaux de construction. En France, un projet de norme concernant les briques de terre crue a été proposé en 2017, la norme XP P 13-901 [23] pour permettre une classification de ce type de matériau de construction selon ses caractéristiques de résistance en service et permettre leur mise en œuvre dans des murs et des cloisons. Cette norme expérimentale propose des essais de contrôle de la qualité et un classement de ces briques de terre crue à l'aide d'essais caractéristique : essais de résistance à la compression à l'état sec, résistance à la compression après 2 heures d'immersion,

gonflement et retrait entre deux états extrêmes, absorption d'eau capillaire et abrasion. Dans l'état actuel de cette norme il est assez peu aisé d'élaborer des blocs de terre crue non stabilisés à l'aide de liants hydrauliques répondant à tous ces critères requis. Dans cette norme expérimentale un essai particulier est régulièrement considéré comme étant le plus discriminant pour les blocs de terre crue, surtout si ils ne sont pas stabilisés à l'aide d'un liant hydraulique [87]. C'est l'essai de compression après une période d'immersion de 2 heures, puis stabilisation de 48 heures dans une atmosphère saturée en humidité. Dans cette partie, une analyse de cet essai réalisé sur des formulations données des trois terres K, R et S avec de la gomme xanthane, de l'huile de lin et des liants hydrauliques est proposée. Deux procédures d'essais après immersion de 2 heures seront d'abord réalisées sur des demi-éprouvettes 40*40*160 mm^3. L'influence du temps d'immersion des demi-éprouvettes 40*40*160 mm^3sera aussi étudiée. Puis l'influence de la taille des briques testées sera étudiée. Enfin la diffusion de l'humidité dans une brique de volume donné sera étudiée pour certaines formulations. Les objectifs sont alors multiples : il s'agit de prouver d'abord que les ajouts de gomme xanthane et d'huile de lin dans la masse des matériaux permettent aux blocs de terre crue de présenter les caractéristiques requises par cette norme XP P13-901, puis surtout de proposer une analyse critique de certains essais de cette norme qui ne sont pas forcément les mieux adaptés aux matériaux à base de terre crue, même stabilisés à l'aide de liants hydrauliques.

a) Matériaux et méthodes

Formulations étudiées

Différentes études ont donc été menées sur différentes formulations des trois terres K, R et S. Comme les ajouts de gomme xanthane et d'huile de lin ont préalablement démontré leurs potentiels comme stabilisants bio-sourcés de blocs de terre crue, ces études porteront sur ces ajouts dosés modérément pour limiter au maximum les potentiels impacts et ne pas dénaturer le matériau terre crue. L'objectif est de prouver que des stabilisations des terres K, R et S à l'aide de faibles quantités de gomme xanthane ou d'huile de lin peuvent permettre la fabrication de blocs de terre crue présentant des qualités suffisantes pour respecter les propriétés requises par la norme XP P 13-901 et ainsi prouver qu'il est envisageable de construire des murs porteurs pour des bâtiments de plusieurs étages à l'aide de blocs de terre crue n'étant pas stabilisés à l'aide de liants hydrauliques. Ainsi pour chacune des terres K, R et S les formulations suivantes ont été étudiées (l'ajout de HMP est ici utilisé pour permettre une mise en œuvre optimale des blocs) :

- Terre+HMP+HDL(1%)
- Terre+HMP+HDL(2%
- Terre+HMP+Xan(0,5%)
- Terre+HMP+Xan(1%)

La norme XP P 13-901, par son essai de compression après immersion de 2 heures, incite implicitement à stabiliser les blocs testés à l'aide de liants hydrauliques, comme la chaux ou le ciment. En effet, sans liants hydrauliques, il est impossible d'immerger un bloc de terre crue pendant 2 heures sans qu'il ne se désagrège. À l'aide d'ajouts bio-sourcés comme la gomme xanthane ou l'huile de lin il est envisageable de réaliser ce type d'essai sans que le matériau se désagrège, de la même façon que J. Ouedraogo l'a réalisé lors de ces travaux de thèse avec l'ajout d'ovalbumine [87]. Ainsi il est intéressant de comparer les résultats obtenus lors de cet essai sur les formulations de terre avec de la gomme xanthane ou de l'huile de lin avec des résultats obtenus en stabilisant les matériaux avec des liants hydrauliques.

Le liant hydraulique qui sera utilisé dans cette étude est la chaux hydraulique. La chaux peut permettre d'améliorer la résistance de blocs de terre crue en augmentant les liaisons intergranulaires, elle peut limiter le retrait de séchage et assurer une protection à l'eau des blocs de terre crue [259]. Mais cet ajout présente plusieurs inconvénients : bien que moins impactant que le ciment, il augmente considérablement l'impact environnemental par son procédé de fabrication, mais aussi le coût total du matériau formulé. De plus la chaux, comme le ciment, complique le recyclage des blocs de terre crue en fin de vie et réduit la capacité de la terre à échanger de l'humidité avec son environnement (capacité à stocker de l'humidité, perméabilité à la vapeur d'eau) [218]. Cet ajout sert ici de référence puisque que c'est un des liants les plus couramment utilisé pour stabiliser la terre crue et sera notée CaO. La chaux hydraulique sera dosée à hauteur de 5% de la masse

sèche de terre mise en œuvre. Les éprouvettes stabilisées à la chaux hydraulique ont subi une cure en chambre humide de 28 jours. La formulation Terre+HMP+CaO(5%) servira de référence pour comparer les résultats obtenus avec des stabilisants bio-sourcés.

Essais de compression après immersion de la norme XP P 13-901, étude de la diffusion de l'eau dans les matériaux

Différents essais de résistance à la compression dans différentes conditions après une période d'immersion de 2 heures, tel que la norme XP P 13-901 le préconise, ont ainsi été menés sur ces cinq types de formulations. Cette norme propose de réaliser des essais de résistance à la compression sur des blocs de terre crue de dimensions 14*9,5*29,5 cm^3 ayant été immergés dans l'eau pendant 2 heures complètes puis maintenus dans une atmosphère saturée en humidité pendant 48 heures. Elle exige que les blocs de terre crue soumis à cet essai présentent des résistances d'au moins 1, 2 ou 3 MPa (bien que cette exigence soit discutable).

Dans le but d'adapter ce test aux différentes formulations de terre étudiées au cours de cette thèse, plusieurs protocoles différents ont été suivis. Cela a aussi permis de mettre en valeur certaines limites de cette norme. Les influences de la taille des échantillons testés selon ces protocoles et des temps d'immersion sur les résultats obtenus ont aussi été appréhendées. Finalement la diffusion de l'eau dans les blocs de terre crue durant leur immersion a été suivie et étudiée afin de tenter de lier propriétés d'absorption capillaire, durée d'immersion, teneur en eau obtenue et résistance à la compression obtenue. Les différentes campagnes d'essais réalisées sont décrites succinctement dans les prochains paragraphes.

Une première étude a été menée sur les résistances à la compression obtenues pour des éprouvettes moulées 40x40x160 mm^3 après avoir été immergées dans l'eau pendant deux heures puis stabilisées en chambre humide (20°C, 98%HR) pendant 48 heures. Cette étude porte sur 5 formulations (HDL 1%, HDL 2%, Xan 0,5%, Xan 1% et CaO) de chacune des trois terres K, R et S. Deux éprouvettes de chaque formulation ont été confectionnées puis étuvées. Chacune des éprouvettes a été cassée en deux demi éprouvettes par un essai de flexion. Une demi-éprouvette a ensuite été testée en compression à l'état sec selon la procédure d'essai de compression uniaxiale présentée lors du chapitre précédent et l'autre demi-éprouvette a été soumise à une immersion d'une durée de deux heures, puis à une stabilisation de 48 heures en chambre humide avant d'être testée en compression selon la même procédure. Le but ce cette campagne d'essai est de mettre en évidence l'influence des différents ajouts lorsque le matériau est soumis à une immersion suivie d'une stabilisation en chambre humide. Les éprouvettes 40*40*160 mm^3 présentant des volumes largement plus faibles que ceux des briques de terre crue testées dans la norme XP P 13-901, il est probable que cet essai soit trop radical pour ce type de petites éprouvettes.

Une seconde étude a ensuite été réalisée selon une procédure similaire pour suivre les résistances à la compression obtenues pour des éprouvettes 40x40x160 mm^3 après avoir été immergées dans l'eau pendant deux heures seulement, sans subir les 48 heures de stabilisation en chambre humide.

Ensuite, afin de mieux appréhender l'influence de l'immersion d'un matériau donné sur sa résistance mécanique, une campagne d'essais sur l'évolution de la résistance en fonction du temps d'immersion a été menée sur deux formulations différentes selon les mêmes procédures d'essais, avec des temps d'immersion variables pour ce type d'éprouvettes 40*40*160 mm^3. Seulement deux formulations d'une terre donnée ont alors été étudiées :

- Terre S+HMP+HDL(2%)
- Terre S+HMP+Xan(0,5%)

Les résistances à la compression de chaque type de matériau formulé ont été mesurées sur des demi-éprouvettes 40*40*160 mm^3 après 15 minutes, 30 minutes, 1 heure et 1h30 d'immersion.

Puis pour appréhender l'impact de la taille des éprouvettes testées en compression après deux heures d'immersion, des éprouvettes moulées plus grandes (70x70x280 mm^3) ont été réalisées pour ces deux mêmes formulations et testées selon ce même protocole après deux heures d'immersion. Cela devrait permettre

d'étudier l'influence de la taille des éprouvettes/briques soumises à cet essai sur la résistance finale obtenue après immersion. Des teneurs en eau locales ont aussi été déterminées dans ces plus grandes éprouvettes pour appréhender la propagation de l'eau dans le matériau au cours de son immersion dans l'eau.

Enfin, deux éprouvettes moulées cubiques (100*100mm³) de chacune de ces deux formulations de la terre S ont été confectionnées dans cette optique d'appréhension de la diffusion de l'eau dans les matériaux soumis à l'immersion. En effet, leur symétrie géométrique pourrait permettre de réaliser une étude légèrement plus précise sur la propagation de l'eau dans le matériau après 2 heures d'immersion dans l'eau. Après immersion, un cube de chaque formulation a été testé en compression et sa teneur en eau globale a été mesurée, et l'autre cube a été scié en deux pour observer l'évolution des fronts d'humidité en son sein. Des teneurs en eau locales ont été déterminées sur ces cubes sciés après immersion afin de pouvoir obtenir leur profil dans la profondeur du matériau.

b) Étude des résistances après immersion, suivi de la diffusion d'eau dans les matériaux immergés et analyse critique de l'essai de la norme XP P 13-901

Résistance à la compression après immersion de deux heures et stabilisation de 48 heures en chambre humide

Lors de cette première étude, le premier résultat obtenu est que pour les terres R et S, présentant des activités argileuses plus élevées, un dosage en huile de lin de 1% n'est pas suffisant pour protéger une demi-éprouvette 40*40*160mm³. La figure V-29 présente les aspects de toutes les demi-éprouvettes des cinq formulations étudiées après deux heures d'immersion dans l'eau et les éprouvettes Terre S+HMP+HDL1% et Terre R+HMP+HDL1% sont désagrégées, probablement saturées en eau.

Toutes les autres formulations ayant tenues suite à l'immersion de 2 heures ont ensuite été stabilisées en chambre humide pour une durée de 48h puis testées en compression uniaxiale. Les résultats obtenus pour les demi-éprouvettes testées à l'état sec sont présentés sur la figure V-30 et les résultats obtenus pour les demi-éprouvettes après immersion et stabilisation en chambre humide sont représentés sur la figure V-31.

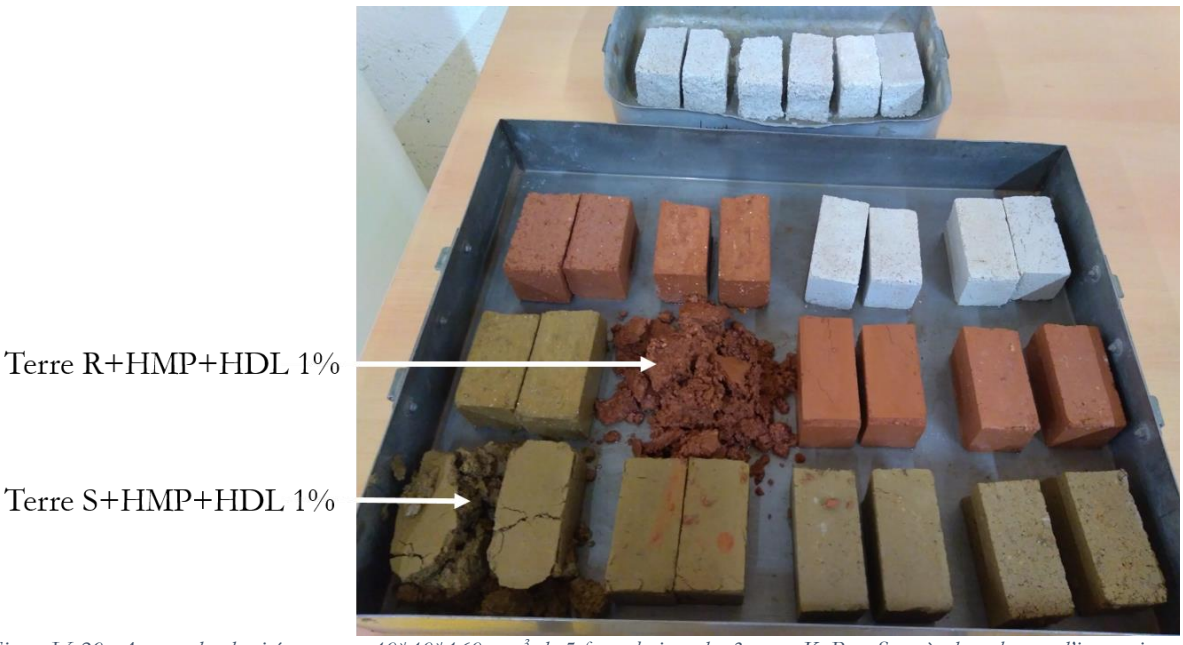


*Figure V-29: Aspects des demi-éprouvettes 40*40*160 mm³ de 5 formulations des 3 terres K, R et S après deux heures d'immersion*

Au prime abord, sur la figure V-30, il apparait que les ajouts de gomme xanthane permettent d'atteindre les résistances à la compression les plus élevées, comme lors des études précédentes, entre 4,3 MPa et 8,2 MPa selon la terre étudiée et le dosage en gomme xanthane. Les ajouts d'huile de lin dans la masse des matériaux permettent d'atteindre des valeurs de résistance à la compression comprises entre 2,8 MPa et 4,9 MPa selon la terre étudiée et le dosage en huile de lin. Enfin les éprouvettes stabilisées à l'aide de 5% de chaux hydraulique présentent des valeurs de résistance à la compression à l'état sec assez faibles, inférieures à 2

MPa pour tous les types de terres. La stabilisation à l'aide de chaux hydraulique ne semble ainsi pas mener aux meilleurs niveaux de résistance à la compression à l'état sec.

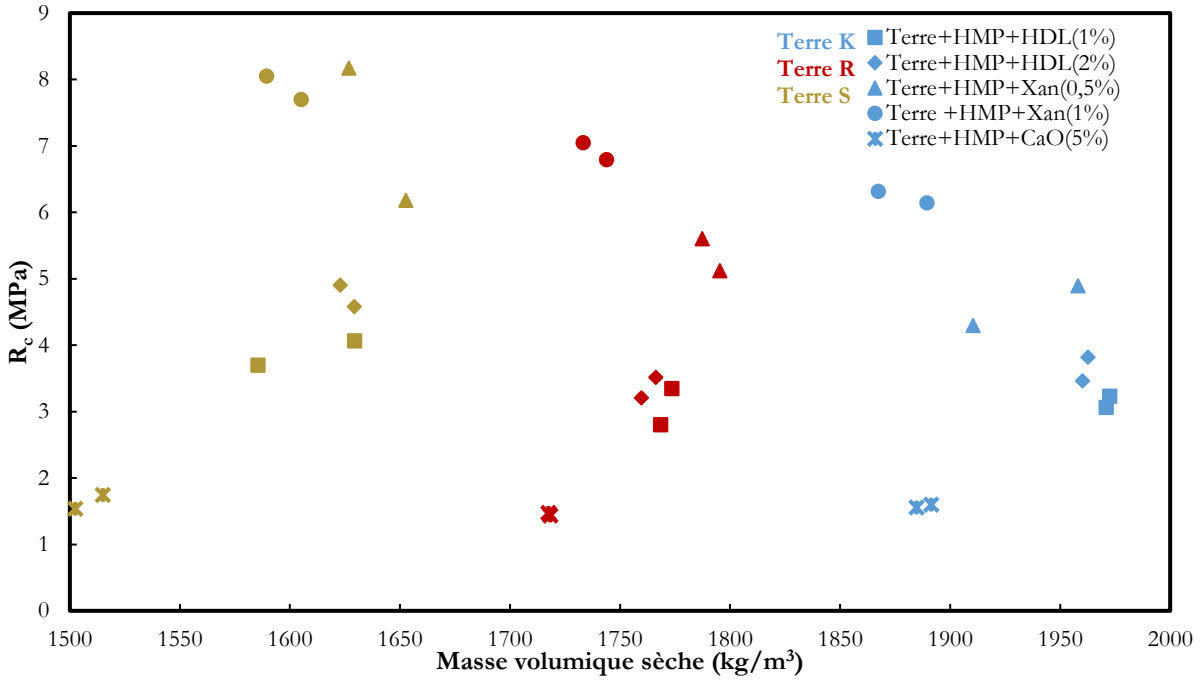


*Figure V-30: Résistance à la compression à l'état sec des différentes formulations d'éprouvettes 40*40*160 mm³ testées selon la norme XP P 13-901*

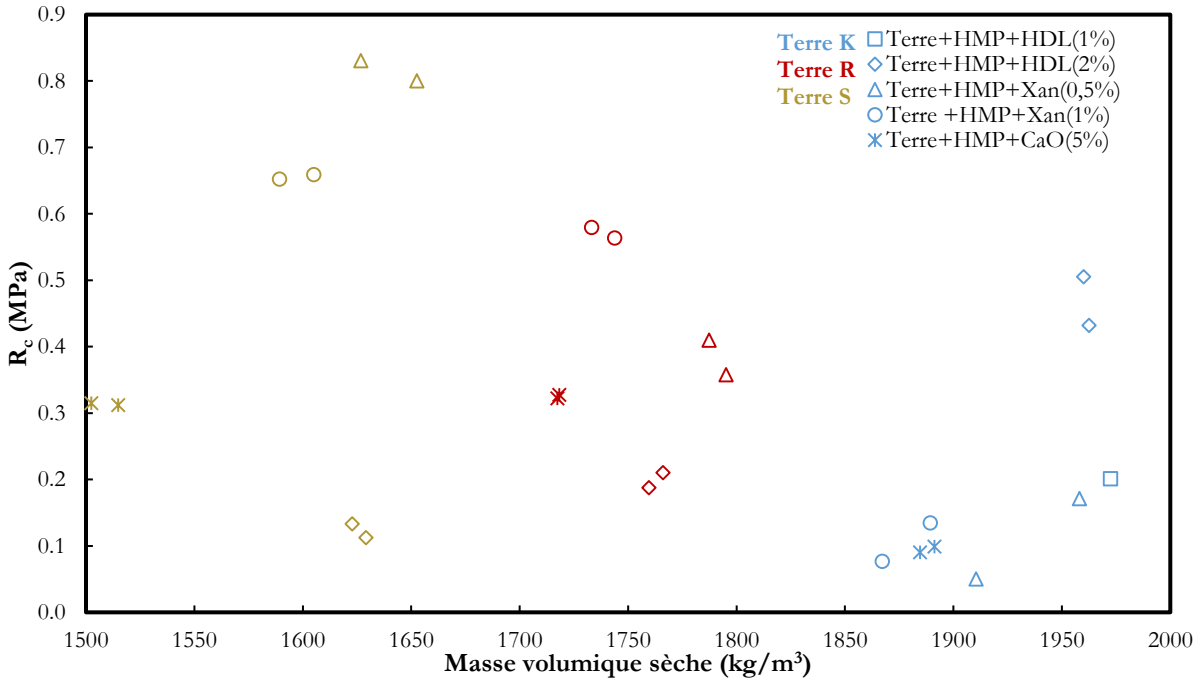


*Figure V-31: Résistance à la compression après immersion de 2 heures et stabilisation de 48 heures en chambre humide des différentes formulations d'éprouvettes 40*40*160 mm3 testées selon la norme XP P 13-901*

La figure V-31 met en valeur les résistances à la compression obtenues pour les autres demi-éprouvettes après immersion de deux heures et stabilisation en chambre humide pendant 48 heures. Pour toutes les formulations, la perte de résistance à la compression est conséquente, mais l'obtention d'une résistance à la compression, si infime soit-elle, après une sollicitation si importante pour de la terre crue est déjà un résultat notable. Les formulations des terres S et R avec de la gomme xanthane présentent les meilleures résistances à la compression, comprises entre 0,35 MPa et 0,85 MPa selon la terre et le dosage en gomme xanthane.

Pour la terre K, l'ajout de gomme xanthane ne semble pas permettre de maintenir des résistances très élevées. Les ajouts d'huile de lin à hauteur de 2% semblent permettre de maintenir des légères résistances à la compression, comprises entre 0,1 et 0,5 MPa selon la terre, la terre K semblant présenter les meilleures caractéristiques avec l'huile de lin. L'ajout de chaux hydraulique permet aussi de maintenir une légère résistance à la compression comprise entre 0,1 et 0,3 MPa selon la terre étudiée.

Lors de cet essai, réalisé sur des éprouvettes plus petites que les briques testées dans la norme XP P 13-901, il est apparu que peu importe les formulations considérées une résistance de 1 MPa (requise au minimum selon la norme) après immersion et stabilisation en chambre humide semble difficile à atteindre. Il est aussi apparu lors de cette campagne expérimentale que la période de stabilisation en chambre humide de 48 heures semblait assez impactante, permettant à l'humidité de se diffuser plus largement dans les éprouvettes et les saturant encore plus. Une étude suite à immersion, mais sans cette période de saturation en chambre humide a alors été envisagée, comme elle l'a été réalisée lors des travaux de thèse de J. Ouedraogo [87].

Résistance à la compression après immersion de deux heures

Les résultats de cette seconde étude, très similaire à la précédente sans la période de stabilisation de 48 heures en chambre humide, sont présentés sur les figures V-32 et V-33. Les résistances à l'état sec obtenues lors de cette campagne expérimentale (Figure V-32) semblent légèrement plus élevées. Les ajouts de gomme xanthane permettent d'atteindre les résistances à la compression les plus élevées, comme lors des études précédentes, entre 4,3 MPa et 10,6 MPa selon la terre étudiée et le dosage en gomme xanthane. Les ajouts d'huile de lin dans la masse des matériaux permettent d'atteindre des valeurs de résistance à la compression comprises entre 2 MPa et 7,5 MPa selon la terre étudiée et le dosage en huile de lin. Enfin les éprouvettes stabilisées à l'aide de 5% de chaux hydraulique présentent des valeurs de résistance à la compression à l'état sec assez faibles, inférieures à 2 MPa pour tous les types de terres.

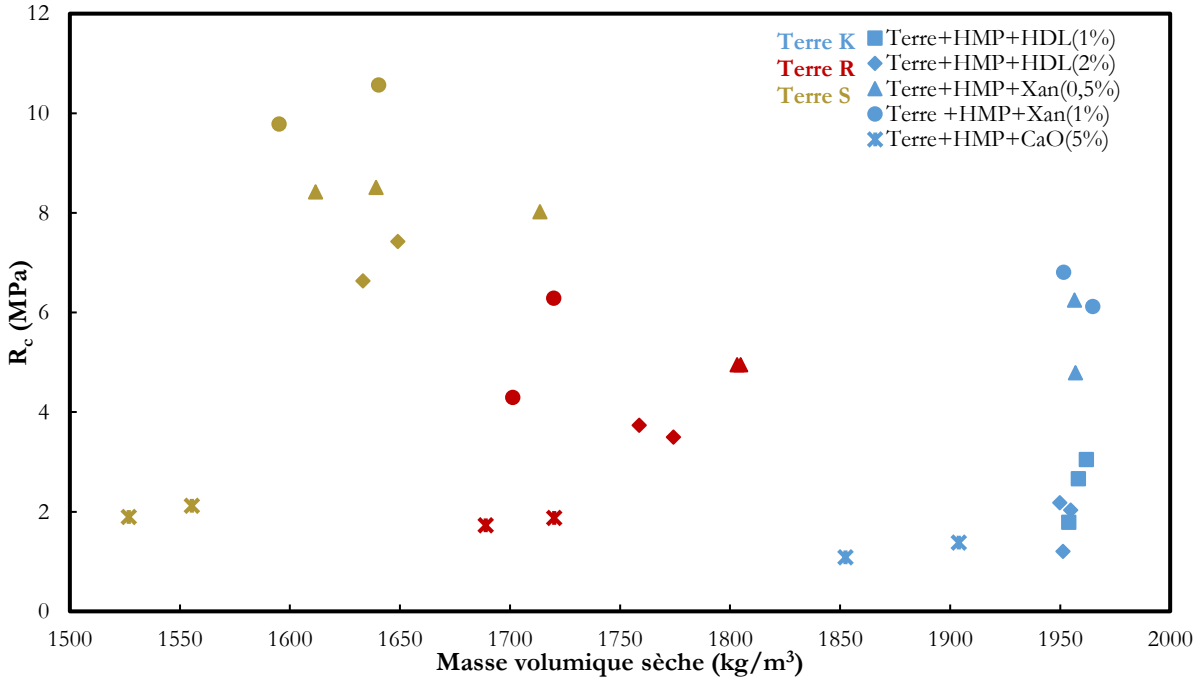


*Figure V-32: Résistance à la compression à l'état sec des différentes formulations d'éprouvettes 40*40*160 mm³ testées selon la norme XP P 13-901, 2ème étude*

La figure V-33 illustre alors les résistances à la compression obtenues sur ces demi-éprouvettes 40*40*160 mm³ après qu'elles aient été soumises à une immersion de deux heures. Ces résultats sont plus élevés que lors de la première campagne expérimentale. En effet pour les formulations des trois terres avec de la gomme xanthane ces valeurs de résistance après immersion sont comprises entre 0,6 MPa et 3,3 MPa selon le dosage. Pour les formulations des trois terres avec 2% d'huile de lin, les résistances obtenues sont d'environ 0,5 MPa. Enfin pour les formulations des trois terres avec de la chaux hydraulique les résistances à la

compression obtenues sont comprises entre 0,2 et 0,4 MPa. La période de 48 heures de stabilisation en chambre humide semble ainsi impacter les résistances à la compression mesurées pour les matériaux formulés avec de la gomme xanthane ainsi que l'huile de lin. Les teneurs en eau des éprouvettes testées après immersion dans ces deux premières campagnes expérimentales ont ainsi été suivies pour appréhender l'impact de la période de 48 heures en chambre humide sur la prise en humidité des matériaux. Le tableau V-8 les répertorie. Il apparait régulièrement, sans surprise, que les éprouvettes ayant passé 48 heures en chambre humide après immersion présentent des teneurs en eau plus élevées que celles ayants été testées en compression directement après immersion pour une formulation donnée. Cette observation peut assez facilement expliquer les différences de résistances à la compression observées comme la résistance d'un matériau de construction à base de terre crue est principalement régie par sa teneur en eau. Lors de la durée de stabilisation en chambre humide, l'eau absorbée lors de l'immersion pourrait migrer vers le cœur de l'éprouvette, laissant des pores disponibles à l'extérieur pour capter l'humidité de l'air ambiant et ainsi augmenter la teneur en eau de l'échantillon. Aussi, après les essais de compression lors de ces deux campagnes d'essais, les évolutions des fronts d'humidité à l'intérieur des éprouvettes étaient visibles. Les éprouvettes testées en compression après 48 heures de stabilisation en chambre humide semblaient saturées en eau. Pour les éprouvettes testées en compression directement après les deux heures d'immersion, leurs cœurs semblaient systématiquement plus secs, l'avancée des fronts d'humidité dans ces éprouvettes étant systématiquement plus marquée et visible. La première figure de l'annexe 9 présente ces divers fronts d'humidité et cœurs d'éprouvettes secs visibles après les essais de compression réalisés lors de la seconde campagne. Ce phénomène est particulièrement visible pour les formulations de terres avec de la gomme xanthane.

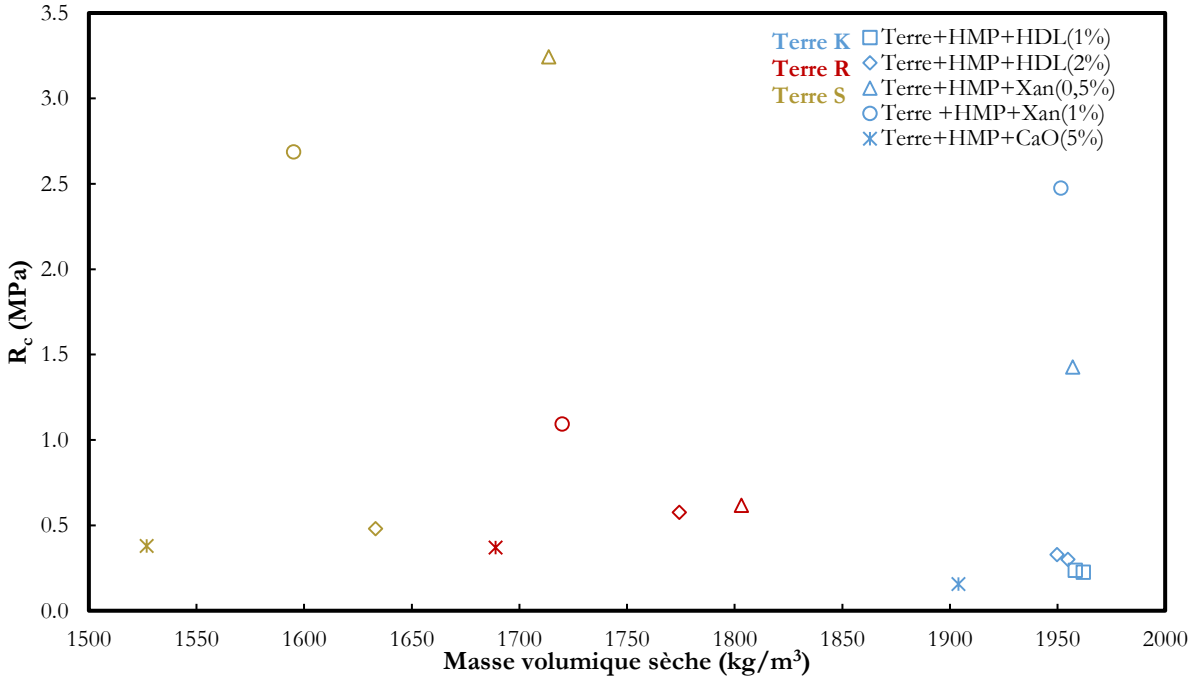


*Figure V-33: Résistance à la compression après immersion de 2 heures des différentes formulations d'éprouvettes 40*40*160 mm3 testées selon la norme XP P 13-901*

Terre	K		R		S	
Formulation	*W(%) (Immersion / Chambre Humide)*	W(%) (Immersion)	*W(%) (Immersion / Chambre Humide)*	W(%) (Immersion)	*W(%) (Immersion / Chambre Humide)*	W(%) (Immersion)
HMP+HDL (2%)	*6,8*	7,4	*17,1*	14	*25,1*	20,6
HMP+Xan (0.5%)	*8*	4,9	*15*	14,1	*12,9*	8,3
HMP+Xan (1%)	*12,6*	5,8	*12,3*	11,7	*13*	10,1
CaO (5%)	*11,5*	9,9	*17,1*	17,2	*25,7*	22,7

Tableau V-8: Teneurs en eau mesurées des éprouvettes testées après deux heures d'immersion avec et sans stabilisation de 48 heures en chambre humide.

Influence du temps d'immersion sur la résistance à la compression

Comme ces éprouvettes moulées 40*40*160 mm³, présentent des volumes beaucoup plus faibles que les briques testées dans la norme XP P 13-901, le temps de 2 heures d'immersion pour ce type d'éprouvettes peut paraitre excessif et mener à des résultats défavorables qui ne reflètent pas des réelles capacités des ajouts étudiés dans ces travaux. C'est pour cela que pour deux formulations données de la terre S (Terre S+HMP+Xan(0,5%) et Terre S+HMP+HDL(2%)), l'évolution de la résistance à la compression obtenue pour des demi-éprouvettes moulées 40*40*160 mm³ après différentes durées d'immersion a été déterminée. Ces éprouvettes ont pour chaque formulation été mises en œuvre à partir du matériau à la même consistance visée afin de limiter les variations de masse volumique sèche entre les différentes éprouvettes. La figure V-34 représente les résultats obtenus pour ces éprouvettes moulées 40*40*160 mm³ de deux formulations données de la terre S.

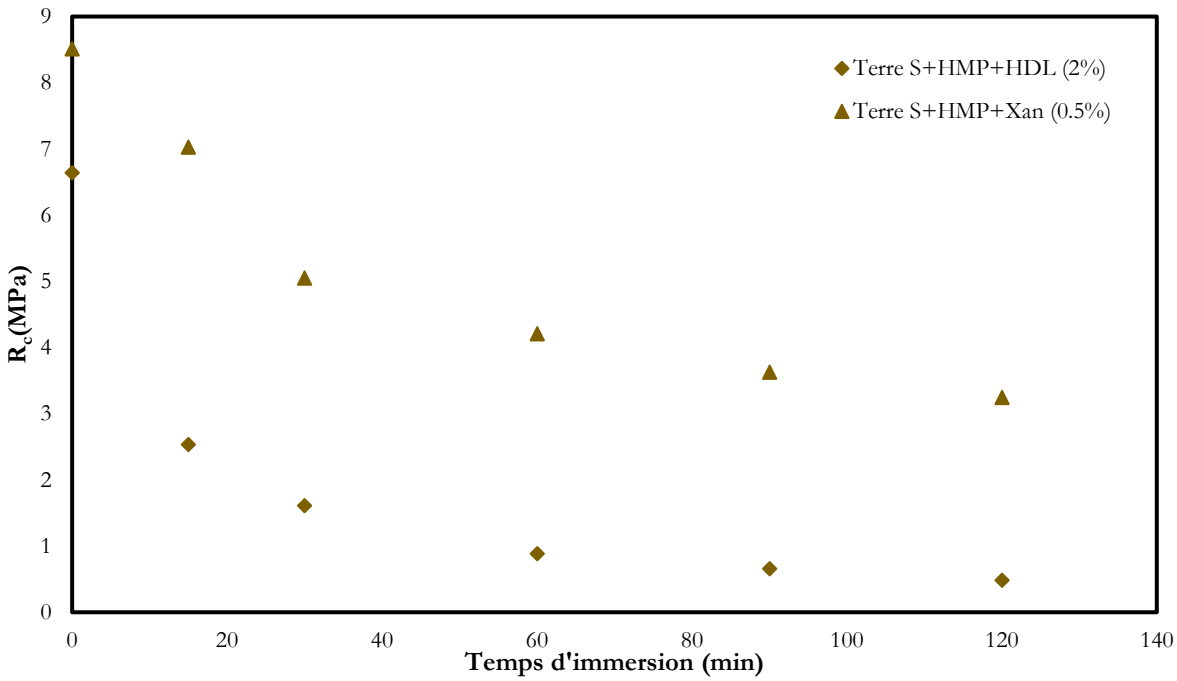


*Figure V-34: Évolution de la résistance à la compression d'éprouvettes moulées 40*40*160 mm³ obtenue après différentes durées d'immersion pour deux formulations différentes de la terre S*

Les valeurs de résistances à la compression évoluent assez rapidement avec le temps d'immersion, passant de 8,5 MPa à 4,2 MPa en une heure pour la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%) et de 6,6 MPa à 0,9

MPa en une heure pour la formulation Terre S+HMP+HDL(2%). Ainsi, encore une fois la gomme xanthane apparait comme étant la meilleure des solutions pour protéger un bloc de terre crue des effets néfastes de l'eau. Aussi ces 2 formulations présentent des résistances à la compression largement supérieures à 1 MPa après plus d'une demi-heure d'immersion complète, ce qui semble assez important pour des blocs de terre crue non stabilisés avec des liants hydrauliques.

En annexe 10, les évolutions des teneurs en eau mesurées des demi-éprouvettes en fonction du temps d'immersion, ainsi que les évolutions des résistances mécaniques en fonction des teneurs en eau mesurées sont tracées. Ces teneurs en eau lors des essais de compression sont aussi des paramètres intéressants à suivre. En annexe 9 les photos prises après essais permettent aussi d'appréhender la progression des fronts d'humidité au sein des éprouvettes en fonction de leur temps d'immersion : cette progression semble très largement limitée pour la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%). Toutes ces données sont liées et il serait possible avec des essais plus approfondis et un plus grand nombre de données, en prenant en compte les propriétés d'absorption capillaires des matériaux étudiés d'estimer une teneur en eau, une résistance à la compression et l'avancée du front d'humidité au sein du matériau à partir d'un temps d'immersion donné.

Influence de la taille d'éprouvette sur la résistance à la compression après immersion

Les essais de résistance après immersion réalisés jusqu'ici ont été menés sur des éprouvettes de dimensions 40*40*160 mm^3 par soucis d'économie de ressources en laboratoire. Cependant pour cet essai de résistance après immersion inspiré de la norme XP P 13-901, la taille de ces éprouvettes est largement plus faible et la prise d'humidité du matériau lors de l'immersion est très probablement liée à la cinétique d'absorption capillaire dans ses pores. Ainsi, pour une surface de contact avec l'eau donnée, plus une éprouvette sera massive, plus la quantité d'eau absorbée rapportée à son volume sera faible, plus sa teneur en eau sera faible et donc sa résistance à la compression élevée. Pour vérifier cette hypothèse une étude portant sur l'influence de la taille des éprouvettes sur leur résistance à la compression après avoir été soumises à cette immersion de deux heures a été réalisée.

Des éprouvettes de dimensions 70*70*280 mm^3 des formulations Terre S+HMP+HDL (2%) et Terre S+HMP+Xan (0,5%) ont été soumises à des essais de compression après deux heures d'immersion et 48h de stabilisation en chambre humide et après seulement deux heures d'immersion. En annexe 11 les résistances à la compression à l'état sec des éprouvettes de tailles différentes fabriquées pour ces essais sont disponibles. Ces résistances sont assez proches et similaires pour les différentes tailles d'éprouvettes malgré des petites variations de masses volumiques sèches mesurées. Les résultats d'essais de compression sur des éprouvettes de différentes tailles après immersion sont ainsi comparables sans induire d'erreur trop importante. La figure V-35 met en valeur les résistances à la compression obtenues pour des éprouvettes de tailles différentes pour deux formulations données de la terre S après leur immersion de deux heures. Et il apparait assez clairement que les éprouvettes moulées 70*70*280 mm^3 présentent de meilleures caractéristiques mécaniques après immersion dans les deux cas : 4,2 MPa pour la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%) et entre 0,9 et 1,1 MPa pour la formulation Terre S+HMP+HDL(2%) alors que ces résistances sont de respectivement 3,2 MPa et 0,5MPa pour les éprouvettes moulées 40*40*160 mm^3 des mêmes formulations.

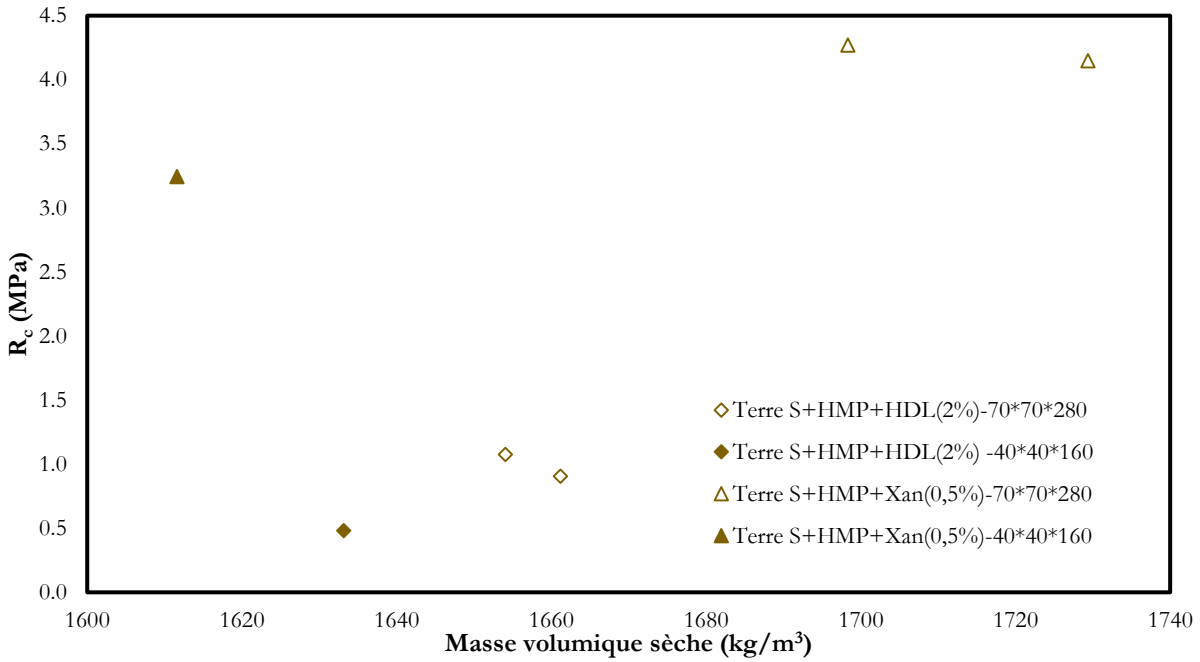


Figure V-35: Résistances à la compression après deux heures d'immersion obtenues selon la taille des éprouvettes testées pour deux formulations données de la terre S

En observant les résultats proposés sur la figure V-36, il semble aussi que ce constat peut être tiré dans le cas d'une immersion de deux heures suivie d'une stabilisation en chambre humide de 48 heures : la taille des éprouvettes étudiées influe sur leur résistance après une immersion d'une période donnée. La figure V-37 illustre les avancées des fronts d'absorption d'eau observés dans les éprouvettes moulées 70*70*280mm³ après immersion, et une large partie du cœur de ces éprouvettes semble alors sèche. Lorsque le matériau passe ensuite 48 h en chambre humide, cette eau s'est répartie dans le matériau ce qui peut expliquer les plus faibles résistances à la compression observables en figure V-36.

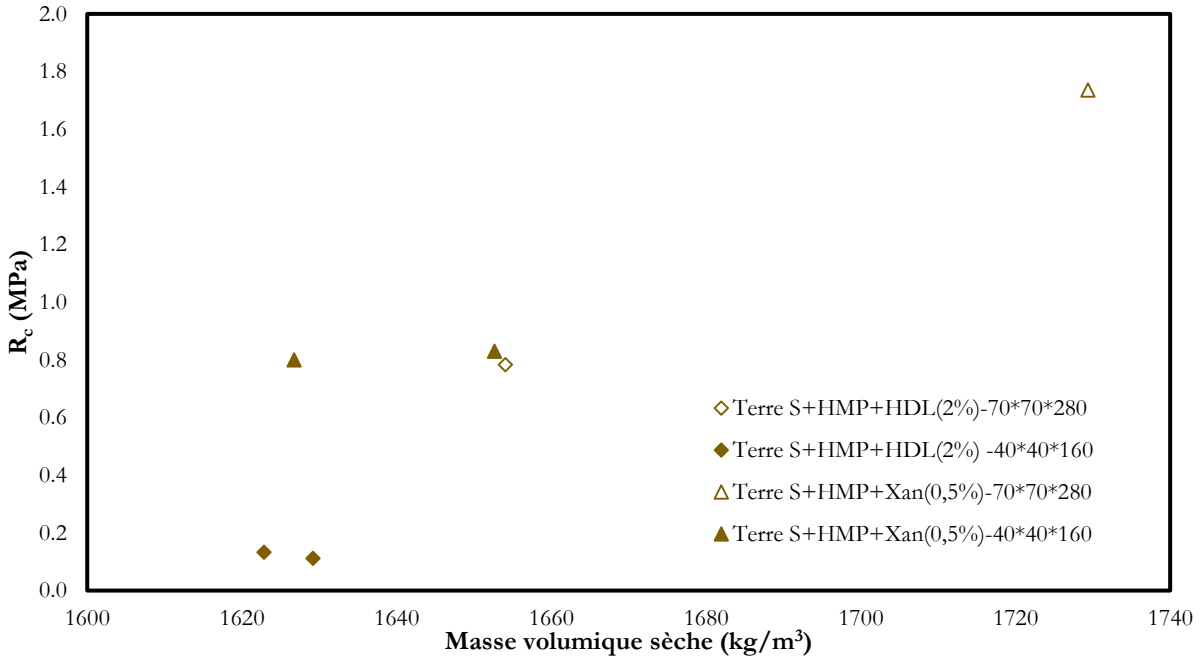
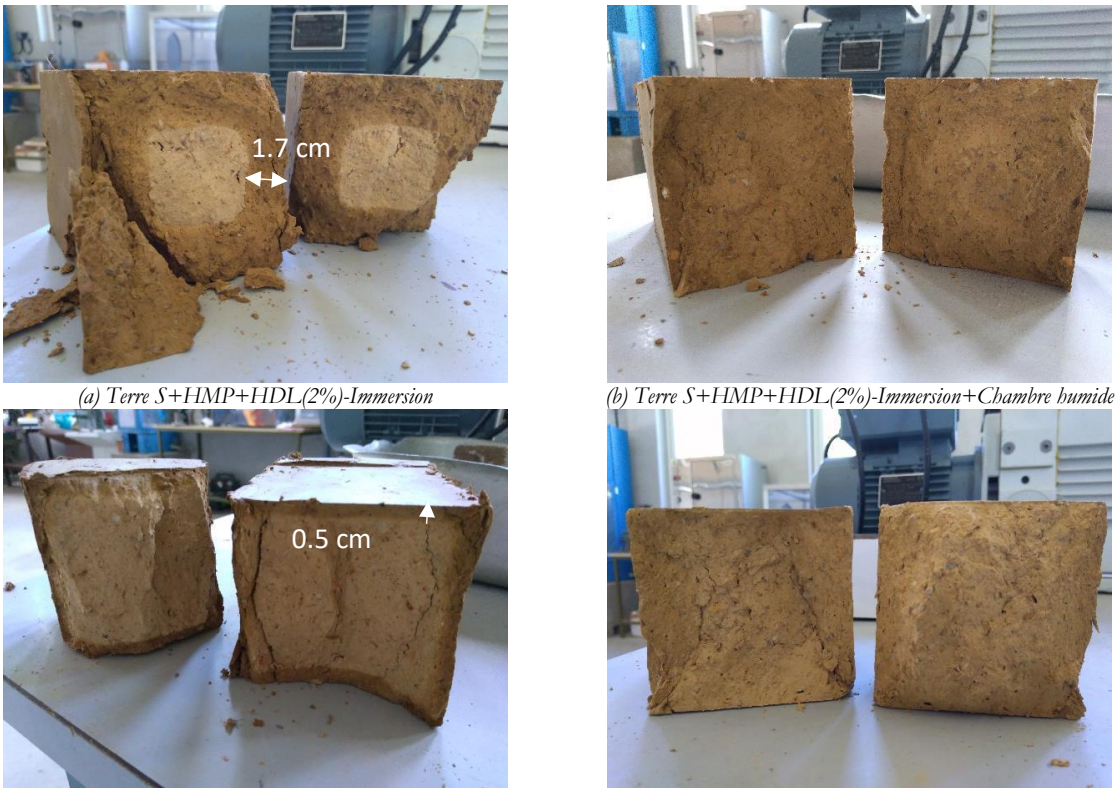


Figure V-36: Résistances à la compression après deux heures d'immersion et 48 heures de stabilisation en chambre humide obtenues selon la taille des éprouvettes testées pour deux formulations données de la terre S



(a) Terre S+HMP+HDL(2%)-Immersion *(b) Terre S+HMP+HDL(2%)-Immersion+Chambre humide*

(c) Terre S+HMP+Xan(0,5%)-Immersion *(d) Terre S+HMP+Xan(0,5%)-Immersion+Chambre humide*

*Figure V-37: Évolutions des fronts d'humidité dans des éprouvettes 70*70*280 mm³ après deux heures d'immersion, avec et sans stabilisation en chambre humide*

Ainsi l'hypothèse de départ semble validée : plus une éprouvette immergée est massive pour une surface d'échange avec l'eau donnée, plus sa résistance après une immersion d'un temps donnée sera élevée. Il semble maintenant intéressant de suivre plus précisément l'évolution de la prise d'humidité dans un échantillon de forme géométrique symétrique et maitrisée, de formulation donnée dont les propriétés d'absorption capillaire sont connues afin de vérifier si la prise d'humidité et de teneur en eau lors d'une immersion est liée à ce paramètre. Si c'était le cas, il serait possible de déterminer une durée d'immersion équivalente pour une demi-éprouvette moulée 40*40*160 mm³.

Suivi de la diffusion d'humidité dans des éprouvettes cubiques 100*100mm³ après immersion

Des éprouvettes cubiques de dimensions 100*100*100 mm³ ont enfin été réalisées pour ces deux formulations Terre S+HMP+HDL(2%) et Terre S+HMP+Xan(0,5%). Deux cubes de chaque formulation ont été fabriqués : un pour être testé en compression après une immersion de deux heures et dont la teneur en eau globale a été déterminée et un autre qui a été scié en deux après immersion de deux heures pour y observer et mesurer précisément l'évolution du front d'humidité tout en mesurant des teneurs en eau locales. Avant ce suivi de diffusion de l'humidité, pour ces deux formulations, les résistances à la compression moyennes obtenues après deux heures d'immersion pour différentes formes d'éprouvettes ont été récapitulées dans le tableau V-9. Le tableau V-9 regroupe aussi les teneurs en eau globales moyennes mesurées sur ces différentes éprouvettes après immersion pour chaque formulation.

Dimensions	**40*40*160**		**70*70*280**		**100*100*100**	
Formulation	*Rc Humide (MPa)*	*Rc Sec (MPa)*	*Rc Humide (MPa)*	*Rc Sec (MPa)*	*Rc Humide (MPa)*	*Rc Sec (MPa)*
Terre S+HMP+HDL (2%)	0,5	7	1	5,9	0,9	-
Terre S+HMP+Xan (0,5%)	3,25	8,3	4,2	8,5	2,5	-
Formulation	*W (%) (Immersion)*		*W (%) (Immersion)*		*W (%) (Immersion)*	
Terre S+HMP+HDL (2%)	14		14,4		12,9	
Terre S+HMP+Xan (0,5%)	8,3		6,6		5,8	

Tableau V-9: Valeurs moyennes de résistances à la compression obtenues à l'état sec et après immersion de 2h pour différentes tailles d'éprouvettes de deux formulations de la terre S – Valeurs moyennes de teneurs en eau obtenues après immersion de 2h pour différentes tailles d'éprouvettes de deux formulations de la terre S

D'abord pour ces cubes, les teneurs en eau atteintes après une immersion de deux heures semblent être les plus faibles et les résistances mécaniques obtenues après immersion semblent assez élevées, bien que plus faibles que celles obtenues pour les éprouvettes 70*70*280. Dans l'ensemble, pour les échantillons plus massifs, les teneurs en eau atteintes après 2 heures d'immersion sont plus faibles et les résistances à la compression obtenues seront ainsi potentiellement plus élevées. Réaliser ces essais sur des briques de dimensions 140*95*295mm³ tel que la norme XP P 13-901 le préconise permettrait de mieux valoriser les effets bénéfiques des ajouts d'huile de lin et de gomme xanthane dans la masse des blocs de terre crue pour en améliorer la résistance après immersion.

À la suite de ces premières observations, afin d'atteindre l'objectif principal de cette dernière étude, l'évolution des fronts d'humidité dans les éprouvettes cubiques formulées à partir de la terre S après deux heures d'immersion a été estimée. Des photos de coupes transversales de ces cubes de formulations différentes après immersion ont ainsi été étudiées et sont présentées en figures V-38 et V-39.

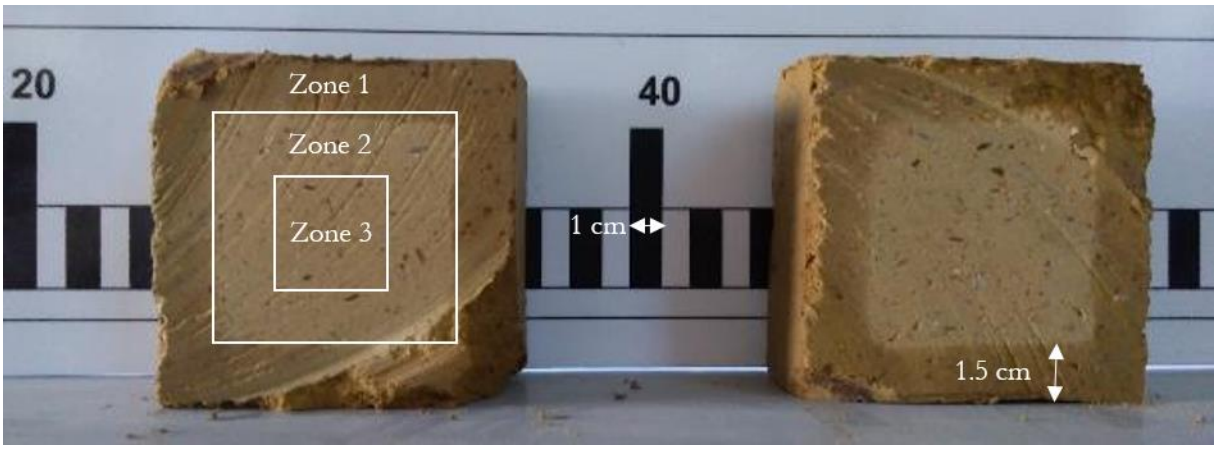


*Figure V-38: Évolution du front d'humidification après deux heures d'immersion dans un cube 100*100*100mm³ de la formulation Terre S+HMP+HDL(2%)*

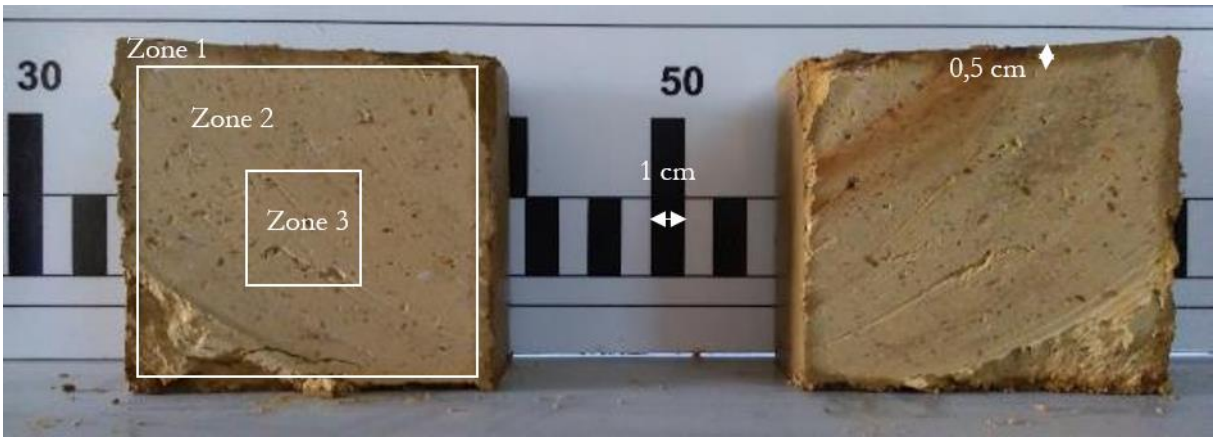


*Figure V-39: Évolution du front d'humidification après deux heures d'immersion dans un cube 100*100*100mm3 de la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%)*

Les limites entre parties humides et parties sèches des échantillons sont assez clairement visibles et peuvent être estimées. La diffusion de l'eau dans les matériaux semble aussi assez uniforme sur toutes leurs faces. Pour la formulation Terre S+HMP+HDL(2%) l'épaisseur mesurée du front d'humidité est de 1,5 cm, alors que pour la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%) cette épaisseur est de 0,5 cm : l'ajout de gomme xanthane semble freiner plus fortement la diffusion d'eau dans le matériau que l'huile de lin, comme la campagne d'essais d'absorption capillaire le suggérait déjà. Pour différentes zones 1, 2 et 3 définies sur les figures V-38 et V-39 des teneurs en eau locales ont été mesurées sur ces échantillons afin d'appréhender l'évolution de la teneur en eau dans ces différents matériaux. Elles sont répertoriées dans le tableau V-10.

Dans les zones 2 et 3, plus le centre de l'éprouvette est proche plus les teneurs en eau sont faibles, et les teneurs en eaux maximales qui y sont mesurées restent très faibles, assez proches des teneurs en eau de ces matériaux lorsqu'ils sont en conditions normales d'utilisation (chapitre concernant les caractéristiques mécaniques des matériaux en service). Ainsi on peut considérer que toute l'eau ayant pénétré dans le matériau lors de l'immersion reste concentrée à chaque fois dans la zone 1, partie humidifiée des éprouvettes. Visuellement déterminée et mesurée.

Cubes 100*100 mm³	**Teneurs en eau locales (W%)**		
Formulation	Zone 1	Zone 2	Zone 3
Terre S+HMP+HDL (2%)	17.2	1.3	0.5
Terre S+HMP+Xan (0,5%	17.7	2.2	0.7

*Tableau V-10: Teneurs en eau locales obtenues sur des cubes 100*100*100 mm³ de deux formulations différentes de la terre S après deux heures d'immersion*

Il est ainsi possible de vérifier les liens qu'il peut y avoir entre les valeurs d'A_{cap}/n déterminées lors des essais d'absorption capillaire précédemment réalisés et la diffusion d'humidité dans ces cubes de dimensions 100*100*100 mm³ après avoir été soumis à deux heures d'immersion. Si par le calcul il est possible de retrouver les épaisseurs de fronts d'humidité observés dans ces cubes (0,5 cm pour la formulation Terre S+HMP+Xan (0,5%) et 1,5 cm pour la formulation Terre S+HMP+HDL (2%)), il serait possible d'estimer les épaisseurs des zones de diffusion d'humidité internes pour d'autres formes d'éprouvettes : demi-éprouvette 40*40*160 mm³, demi-éprouvette 70*70*280 mm³, brique 220*110*55 mm³ ou encore une brique 140*95*295 mm³. Afin de comparer ces différentes géométries d'échantillons étudiées, il a été décidé de rapporter chaque échantillon à un cube de longueur d'arête notée a présentant une surface d'échange avec l'eau équivalente durant l'immersion. Ainsi une demi-éprouvette 40*40*160 mm peut être assimilée à un cube de côté 51,6 mm. Pour chacune de ces éprouvettes il est potentiellement possible d'estimer des épaisseurs de front d'humidité notées f_h, et de déterminer un ratio f_h/a relatif à chaque type d'échantillon obtenu après deux heures d'immersion. Ainsi il serait possible de comparer théoriquement l'humidification de chaque forme d'échantillon après deux heures d'immersion. La figure V-40 représente ainsi l'évolution des ratios f_h/a en fonction de a, la taille d'arrête équivalente des échantillons : f_h a été déterminé théoriquement pour chaque type de formulation à partir des coefficients A_{cap}/n ($g.m^{-2}.s^{-0,5}$) déterminés précédemment et répertoriés dans le tableau V-11, en considérant une absorption d'eau capillaire uniforme lors des deux heures d'immersion, et en considérant que toutes les faces des cubes équivalents interagissaient avec l'eau.

Formulation	Terre S+HMP+HDL(2%)	Terre S+HMP+Xan(0,5%)
A_{cap}/n ($g.m^{-2}.s^{-0,5}$)	175,6	49,6

Tableau V-11: Valeurs d'A_{cap}/n considérées pour les deux formulations de la Terre S

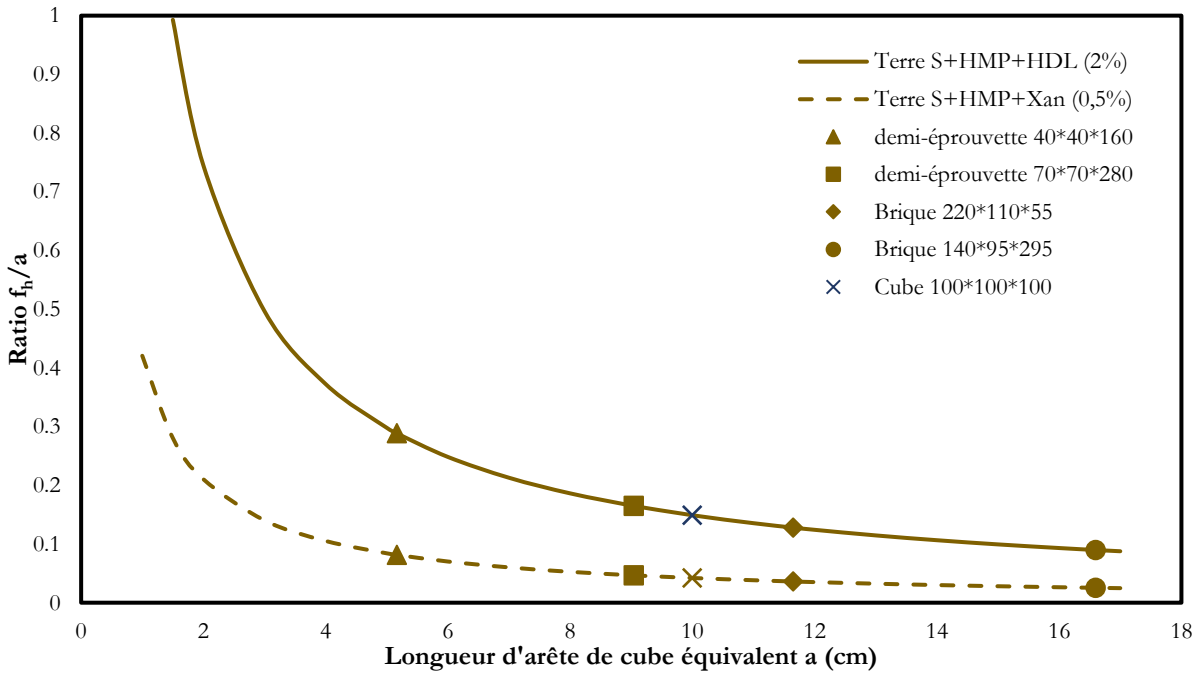


Figure V-40: Évolution théorique du ratio f_h/a en fonction de la taille d'arête de cube équivalent a, pour deux formulations de la terre S, après deux heures d'immersion

Il semble ainsi sur la figure V-40, que théoriquement, une demi-éprouvette 40*40*160 mm³ serait 3 fois plus impactée qu'une brique de dimensions 140*95*295 mm³ testée dans la norme XP P 13-901 après 2 heures d'immersion. Il faut tout de même vérifier expérimentalement que ce calcul théorique uniquement basé sur des valeurs d'A_{cap}/n de formulations données se vérifient bien en réalité. Ainsi les épaisseurs de front d'humidité obtenues expérimentalement sur des cubes 100*100*100mm³ ont été comparées avec ces valeurs théoriques et ces valeurs théoriques semblent similaires. Ces valeurs sont disponibles dans le tableau V-12. Même s'il faudrait multiplier les mesures expérimentales d'A_{cap}/n et d'épaisseurs de fronts d'humidité sur

différentes tailles d'éprouvettes pour ces deux formulations de la terre S, l'estimation théorique semble être assez fidèle à la réalité. Ainsi il est aussi possible de déterminer une durée d'essai d'immersion plus adaptée pour chaque taille d'éprouvette testée pour obtenir une valeur de ratio f_h/a équivalent à celle obtenue pour une brique de dimension 140*95*295 mm³, testée dans le cadre de la norme XP P 13-901, immergée pendant deux heures. La figure V-41 propose ainsi des durées d'immersion adaptées à chaque taille d'éprouvette testée afin de les tester en compression dans les mêmes conditions que dans la norme XP P13-901. Il apparait ainsi que pour des demi-éprouvettes 40*40*160 mm³, moins d'un quart d'heure d'immersion suffirait pour tester les formulations en compression à l'état humide selon les préconisations de la norme XP P 13-901. Ainsi pour les formulations Terre S+HMP+HDL(2%) et Terre S+HMP+Xan (0,5%) présenteraient des valeurs de résistances à la compression humide de 2,5 MPa et 7MPa, valeurs très élevées pour des blocs de terre crue selon les pré-requis de la norme, qui permettraient de justifier le caractère porteur de ces blocs de terre crue ainsi formulés.

Formulation	Terre S+HMP+HDL(2%)	Terre S+HMP+Xan(0,5%)
F_h théorique (cm)	1,5	0,4
F_h expérimentale (cm)	1,5	0,5

*Tableau V-12: Comparaison des épaisseurs de front d'humidité f_h(cm) théoriques et expérimentales obtenues après deux heures d'immersions pour des cubes 100*100*100 mm³ de deux formulations différentes de la Terre S*

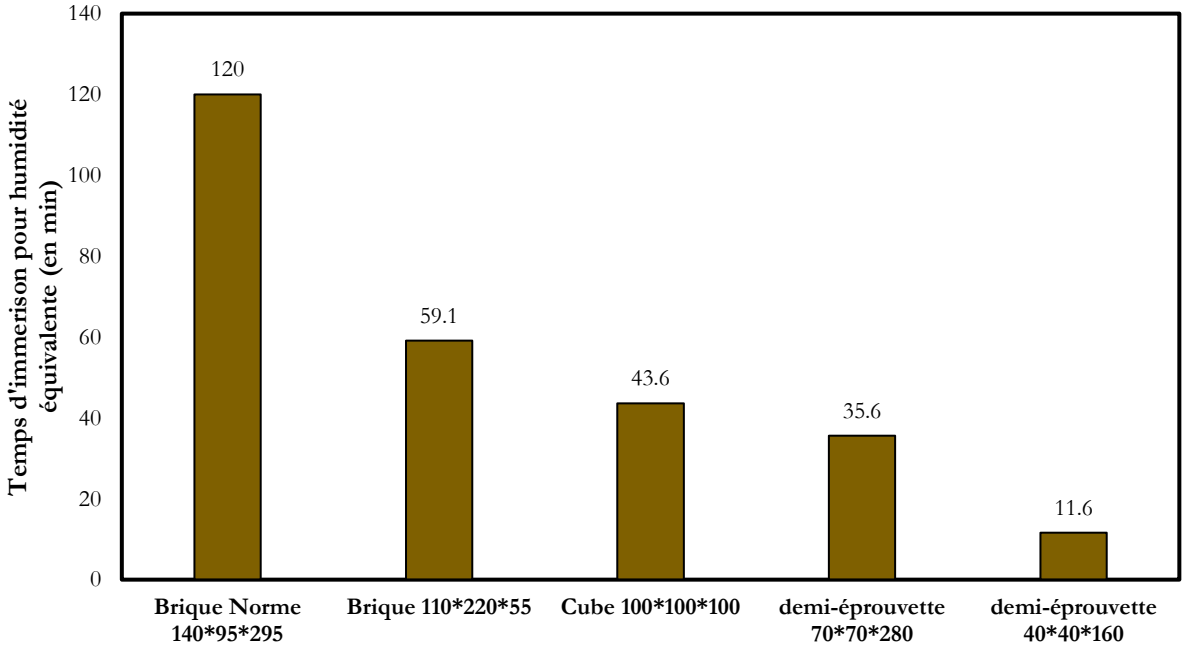


Figure V-41: Temps d'immersion nécessaires pour différentes formes d'échantillons afin de les tester dans les mêmes conditions qu'une brique est testée après immersion de deux heures dans la norme XP P 13-901

6. Conclusions

Lors de ce chapitre certains ajouts bio-sourcés prometteurs comme l'huile de lin ou la gomme xanthane dosés à de faibles quantités (1 à 2% de la masse de terre sèche mise en œuvre au maximum) ont été mis en valeur pour leurs capacités à améliorer considérablement la durabilité à l'eau de blocs de terre crue. En effet il a d'abord été prouvé que ces ajouts permettraient de limiter considérablement l'absorption d'eau capillaire dans leurs pores ce qui pourrait limiter la perte de résistance de ces blocs en services, exposés à des variations d'humidités. Ensuite il a été prouvé que cette limitation de l'absorption capillaire induisait aussi une limitation de l'érosion de ces blocs soumis à des précipitations. Il semblerait aussi que cette protection à l'eau des matériaux à base de terre crue à l'aide de gomme xanthane n'impacterait pas leurs propriétés de perméabilité à la vapeur d'eau. Si les ajouts d'huile de lin en surface ou dans la masse des matériaux semblent impacter légèrement ces propriétés de perméabilité à la vapeur d'eau, ils semblent rester tout de même suffisamment perméables pour prendre place dans un complexe de paroi perspirante. Les mécanismes de protections induits par différentes sortes d'ajouts bio-sourcés ont aussi été appréhendés et des différences ont été notées : l'huile de lin semble protéger le matériau terre crue par ses propriétés hydrophobes alors que la gomme xanthane, qui n'est pas hydrophobe, pourrait former un autre réseau de liaisons hydrogènes qui renforcerait la structure interne des blocs de terre crue. Les études de ces mécanismes potentiels restent à approfondir pour mieux cerner les interactions organo-minérales qui semblent avoir lieu au sein de la microstructure de ces matériaux. Enfin pour ces formulations sélectionnées il semble assez envisageable de développer la fabrication de blocs de terre crue dans des conditions optimisées pour obtenir des blocs de terre crue aux caractéristiques suffisantes et reproductibles pouvant être normés et utilisables en tant que matériaux porteurs. Il parait ainsi envisageable de développer des blocs de terre crue porteurs formulés avec des ajouts bio-sourcés n'étant pas stabilisés à l'aide de liants hydrauliques et répondant à diverses exigences de résistance et de durabilité requises par les normes actuelles du milieu de la construction. Pour atteindre cet objectif, il sera néanmoins obligatoire de multiplier les essais sur ces formulations identifiées afin de mieux appréhender leurs caractéristiques et leurs limites : il semble important de connaitre parfaitement leurs propriétés mécaniques en fonction des variations d'humidité du milieu et leurs caractéristiques de durabilité. Aussi, les ajouts étudiés étant des ajouts organiques, des études complémentaires sur leur durabilité vis-à-vis du développement fongique seront aussi nécessaires à réaliser. Les perspectives pour ces types de stabilisants bio-sourcés paraissent donc intéressantes même si certains points méritent quelques approfondissements.

Conclusions

Ces travaux de thèse s'inscrivent dans une démarche d'innovation autour de la ressource « terre crue » pour la construction portée par le programme ECOMATERRE initié par l'IAUR et l'association Accroterre. L'objectif de ce programme de recherche et développement est, à terme, de développer une filière terre crue en Bretagne avec des objectifs technologiques et scientifiques ambitieux : utiliser la terre crue en tant que matériau porteur, l'utiliser comme liant dans des matériaux isolants (thermique et phonique), se passer de liants hydrauliques (pas de ciment ni de chaux), avoir un impact environnemental le plus faible possible et créer des matériaux standardisés avec des performances reproductibles et garanties. Au sein de ce programme, l'équipe STRUCTERRE était chargée de développer un matériau porteur à base de terre crue locale sans aucun liant hydraulique, avec seulement des ajouts bio-sourcés, de préférence de provenance locale, dans le but de construire des bâtiments en R+3. C'est au sein de cette équipe que ces travaux de thèse ont eu lieu.

Ces travaux de thèse visaient ainsi à comprendre les mécanismes pilotant le comportement du matériau terre crue (résistance mécanique, résistance à l'eau…), en optimisant sa formulation à l'aide de diverses ressources naturelles et/ou en adaptant son mode de mise en œuvre. Ces travaux avaient pour objectif de permettre une maîtrise d'un matériau terre crue, facile à mettre en œuvre et reproductible à l'échelle semi-industrielle à base de terres locales (bassin Rennais/Bretagne). Différentes études ont ainsi été menées pour apporter des éléments de réponse à ces problématiques et les différents résultats significatifs obtenus sont ici récapitulés.

1. Conclusions des travaux

Dans la première partie de ce mémoire, dressant un état de l'art des connaissances actuelles, le potentiel et les principales limites de la construction en terre crue porteuse ont ainsi été soulignés. Si la construction en terre crue et les connaissances empiriques héritées des techniques vernaculaires et scientifiques qui y sont liées présentent des atouts indéniables pour répondre aux enjeux environnementaux de notre époque, certains freins à son développement doivent encore être appréhendés puis levés pour permettre et accompagner la démocratisation de son utilisation. Cette ressource présente d'une part une variabilité de composition considérable, et d'autre part sa sensibilité à l'eau peut être préjudiciable à sa résistance une fois mise en œuvre et soumise à des variations d'humidité.

Pour pallier cette sensibilité, une stabilisation du matériau terre crue est possible par l'ajout de liants hydrauliques. Cependant, la pertinence de cette solution pose question de par son impact environnemental élevé, principalement par les émissions de CO_2 qui y sont associées. Généralement ces liants hydrauliques y sont ajoutés en quantités considérables pour des gains de résistances assez faibles : ainsi le matériau terre crue devient presque un « mauvais béton » plutôt qu'un « matériau terre crue performant ». Aussi, il est compliqué d'assurer efficacement et régulièrement des performances mécaniques suffisantes lors de la réalisation de matériaux à base de terre crue. C'est pourquoi ces dernières années, plusieurs études de la littérature ont cherché à envisager diverses stratégies possibles pour appréhender, optimiser et maitriser les caractéristiques mécaniques des matériaux à base de terre crue à la mise en œuvre et en service.

De la revue de ces travaux variés plusieurs stratégies ont été retenues. En premier lieu, il est apparu que la formulation des terres avec des ajouts dispersants lors de leur mise en œuvre semblait être une manière efficace d'optimiser leurs caractéristiques mécaniques futures, principalement en améliorant leurs densités sèches. Puis, de récents travaux concernant l'optimisation de modes de mise en œuvre originaux comme l'hypercompaction ont été étudiés : ces types de procédés qui restent à développer et à adapter à une fabrication semi-industrielle montrent de solides capacités à améliorer systématiquement les caractéristiques mécaniques à l'état sec de blocs de terre crue. D'autres procédés de mise en œuvre peuvent ainsi être imaginés pour la terre crue en s'inspirant de techniques issues des industries cimentaire ou briquetière, et de la géotechnique routière comme la vibro-compaction ou l'extrusion. Dès lors, une combinaison des deux premières stratégies à la mise en œuvre semblait être très intéressante pour garantir systématiquement les meilleures propriétés mécaniques atteignables par les matériaux de construction formulés à base de terre crue. Enfin, une dernière stratégie inspirée de techniques traditionnelles et ancestrales a été souligné dans

cette première partie de l'étude : la formulation de la terre crue avec des ajouts-bio-sourcés. Dans différentes études, ces ajouts, qui semblent interagir avec les particules d'argile des terres, sont étudiés pour leurs potentiels à agir sur plusieurs paramètres. Selon ces travaux, certains ajouts pourraient jouer le rôle de dispersants pour les argiles, certains sembleraient intéressants pour augmenter les résistances des matériaux à l'état sec et enfin, certains pourraient limiter leur sensibilité à l'eau et ainsi leur assurer des résistances en service suffisantes malgré des variations d'humidité. Cette stratégie de formulation est ainsi apparue comme un bon moyen de s'affranchir de l'utilisation de liants hydrauliques dans la formulation de matériaux porteurs en terre crue. Certains ajouts bio-sourcés évoqués dans différents travaux ne semblaient pas avoir été étudiés de manière approfondie et s'ils semblaient améliorer les résistances de blocs de terre crue à l'état sec, encore peu d'informations étaient disponibles sur leurs capacités à améliorer la résistance à l'eau de la terre crue, ou encore leurs capacités à s'adapter à une variabilité de terres différentes ou à plusieurs modes de mise en œuvre différents. Il semblait ainsi qu'une synergie entre ces différentes stratégies était envisageable : modes de mise en œuvre « novateurs » combinés avec des ajouts bio-sourcés inspirés des pratiques anciennes.

Cette première étude bibliographique a ainsi permis d'envisager un objectif clair pour ces travaux de thèse : parvenir à maitriser la combinaison des toutes ces stratégies d'optimisation des propriétés mécaniques et de durabilités pour différentes terres bretonnes représentatives de la variabilité locale. Ces travaux devaient permettre de développer des solutions de fabrication de blocs de terre crue à une échelle semi-industrielle, porteurs pour des bâtiments de trois étages de manière reproductible, induisant le plus faible impact environnemental possible.

Après cette étude bibliographique, une première campagne expérimentale a été réalisée afin de présenter la méthodologie envisagée pour sélectionner les ressources étudiées dans ces travaux (terres et ajouts bio-sourcés), de caractériser les différentes terres locales sélectionnées K, R et S et de déterminer les dosages optimums des différents ajouts pour chaque terre étudiée. Ainsi, après une brève présentation de la méthodologie envisagée pour sélectionner des terres locales et des ajouts bio-sourcés selon leurs potentiels effets sur les matériaux de construction à base de terre crue, ce chapitre a permis de caractériser assez précisément les trois différentes terres bretonnes retenues. Ces ressources semblaient suffisamment différentes pour représenter fidèlement la variabilité des terres rencontrées localement à l'échelle de la Bretagne : d'une terre kaolinitique à faible potentiel en tant que matériau de construction (la terre K), à une terre à plus fort potentiel, présentant les qualités typiques des terres à bauge du bassin rennais (la terre S). Après cette étape de caractérisation approfondie des ressources, les proportions des différentes formulations terre/ajouts ont été déterminées de façon à optimiser au mieux certaines des caractéristiques des matériaux de construction à base de terre crue (capacité à augmenter les caractéristiques mécaniques du matériau à l'état sec, à le protéger de l'eau en limitant son absorption ou son érosion, à modifier son comportement rhéologique ou parfois même à le rendre résistant à l'érosion). Ces ajouts ou procédés bio-sourcés étaient les suivants : huile de lin ; gomme xanthane, caséine, alginate, tanins de châtaigner, extrait de gland de chêne, vernis à base d'huiles végétales, colle végétale, eaux fermentées de fibres végétales ou encore une méthode de biocalcification. Aussi, certains ajouts à faibles impacts environnementaux modifiant le pH des matériaux à la mise en œuvre ont été sélectionnés : acide citrique, bicarbonate de sodium et carbonate de sodium. Enfin le dosage optimal d'un ajout dispersant, l'hexametaphosphate, non bio-sourcé mais à l'efficacité prouvée sur les particules d'argiles, a été déterminé pour les différentes terres étudiées. Dans tous les cas, ces proportions déterminées de chaque ajout ont été les plus faibles possibles afin de limiter l'impact environnemental des matériaux développés tout en cherchant à optimiser les différentes caractéristiques des matériaux mis en œuvre. Ces études préliminaires ont permis de choisir et de valider au préalable les dosages des différentes formulations de terres qui ont été étudiées au cours de ces travaux de thèse.

La troisième partie des travaux a consisté en une étude du comportement rhéologique des différentes formulations des terres sélectionnées afin d'en optimiser la mise en œuvre à l'aide des différents procédés examinés dans le cadre de cette étude. Cette optimisation des méthodes de mise en œuvre a permis de proposer des moyens de garantir systématiquement les caractéristiques mécaniques les plus élevées possible pour ces matériaux formulés à base de terres bretonnes. Les modes de mise en œuvre sélectionnés dans ces travaux, leurs aspects spécifiques et leurs origines ont d'abord été présentés.

Puis les caractéristiques rhéologiques de chacune des formulations de terres étudiées dans ces travaux ont été évaluées au travers de différents essais caractéristiques. Le caractère dispersant de l'hexametaphosphate a été vérifié sur les trois terres K, R et S à partir d'essais rhéologiques. Pour certains ajouts bio-sourcés (de la famille des tanins), pour l'acide organique (acide citrique) et pour les bases inorganiques (carbonate et bicarbonate de sodium), un potentiel dispersant a aussi été mis en valeur sur les trois terres bretonnes K, R et S malgré une moindre efficacité. Pour la plupart des autres ajouts bio-sourcés testés, c'est plutôt un effet viscosant qui a été observé. Des essais rhéologiques complémentaires ont aussi été menés sur une terre provenant de la région toulousaine, la terre N, dont la fraction argileuse est composée de chlorite, d'illite et de montmorillonite, ne contenant pas de kaolinite, et les résultats obtenus ont mis en valeur l'inefficacité de l'hexametaphosphate pour y jouer le rôle de dispersant. Pour cette terre, un léger effet dispersant des ajouts modificateurs de pH, comme l'acide citrique, a pu être observé. Il est donc apparu que l'efficacité des ajouts dispersants était fonction de la nature minéralogique des argiles présentes dans le matériau terre. (

Ensuite les modes d'action de ces ajouts dispersants à différentes échelles, notamment sur la microstructure des matériaux à base de terre crue, ont été appréhendés de différentes manières. D'abord pour la terre K, il est apparu que lorsqu'elle était formulée avec de l'hexametaphosphate, à une masse volumique sèche donnée, sa résistance à la compression était plus élevée que lorsqu'elle était mise en œuvre sans ajout. L'ajout de dispersant à la formulation d'un matériau à base de terre crue pourrait induire une réorganisation de sa microstructure qui améliorerait ses résistances mécaniques à une masse volumique sèche donnée. Quelques mesures de la perméabilité intrinsèque de ces 2 formulations de la terre K à différentes masses volumiques sèches ont aussi semblé témoigner de ce phénomène : les échantillons formulés avec de l'hexametaphosphate sont moins perméable au gaz à une masse volumique sèche donnée, ce qui pourrait confirmer l'hypothèse selon laquelle les dispersants réarrangeraient la microstructure des matériaux à base de terre crue. Aussi des courbes de rétention ont été tracées pour la terre K formulée avec différents dosages d'hexametaphosphate, mais malgré quelques valeurs de succion légèrement plus élevées dans certaines gammes de teneur en eau pour le plus grand dosage en hexametaphosphate, la dispersion des valeurs n'a pas permis de conclure définitivement à un effet des dispersants sur l'évolution des forces de succion internes aux matériaux à base de terre crue, ce qui auraient pu être un autre indice de la meilleure répartition des argiles au sein du matériau. Des observations au MEB de différentes formulations de la terre K ont aussi semblé mettre en valeur le fait que l'hexametaphosphate, et des dispersants en général, induisaient un potentiel réarrangement de la microstructure des matériaux en répartissant uniformément les argiles à la surface des autres grains de la terre. Enfin un lien a aussi pu être confirmé entre évolution du pH des terres et dispersion des particules fines des terres. Toutes ces mesures ont quand même semblé renforcer l'hypothèse selon laquelle l'ajout de dispersants au sein d'un matériau à base de terre crue induirait une réorganisation dans sa microstructure : ce changement dans la microstructure du matériau permettrait d'en augmenter la cohésion, et donc la résistance, à une densité donnée.

Finalement toutes ces études sur les comportements rhéologiques des formulations de terre à leur mise en œuvre peuvent permettre de mieux adapter leurs consistances à chacun des modes de mise en œuvre étudiés et permettent de mieux appréhender les adéquations qui existent entre procédés et types de terre. Pour tous les types d'ajouts et toutes les terres étudiées dans ces travaux de thèse, il a ainsi été possible d'appréhender le choix des teneurs en eau optimales des matériaux lors de leur mise en œuvre pour un procédé donné, afin de leur assurer systématiquement les meilleures caractéristiques mécaniques à l'état sec.

Cette troisième partie de l'étude s'est donc focalisée sur la compréhension des effets des ajouts étudiés sur la rhéologie des différentes terres lorsqu'elles sont mises en œuvre. Ces essais ont permis de différencier par différents moyens deux grandes familles d'ajouts : les dispersants, qui permettent de limiter la teneur en eau d'une terre donnée pour qu'elle présente un comportement rhéologique donné, et les viscosants qui augmentent cette teneur en eau à iso-consistance. Les comportements des dispersants étant particulièrement intéressants, il a été observé que pour certains types de terres, leur effet était nul ou très limité. Enfin, cette étude rhéologique a permis de définir, pour chaque terre et chacune de ses formulations, des teneurs en eau optimales à la mise en œuvre pour obtenir la consistance idéale du matériau afin que ses caractéristiques mécaniques à l'état sec soient les meilleures possibles.

La quatrième partie de ces travaux de thèse a traité du suivi des caractéristiques mécaniques des matériaux mis en œuvre selon les différentes stratégies adoptées. Cette étude a ainsi permis d'identifier des compatibilités entre modes de mise en œuvre, type de terre et type d'ajouts bio-sourcés permettant de faire en sorte que les matériaux formulés à base de terre crue étudiés dans le cadre de cette thèse puissent présenter systématiquement les meilleures caractéristiques mécaniques possible (masse volumique sèche, résistance à la compression, et module d'élasticité) dans le but de leur utilisation en tant que matériaux porteurs dans la construction contemporaine. Il est apparu à plusieurs reprises que la vibro-compaction est un moyen de mise en œuvre tout à fait adapté pour assurer systématiquement des masses volumiques sèches très importantes et cela pour tous les types de formulations étudiés. Pour les terres assez argileuses et fines comme la terre S, formulées avec certains ajouts, comme la gomme xanthane, l'extrusion a aussi semblé être une bonne méthode de mise en œuvre menant à des caractéristiques mécaniques très élevées. Il est aussi apparu que le mode de mise en œuvre par vibro-compaction n'était pas forcément optimal pour certaines formulations, comme les terres formulées avec de la gomme xanthane. De la même manière, l'extrusion n'a pas semblé très adaptée avec des formulations de terres avec de l'huile de lin. Des études de compactibilité et du comportement tribologique plus poussées sur les comportements de différentes terres formulées de manières différentes pourraient être intéressantes afin de mieux comprendre leurs comportements vis-à-vis de l'extrusion et de la compaction. De manière générale, pour chaque terre, au moins une stratégie a été identifiée en combinant formulation (avec huile de lin, gomme xanthane ou encore d'autres ajouts) et mode de mise en œuvre (vibro-compaction généralement et extrusion parfois) pour qu'un bloc de terre crue fabriqué présente des résistances à la compression à l'état sec significativement supérieures à 4 MPa, diminuant moins rapidement avec la prise d'humidité. Car les évolutions des résistances de différentes formulations des terres K et S soumises à des variations importantes d'humidité et des cycles d'humidification/séchage ont été suivies, et il est apparu que deux types d'ajouts semblaient jouer un rôle non négligeable sur ces propriétés : la gomme xanthane qui limitait la perte de résistance mécanique malgré la prise d'humidité des matériaux et l'huile de lin qui limitait la vitesse de prise d'humidité des matériaux et limitait ainsi leur perte de résistance lorsqu'ils étaient soumis à des variations d'humidité.

Cette partie de l'étude a donc souligné le fait que ces stratégies combinées pouvaient ainsi permettre de mettre en œuvre facilement des blocs porteurs en terre crue bretonne présentant des caractéristiques mécaniques maitrisées à l'état initial et cela malgré la large variabilité des ressources étudiées. L'évolution de ces caractéristiques en service a été appréhendée et certaines des stratégies de formulation se sont ainsi démarquées.

Enfin, une dernière partie de l'étude s'est focalisée sur la durabilité à l'eau des différentes formulations des terres K, R et S étudiées dans ces travaux. Ces travaux ont d'abord porté sur les propriétés d'absorption capillaires des différentes formulations étudiées. Certains ajouts testés, comme la gomme xanthane, l'huile de lin et les protections de surface à l'aide de vernis à base d'huile végétale ou d'huile de lin, ont permis de limiter considérablement l'absorption d'eau capillaire dans les pores des matériaux formulés à base des trois terres K, R et S ce qui pourrait limiter la perte de résistance de ces blocs en service, exposés à des variations d'humidités. D'autres ajouts, comme la caséine par exemple, induisent aussi une légère diminution de ces paramètres d'absorption capillaire. Ensuite une seconde campagne expérimentale s'est focalisée sur l'appréciation des résistances à l'érosion de ces formulations des trois terres bretonnes : il est apparu que cette limitation de l'absorption capillaire limite le phénomène de l'érosion de ces blocs soumis à des précipitations. Ce phénomène d'érosion et son évolution ont été étudiés précisément et certains paramètres de suivis de l'essai développé dans cette thèse ont été affinés ou proposés. Lors d'une troisième campagne d'essais portant sur la terre S (la plus sensible aux effets de l'eau) formulée avec certains des ajouts les plus prometteurs (huile de lin et gomme xanthane) pour protéger les matériaux à base de terre crue des effets néfastes de l'eau, l'évolution de leur perméabilité à la vapeur a été suivie. Il est apparu que la protection à l'eau des matériaux à base de terre crue à l'aide de gomme xanthane n'impactait pas leurs propriétés de perméabilité à la vapeur d'eau. Si les ajouts d'huile de lin en surface ou dans la masse des matériaux ont semblé impacter légèrement ces propriétés de perméabilité à la vapeur d'eau, ils semblaient quand même suffisamment perméables pour prendre place dans un complexe de paroi perspirante. Les mécanismes de protections induits par différentes sortes d'ajouts bio-sourcés ont aussi été appréhendés et des différences

ont été notées : l'huile de lin a ainsi semblé protéger le matériau terre crue par ses propriétés hydrophobes alors que la gomme xanthane, qui n'est pas hydrophobe, pourrait former un autre réseau de liaisons hydrogènes qui renforcerait la structure interne des blocs de terre crue. Cependant ces études restaient à approfondir pour mieux cerner les interactions organo-minérales qui semblent se créer au sein de la microstructure de ces matériaux. Enfin, pour les formulations qui semblaient les plus prometteuses, des essais de compression après une immersion prolongée ont été réalisés afin d'ouvrir et de justifier leur potentielle utilisation en tant que matériau de construction porteur. Des limites aux normes expérimentales actuelles concernant les blocs de terre crue comprimée ont pu être mises en évidence. De même, l'efficacité d'ajouts comme l'huile de lin ou la gomme xanthane pour stabiliser des blocs de terre crue et leur conférer des résistances satisfaisantes après des périodes d'immersion prolongée a été soulignée. Cette étude ouvre donc la voie à une possible démocratisation de ces stratégies pour développer la construction terre crue en Bretagne.

2. Perspectives de recherche

De ces travaux de thèse, plusieurs résultats significatifs ont été obtenus et permettent d'envisager un possible développement de la fabrication de blocs de terre crue porteurs pour des bâtiments de 3 étages à une échelle semi-industrielle en Bretagne. Cependant les différentes campagnes réalisées lors de cette thèse ont mis en valeur quelques inconnues, se sont heurtées à de nouvelles problématiques et surtout ouvert de nouvelles perspectives de recherche autour des techniques de développement de la construction terre crue.

D'abord dans le chapitre concernant la compréhension des comportements rhéologiques des différentes formulations de terres étudiées les limités d'efficacité des techniques de dispersion des argiles ont été mises en valeur. Ainsi, pour certains types de terres contenant des argiles gonflantes et ne contenant pas de kaolinite, les ajouts dispersants identifiés n'étaient pas ou peu efficaces. Des études plus approfondies concernant ces types de terres seraient intéressantes à développer. Elles pourraient porter sur des possibles combinaisons d'ajouts déjà testés (changement de pH et utilisation d'hexametaphosphate combinée par exemple), l'utilisation de surfactants ou encore l'utilisation d'inhibiteurs de gonflement sur certaines argiles gonflantes, empêchant les ajouts dispersants de se fixer sur la surface d'échange interne de ces types d'argiles.

Aussi lors de cette partie, il est apparu que l'extrusion de certains types de terres plus grossières était assez compliquée à réaliser car elles présentaient un comportement plus frottant. Cependant lors d'autres études la gomme xanthane semble avoir un rôle lubrifiant qui facilite l'extrusion du matériau. Une analyse plus approfondie sur l'extrusion des trois terres étudiées dans cette thèse est ainsi envisageable. Des essais de cisaillement directs sur ces terres à différentes teneurs en eau et formulées avec des viscosants comme l'huile de lin ou la gomme xanthane et des dispersants comme l'hexametaphosphate sont envisageables pour évaluer l'évolution des caractéristiques de frottement interne de ces matériaux en fonction de leurs formulations. Aussi des études fines de la tribologie de ces différentes formulations de terres (via un tribomètre ou une extrudeuse capillaire) pourrait permettre de bien décrire le comportement de frottement des matériaux terre à l'interface sol/extrudeuse et ainsi de déterminer des stratégies efficaces pour extruder efficacement un plus large panel de terres différentes.

Enfin, lors de ce troisième chapitre, les impacts des dispersants sur les matériaux à différentes échelles ont été appréhendés. Certaines études seraient à approfondir, comme par exemple un suivi de l'évolution des perméabilités au gaz d'une terre donnée mise en œuvre avec ou sans dispersants en fonction de sa densité, qui pourrait mettre en valeur l'effet des dispersants sur la microstructure des matériaux mis en œuvre. Aussi d'autres courbes de rétentions, présentant moins de dispersion des résultats seraient intéressantes à réaliser pour obtenir d'autres indices concernant ce potentiel réarrangement de la microstructure des terres combinées avec des ajouts dispersants. Enfin, un plus grand nombre d'observations au MEB pourrait illustrer plus précisément ces effets.

Dans le quatrième chapitre qui concernait l'étude des caractéristiques mécaniques des matériaux formulés en service, de nombreux résultats significatifs ont été obtenus et les évolutions des résistances à la compression de plusieurs formulations de terres avec de l'huile de lin ou de la gomme xanthane soumises à des variations d'humidité se sont avérées plutôt prometteuses. Néanmoins certains essais pourraient encore

être intéressant à réaliser comme le suivi des caractéristiques mécaniques de ces matériaux soumis à des variations d'humidité sous un chargement, qui permettrait d'appréhender le fluage en service de ces types de matériaux. Aussi, il est important de noter que tous ces essais ont été réalisés sur des échantillons de petites tailles et d'élancement 1, il sera maintenant important de réaliser ces types d'essais sur des échantillons à taille réelle, pour mieux appréhender l'efficacité réelle des formulations et des procédés développés lors de ces trois années de travaux. Finalement l'efficacité de ces stratégies au regard des performances mécaniques des blocs fabriqués reste à prouver à plus grande échelle et la maitrise des procédés de vibro-compaction ou d'extrusion parait importante à étudier à plus grande échelle, sur des blocs de plus grande taille.

Enfin, lors du dernier chapitre, la durabilité des matériaux a été étudiée et certaines de leurs performances hygrothermiques ont été appréhendées. À la fin de ce chapitre, des liens entre paramètres d'absorption d'eau, évolution de la teneur en eau des matériaux développés, évolutions de leurs caractéristiques mécaniques et durée d'immersion des blocs ont été évoqués, et de plus amples études seraient intéressantes à ce propos liant expérimental et modélisation. Aussi, si les effets de l'huile de lin et de la gomme xanthane sur la perméabilité à la vapeur d'eau des matériaux ne semblent pas trop importants, d'autres essais de caractérisation hygrothermique seraient intéressants à réaliser comme la détermination de valeurs de MBV (moisture buffer value). Aussi, il y a encore peu de recul sur le potentiel de certains ajouts, comme l'huile de lin et la gomme xanthane, et des études au regard de leur durabilité fongique semblent importantes à réaliser. Certains points restent aussi à lever concernant l'efficacité de la gomme xanthane, car comme elle réagit avec l'eau pour créer un gel protecteur au sein du matériau, il est probable qu'une teneur en eau minimale soit requise à la mise en œuvre pour sa bonne « prise ». Dans le cas contraire, pour des matériaux formulés avec la gomme xanthane compactés ou vibro-compactés à trop faibles teneurs en eau par exemple, on peut craindre un effet sur la durabilité du matériau vis-à-vis de l'eau. Des études sont donc envisagées pour appréhender cet aspect.

Plus globalement, du travail reste à entreprendre pour assurer le passage du matériau à la structure (techniques d'assemblages des blocs en maçonnerie, résistances au contreventement, résistance sismique et principe de renforts structurels) et un travail en lien avec spécialistes de la structure doit être entrepris pour aboutir à des techniques constructives sures et efficientes.

En outre, l'impact des ajouts bio-sourcés et des procédés de mise en œuvre plus efficaces, mais aussi plus énergivores, sur l'analyse du cycle de vie serait à réaliser pour valider la pertinence de ces choix vis-à-vis de la soutenabilité environnementale.

Bibliographie

1. Dube OP, Allen MR, Solecki W, Aragón-Durand F, Cramer W, Humphreys S, Kainuma M, Kala J, Mahowald N, Mulugetta Y, Perez R, Wairiu M, Zickfeld K (2018) Framing and Context In: Global Warming of 1.5°C. An IPCC Special Report on the impacts of global warming of 1.5°C above pre-industrial levels and related global greenhouse gas emission pathways, in the context of strengthening the global response to the threat of climate change, sustainable development, and efforts to eradicate poverty. GIEC (Groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat)

2. Masson-Delmotte V, Zhai P, Pörtner HO, Roberts D, Skea J, Shukla PR, Pirani A, Moufouma-Okia W, Péan C, Pidcock R, Connors S, Matthews JBR, Chen Y, Zhou X, Gomis MI, Lonnoy E, Maycock T, Tignor M, Waterfield T (2018) GIEC, 2018 : Résumé à l'intention des décideurs, Réchauffement planétaire de 1,5 °C, Rapport spécial du GIEC sur les conséquences d'un réchauffement planétaire de 1,5 °C par rapport aux niveaux préindustriels et les trajectoires associées d'émissions mondiales de gaz à effet de serre, dans le contexte du renforcement de la parade mondiale au changement climatique, du développement durable et de la lutte contre la pauvreté. Organisation météorologique mondiale, Genève, Suisse

3. Krausmann F, Gingrich S, Eisenmenger N, Erb K-H, Haberl H, Fischer-Kowalski M (2009) Growth in global materials use, GDP and population during the 20th century. Ecological Economics 68:2696–2705 . https://doi.org/10.1016/j.ecolecon.2009.05.007

4. United Nations, Department of Economic and Social Affairs, Population Division (2019) World population prospects Highlights, 2019. New-York

5. ADEME (2017) Déchets Chiffres Clés. ADEME, Angers

6. ADEME (2013) Bâtiment Chiffres Clés. ADEME, Nice

7. GABC-2018 Global status report (2018) Towards a zero-emission, efficient and resilient buildings and construction sector. Global Alliance for Buildings and Construction (GABC).

8. PLAN DE RÉNOVATION ÉNERGÉTIQUE DES BÂTIMENTS. https://www.cohesion-territoires.gouv.fr/plan-de-renovation-energetique-des-batiments. Accessed 30 Sep 2020

9. La RT 2020. http://www.rt-2020.com/. Accessed 30 Sep 2020

10. Morel JC, Mesbah A, Oggero M, Walker P (2001) Building houses with local materials: means to drastically reduce the environmental impact of construction. Building and Environment 36:1119–1126 . https://doi.org/10.1016/S0360-1323(00)00054-8

11. Barcelo L, Kline J, Walenta G, Gartner E (2014) Cement and carbon emissions. Mater Struct 47:1055–1065 . https://doi.org/10.1617/s11527-013-0114-5

12. Scrivener KL, John VM, Gartner EM (2018) Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO2 cement-based materials industry. Cement and Concrete Research 114:2–26 . https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.03.015

13. Melià P (2014) Environmental impacts of natural and conventional building materials: a case study on earth plasters. Journal of Cleaner Production 8

14. (2014) Sand, rarer than one thinks. Environmental Development 11:208–218 . https://doi.org/10.1016/j.envdev.2014.04.001

15. Ioannidou D, Meylan G, Sonnemann G, Habert G (2017) Is gravel becoming scarce? Evaluating the local criticality of construction aggregates. Resources, Conservation and Recycling 126:25–33 . https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.07.016

16. Floissac L, Marcom A, Colas A-S, Bui Q-B, Morel J-C (2009) How to assess the sustainability of building construction …. p 18

17. Ajayi SO, Oyedele LO (2017) Policy imperatives for diverting construction waste from landfill: Experts' recommendations for UK policy expansion. Journal of Cleaner Production 147:57–65 . https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.01.075

18. Llatas C (2011) A model for quantifying construction waste in projects according to the European waste list. Waste Management 31:1261–1276 . https://doi.org/10.1016/j.wasman.2011.01.023

19. Dahlbo H, Bachér J, Lähtinen K, Jouttijärvi T, Suoheimo P, Mattila T, Sironen S, Myllymaa T, Saramäki K (2015) Construction and demolition waste management – a holistic evaluation of environmental performance. Journal of Cleaner Production 107:333–341 . https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.02.073

20. (2018) Guide des bonnes pratiques de la construction en terre crue

21. Houben H, Guillaud H, CRAterre (2006) Traité de construction en terre. Parenthèses

22. IAUR R&D ECOMATERRE. http://www.iaur.fr/recherche/ami-terre-crue-rd-ecomaterre/. Accessed 30 Sep 2020

23. AFNOR (2017) XP P 13-901 - Blocs de terre comprimée pour murs et cloisons. AFNOR

24. Fontaine L, Anger R, Doat P, Houben H, Van Damme H, Piano R (2009) Bâtir en terre: du grain de sable à l'architecture. Belin : Cité des sciences et de l'industrie, Paris, France

25. Anger R (2011) Approche granulaire et colloïdale du matériau terre pour la construction. Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Lyon

26. Minke G (2006) Building with Earth: Design and Technology of a Sustainable Architecture, Birkhäuser-Publishers for Architecture. Basel · Berlin · Boston

27. Torchis : fabrication, pose et vente pour rénovation Normandie. In: Construction d'antan. https://www.constructions-dantan.fr/fabrication-torchis/. Accessed 2 Jul 2020

28. Hamard E (2017) Rediscovering of vernacular adaptative construction strategies for sustainable modern building: application to cob and rammed earth. Université de Lyon

29. Atelier ALP | Construire des murs en terre : la technique de la bauge coffrée. https://www.atelier-alp.bzh/actualites/construire-des-murs-en-terre-la-technique-de-la-bauge-coffree/. Accessed 2 Jul 2020

30. Phung TA Formulation et caractérisation d'un composite terre-fibres végétales : la bauge. Université de Caen Normandie

31. Projekte: Projekte - PICHLER Ingenieure GmbH. https://www.pichleringenieure.com/Projekte/Chronologisch/Kapelle-der-Versoehnung.html. Accessed 2 Jul 2020

32. Van Damme H, Houben H (2018) Earth concrete. Stabilization revisited. Cement and Concrete Research 114:90–102 . https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.035

33. Les matériaux. In: Cycle Terre. https://www.cycle-terre.eu/mise-en-oeuvre/les-materiaux/. Accessed 2 Jul 2020

34. Keefe L (2005) Earth Building: Methods and Materials, Repair and Conservation, Routledge. Routledge

35. Vinceslas T (2019) Caractérisation d'éco-matériaux Terre-Chanvre en prenant en compte la variabilité des ressources disponibles localement. Université Bretagne Sud Lorient

36. Projection de terre-chanvre. In: Ecopertica. https://www.ecopertica.com/mise-en-oeuvre/terre-chanvre/. Accessed 2 Jul 2020

37. Technique moderne et ecologique de construction en terre crue. http://www.construction-pise.fr/Mise-en-oeuvre-prefabriquee. Accessed 2 Jul 2020

38. Gnanli Landrou, Ouellet-Plamondon, Brumaud, Coralie, Habert (2014) Development of a Self-Compacted Clay based Concrete, rheological, mechanical and environmental investigations. https://doi.org/10.13140/2.1.1054.2401

39. Landrou G (2018) Developement of Self-Compacting Clay Concrete. ETH Zurich

40. Perrot A, Rangeard D, Courteille E (2018) 3D printing of earth-based materials: Processing aspects. Construction and Building Materials 172:670–676 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.017

41. Cointeraux F (1790) Ecole d'architecture rurale, ou Leçons par lesquelles on apprendra soi-même à bâtir solidement les maisons de plusieurs étages avec la terre seule, ou autres matériaux les plus communs et du plus vil prix. Constructions économiques pour les campagnes, ou Batimens incombustibles. Paris, France

42. Baridon L, Garric J-P, Richaud G (2016) Les leçons de la terre - François Cointeraux (1740-1830) professeur d'architecture rurale, EDITIONS DES CENDRES

43. Azeredo G, Morel J-C, Lamarque C-H (2008) Applicability of rheometers to characterizing earth mortar behavior. Part I: experimental device and validation. Mater Struct 41:1465–1472 . https://doi.org/10.1617/s11527-007-9343-9

44. Bui Q-B, Morel J-C, Hans S, Meunier N (2009) Compression behaviour of non-industrial materials in civil engineering by three scale experiments: the case of rammed earth. Mater Struct 42:1101–1116 . https://doi.org/10.1617/s11527-008-9446-y

45. Aubert JE, Maillard P, Morel JC, Al Rafii M (2016) Towards a simple compressive strength test for earth bricks? Mater Struct 49:1641–1654 . https://doi.org/10.1617/s11527-015-0601-y

46. Moevus M, Jorand Y, Olagnon C, Maximilien S, Anger R, Fontaine L, Arnaud L (2016) Earthen construction: an increase of the mechanical strength by optimizing the dispersion of the binder phase. Mater Struct 49:1555–1568 . https://doi.org/10.1617/s11527-015-0595-5

47. Pacheco-Torgal F, Jalali S (2012) Earth construction: Lessons from the past for future eco-efficient construction. Construction and Building Materials 29:512–519 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.10.054

48. Arrigoni A, Beckett C, Ciancio D, Dotelli G (2017) Life cycle analysis of environmental impact vs. durability of stabilised rammed earth. Construction and Building Materials 142:128–136 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.066

49. Leylavergne E La filière terre crue en France - enjeux, freins et perspectives. 12

50. Soudani L, Fabbri A, Morel J-C, Woloszyn M, Chabriac P-A, Wong H, Grillet A-C (2016) Assessment of the validity of some common assumptions in hygrothermal modeling of earth based materials. Energy and Buildings 116:498–511 . https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2016.01.025

51. Liuzzi S, Hall MR, Stefanizzi P, Casey SP (2013) Hygrothermal behaviour and relative humidity buffering of unfired and hydrated lime-stabilised clay composites in a Mediterranean climate. Building and Environment 61:82–92 . https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2012.12.006

52. McGregor F, Heath A, Maskell D, Fabbri A, Morel J-C (2016) A review on the buffering capacity of earth building materials. Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Construction Materials 169:241–251 . https://doi.org/10.1680/jcoma.15.00035

53. Hall M, Allinson D (2009) Analysis of the hygrothermal functional properties of stabilised rammed earth materials. Building and Environment 44:1935–1942 . https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2009.01.007

54. Allinson D, Hall M (2010) Hygrothermal analysis of a stabilised rammed earth test building in the UK. Energy and Buildings 42:845–852 . https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2009.12.005

55. McGregor F, Heath A, Fodde E, Shea A (2014) Conditions affecting the moisture buffering measurement performed on compressed earth blocks. Building and Environment 75:11–18 . https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2014.01.009

56. Colinart T, Vinceslas T, Lenormand H, Menibus AHD, Hamard E, Lecompte T (2020) Hygrothermal properties of light-earth building materials. Journal of Building Engineering 29:101134 . https://doi.org/10.1016/j.jobe.2019.101134

57. Dabard MP (1990) Lower Brioverian formations (Upper Proterozoic) of the Armorican Massif (France): geodynamic evolution of source areas revealed by sandstone petrography and geochemistry. Sedimentary Geology 69:45–58 . https://doi.org/10.1016/0037-0738(90)90100-8

58. Le Cor T (2014) Etude du comportement mécanique des terrains anisotropes lors de travaux de génie civil. Génie civil, INSA de Rennes

59. Guihéneuf S, Rangeard D, Merrien-Soukatchoff V, Dabard P (2018) Characterization of shear behavior of discontinuities of Brioverian schist. In: Geomechanics and Geodynamics of Rock Masses contains contributions presented at EUROCK 2018. Saint Petersburg, Russia, p 6

60. Magnan J-P (1997) Description, identification et classification des sols. Techniques de l'Ingénieur 21

61. Briaud J-L (2013) Geotechnical Engineering: Unsaturated and Saturated Soils, John Wiley&Sons

62. (2000) Guide des Terrassements Routiers Fascicule I. Réalisation des remblais et des couches de formes. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), Paris

63. Van Olphen H (1977) An introduction to clay colloid chemistry: for clay technologists, geologists, and soil scientists. Wiley, New York (N.Y.), Etats-Unis d'Amérique

64. Beckett CTS (2011) The Role of Material Structure in Compacted Earthen Building Materials: Implications for Design and Construction. Durham University

65. Gelard D (2005) Identification et caractérisation de la cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation. INPG, Institut National Polytechnique de Grenoble

66. Jaquin PA (2008) Analysis of historic rammed earth construction. Durham University

67. Van Damme H (2013) La terre, un béton d'argile. Pour la Science 8

68. Bergaya F, Lagaly G (2006) Chapter 1 General Introduction: Clays, Clay Minerals, and Clay Science. In: Developments in Clay Science. Elsevier, pp 1–18

69. Brigatti MF, Galan E, Theng BKG (2006) Chapter 2 Structures and Mineralogy of Clay Minerals. In: Developments in Clay Science. Elsevier, pp 19–86

70. Huggett JM (2015) Clay Minerals☆. In: Reference Module in Earth Systems and Environmental Sciences. Elsevier, p B9780124095489096000

71. Murray HH (2006) Applied Clay Mineralogy - Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays. Elsevier

72. Gelard D, Fontaine L, Anger R, Abdelhaye YOM, Laurent J-P, Olagnon C (2008) Le rôle de l'eau dans la cohésion et l'adhésion du matériau terre : Une question d'équilibre. p 6

73. Bergaya F, Lagaly G, Vayer M (2006) Chapter 12.10 Cation and Anion Exchange. In: Developments in Clay Science. Elsevier, pp 979–1001

74. Jaquin PA, Augarde CE, Gallipoli D, Toll DG (2009) The strength of unstabilised rammed earth materials. Géotechnique 59:487–490 . https://doi.org/10.1680/geot.2007.00129

75. Olivier M (1994) Le matériau terre, compactage, comportement, application aux structures en blocs de terre. INSA Lyon

76. Murray RS, Quirk JP (1990) Surface area of clays. Langmuir 6:122–124 . https://doi.org/10.1021/la00091a018

77. Diamond S (1956) Surface Areas of Clay Minerals as Derived from Measurements of Glycerol Retention. Clays and Clay Minerals 5:334–347 . https://doi.org/10.1346/CCMN.1956.0050128

78. Tessier D (1990) Behaviour and Microstructure of Clay Minerals. In: De Boodt MF, Hayes MHB, Herbillon A, De Strooper EBA, Tuck JJ (eds) Soil Colloids and Their Associations in Aggregates. Springer US, Boston, MA, pp 387–415

79. Duc M, Gaboriaud F, Thomas F (2005) Sensitivity of the acid–base properties of clays to the methods of preparation and measurement. Journal of Colloid and Interface Science 289:139–147 . https://doi.org/10.1016/j.jcis.2005.03.060

80. Smith DW (1977) Ionic hydration enthalpies. J Chem Educ 54:540 . https://doi.org/10.1021/ed054p540

81. Kohut CK, Warren CJ (2002) Chlorite. In: Soil Mineralogy with Environmental Applications, SSSA Book Series. Soil Science Society of America, USA

82. Jones AA (1981) Charges on the surfaces of two chlorites. Clay miner 16:347–359 . https://doi.org/10.1180/claymin.1981.016.4.04

83. AFNOR (2018) NF EN ISO 17892-12: Reconnaissance et essais géotechniques - Essais de laboratoire sur les sols - Partie 12 : détermination des limites de liquidité et de plasticité - Reconnaissance et essais géotechniques - Essais de laboratoire sur les sols - Partie 12 : Détermination des limites de liquidité et de plasticité. AFNOR

84. AFNOR (2014) NF P94-093: Sols : Reconnaissance et essais —Détermination des références de compactage d'un matériau — Essai Proctor Normal —Essai Proctor modifié. AFNOR

85. Jiménez Delgado MC, Guerrero IC (2007) The selection of soils for unstabilised earth building: A normative review. Construction and Building Materials 21:237–251 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.08.006

86. Aubert J-E, Marcom A, Oliva P, Segui P (2015) Chequered earth construction in south-western France. Journal of Cultural Heritage 16:293–298 . https://doi.org/10.1016/j.culher.2014.07.002

87. Ouedraogo KAJ (2019) Stabilisation de matériaux de construction durables et écologiques à base de terre crue par des liants organiques et/ou minéraux à faibles impacts environnementaux. Université Toulouse 3 - Paul Sabatier

88. Bui Q-B, Morel J-C, Hans S, Walker P (2014) Effect of moisture content on the mechanical characteristics of rammed earth. Construction and Building Materials 54:163–169 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.067

89. Morel J-C, Pkla A, Walker P (2007) Compressive strength testing of compressed earth blocks. Construction and Building Materials 21:303–309 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.08.021

90. Champiré F, Fabbri A, Morel J-C, Wong H, McGregor F (2016) Impact of relative humidity on the mechanical behavior of compacted earth as a building material. Construction and Building Materials 110:70–78 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.01.027

91. Kouakou CH, Morel JC (2009) Strength and elasto-plastic properties of non-industrial building materials manufactured with clay as a natural binder. Applied Clay Science 44:27–34 . https://doi.org/10.1016/j.clay.2008.12.019

92. Bruno AW, Gallipoli D, Perlot C, Mendès J, Salmon N (2015) Briques de terre crue : procédure de compactage haute pression et influence sur les propriétés mécaniques. 10

93. Heathcote KA (2002) An investigation into the Erodibility of Earth Wall Units. University of Technology Sydney

94. Heathcote KA (1995) Durability of earthwall buildings. Construction and Building Materials 9:185–189 . https://doi.org/10.1016/0950-0618(95)00035-E

95. Morel J-C, Bui Q-B, Hamard E (2012) Weathering and durability of earthen material and structures. In: Modern Earth Buildings: Materials, Engineering, Constructions and Applications. Woodhead Publishing Limited, pp 282–303

96. Ogunye FO, Boussabaine H (2002) Development of a rainfall test rig as an aid in soil block weathering assessment. Construction and Building Materials 16:173–180 . https://doi.org/10.1016/S0950-0618(02)00010-7

97. Beckett CTS, Jaquin PA, Morel J-C (2020) Weathering the storm: A framework to assess the resistance of earthen structures to water damage. Construction and Building Materials 242:118098 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118098

98. Walker P, Stace T (1997) Properties of some cement stabilised compressed earth blocks and mortars. Mat Struct 30:545–551 . https://doi.org/10.1007/BF02486398

99. Venkatarama Reddy BV, Prasanna Kumar P (2011) Cement stabilised rammed earth. Part A: compaction characteristics and physical properties of compacted cement stabilised soils. Mater Struct 44:681–693 . https://doi.org/10.1617/s11527-010-9658-9

100. Venkatarama Reddy BV, Prasanna Kumar P (2011) Cement stabilised rammed earth. Part B: compressive strength and stress–strain characteristics. Mater Struct 44:695–707 . https://doi.org/10.1617/s11527-010-9659-8

101. Khelifi H, Perrot A, Lecompte T, Ausias G (2013) Design of clay/cement mixtures for extruded building products. Mater Struct 46:999–1010 . https://doi.org/10.1617/s11527-012-9949-4

102. Tripura DD, Singh KD (2014) Behavior of cement-stabilized rammed earth circular column under axial loading. Mater Struct 49:371–382 . https://doi.org/10.1617/s11527-014-0503-4

103. Khelifi H, Lecompte T, Perrot A, Ausias G (2015) Mechanical enhancement of cement-stabilized soil by flax fibre reinforcement and extrusion processing. Mater Struct 49:1143–1156 . https://doi.org/10.1617/s11527-015-0564-z

104. Miccoli L, Oliveira DV, Silva RA, Müller U, Schueremans L (2015) Static behaviour of rammed earth: experimental testing and finite element modelling. Mater Struct 48:3443–3456 . https://doi.org/10.1617/s11527-014-0411-7

105. Ouedraogo KAJ, Aubert J-E, Tribout C, Escadeillas G (2020) Is stabilization of earth bricks using low cement or lime contents relevant? Construction and Building Materials 236:117578 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117578

106. Marsh ATM, Heath A, Walker P, Reddy BVV, Habert G (2020) Discussion of "Earth concrete. Stabilization revisited." Cement and Concrete Research 130:105991 . https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.105991

107. Van Damme H, Houben H (2020) Reply to the discussion of the paper "Earth Concrete. Stabilization Revisited" by A.T.M. Marsh, A. Heath, P. Walker, B.V. Venkatarama Reddy, and G. Habert. Cement and Concrete Research 130:105992 . https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.105992

108. Bruno AW (2016) Étude du comportement hygro- mécanique de la terre crue hyper-compactée pour la construction durable. Thèse de doctorat, Pau

109. Bruno AW, Gallipoli D, Perlot C, Mendes J (2017) Mechanical behaviour of hypercompacted earth for building construction. Mater Struct 50:160 . https://doi.org/10.1617/s11527-017-1027-5

110. Menasria F, Perrot A, Rangeard D, Duigou AL, Rennes I (2017) MECHANICAL ENHANCEMENT OF CASTED AND COMPACTED EARTH-BASED MATERIALS BY SAND, FLAX FIBER AND WOVEN FABRIC OF FLAX. Clermont-Ferrand, France, p 6

111. Perrot A, Rangeard D, Menasria F, Guihéneuf S (2018) Strategies for optimizing the mechanical strengths of raw earth-based mortars. Construction and Building Materials 167:496–504 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.02.055

112. Moevus M, Fontaine L, Anger R, Doat P Projet : Béton d'Argile Environnemental (B.A.E.). 37

113. Landrou G, Brumaud C, Winnefeld F, Flatt R, Habert G (2016) Lime as an Anti-Plasticizer for Self-Compacting Clay Concrete. Materials 9:330 . https://doi.org/10.3390/ma9050330

114. Landrou G, Brumaud C, Plötze ML, Winnefeld F, Habert G (2018) A fresh look at dense clay paste: Deflocculation and thixotropy mechanisms. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 539:252–260 . https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2017.12.029

115. Perrot A, Lecompte T, Khelifi H, Brumaud C, Hot J, Roussel N (2012) Yield stress and bleeding of fresh cement pastes. Cement and Concrete Research 42:937–944 . https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.03.015

116. Perrot A, Rangeard D, Levigneur A (2016) Linking rheological and geotechnical properties of kaolinite materials for earthen construction. Mater Struct 49:4647–4655 . https://doi.org/10.1617/s11527-016-0813-9

117. Pinel A (2017) Transition liquide-solide dans des dispersions d'argiles contrôlée par un biopolymère. Application à la construction en terre. INSA Lyon

118. Lewis JA (2000) Colloidal Processing of Ceramics. Journal of the American Ceramic Society 83:2341–2359 . https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01560.x

119. Vissac A, Bourgès A, Gandreau D, Anger R, Fontaine L (2017) Argiles & biopolymères, les stabilisants naturels pour la construction en terre, CRAterre éditions. Villefontaine, France

120. Anger R, Fontaine L, Vissac A, Couvreur L, Moevus M, Bourgès A, Gandreau D, Joffroy T (2013) PaTerre+: Interactions argiles/biopolymères , Patrimoine Architectural en terre et stabilisants naturels d'origine animale et végétale. CRAterre ENSAG

121. (2020) Projection de terre-chanvre. In: Ecopertica. https://www.ecopertica.com/mise-en-oeuvre/terre-chanvre/. Accessed 2 Jul 2020

122. Nicolas Meunier : technique du pisé préfabriqué. http://www.construction-pise.fr/Le-pise-prefabrique. Accessed 8 Jul 2020

123. Pisé préfabriqué | les films du lierre. http://films-du-lierre.com/pise-prefabrique/. Accessed 8 Jul 2020

124. Le pisé, ce matériau ancien aux normes écologiques modernes. In: Batiweb. www.batiweb.com. Accessed 8 Jul 2020

125. timurersen.com Facade en pisé préfabriqué (Martin Rauch), 2013. In: Atelier Timur Ersen - bâtir en terre (pisé)/pierre/bois/paille. https://www.timurersen.com/rammed-earth-facade-martin-rauch-ricola-house-of-plant-design-by-herzog-and-de-meuron-. Accessed 8 Jul 2020

126. Auroville Earth Institute. http://www.earth-auroville.com/poured_earth_research_en.php. Accessed 9 Jul 2020

127. Landrou G, Brumaud C, Habert G (2018) Influence of magnesium on deflocculated kaolinite suspension: Mechanism and kinetic control. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 544:196–204 . https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2017.12.040

128. Bruno AW, Gallipoli D, Perlot C, Mendes J (2019) Optimization of bricks production by earth hypercompaction prior to firing. Journal of Cleaner Production 214:475–482 . https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.12.302

129. Bruno AW, Perlot C, Mendes J, Gallipoli D (2018) A microstructural insight into the hygro-mechanical behaviour of a stabilised hypercompacted earth. Mater Struct 51:32 . https://doi.org/10.1617/s11527-018-1160-9

130. Blocs béton presse vibrante. In: Alfi Technologies. http://www.alfi-technologies.com/materiaux-de-construction/beton/fabrication-presse-vibrante/. Accessed 9 Jul 2020

131. ELKOBLOCK-36S Presse vibrante et machine a bloc monocouche | ELKON. https://www.concretebatchingplants.com/fr/presse-vibrante/elkoblock-36s-presse-vibrante-et-machine-a-bloc-monocouche. Accessed 9 Jul 2020

132. Presse vibrante Archives. In: Quadra Concrete. http://www.quadra-concrete.com/tag/presse-vibrante/. Accessed 9 Jul 2020

133. Perrot A, Rangeard D, Lecompte T (2018) Field-oriented tests to evaluate the workability of cob and adobe. Mater Struct 51:54 . https://doi.org/10.1617/s11527-018-1181-4

134. Achenza M, Fenu L (2007) On Earth Stabilization with Natural Polymers for Earth Masonry Construction. Mater Struct 39:21–27 . https://doi.org/10.1617/s11527-005-9000-0

135. Galán-Marín C, Rivera-Gómez C, Petric J (2010) Clay-based composite stabilized with natural polymer and fibre. Construction and Building Materials 24:1462–1468 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.01.008

136. Dove CA, Bradley FF, Patwardhan SV (2016) Seaweed biopolymers as additives for unfired clay bricks. Mater Struct 49:4463–4482 . https://doi.org/10.1617/s11527-016-0801-0

137. Hafshejani KS, Moslemizadeh A, Shahbazi K (2016) A novel bio-based deflocculant for bentonite drilling mud. Applied Clay Science 127–128:23–34 . https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.03.037

138. Banakinao S, Tiem S, Lolo K, Koutsawa Y, Bedja K-S (2016) Dataset of the use of tannin of néré (parkia-biglobosa) as a solution for the sustainability of the soil constructions in West Africa. Data in Brief 8:474–483 . https://doi.org/10.1016/j.dib.2016.05.072

139. Menasria F, Perrot A, Rangeard D, Rennes I (2017) USING ALGINATE BIOPOLYMER TO ENHANCE THE MECHANICAL PROPERTIES OF EARTH-BASED MATERIALS. Clermont-Ferrand, France, p 6

140. Chang I, Jeon M, Cho G-C (2015) Application of Microbial Biopolymers as an Alternative Construction Binder for Earth Buildings in Underdeveloped Countries. International Journal of Polymer Science 2015:1–9 . https://doi.org/10.1155/2015/326745

141. Aguilar R, Nakamatsu J, Ramírez E, Elgegren M, Ayarza J, Kim S, Pando MA, Ortega-San-Martin L (2016) The potential use of chitosan as a biopolymer additive for enhanced mechanical properties and water resistance of earthen construction. Construction and Building Materials 114:625–637 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.218

142. Muguda S, Lucas G, Hughes PN, Augarde CE, Perlot C, Bruno AW, Gallipoli D (2020) Durability and hygroscopic behaviour of biopolymer stabilised earthen construction materials. Construction and Building Materials 259:119725 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119725

143. Chang I, Im J, Cho G-C (2016) Introduction of Microbial Biopolymers in Soil Treatment for Future Environmentally-Friendly and Sustainable Geotechnical Engineering. Sustainability 8:251 . https://doi.org/10.3390/su8030251

144. Chou C-W, Seagren EA, Aydilek AH, Lai M (2011) Biocalcification of Sand through Ureolysis. J Geotech Geoenviron Eng 137:1179–1189 . https://doi.org/10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0000532

145. Rodriguez-Navarro C, Rodriguez-Gallego M, Ben Chekroun K, Gonzalez-Muñoz MT (2003) Conservation of Ornamental Stone by Myxococcus xanthus-Induced Carbonate Biomineralization. AEM 69:2182–2193 . https://doi.org/10.1128/AEM.69.4.2182-2193.2003

146. Funami T, Fang Y, Noda S, Ishihara S, Nakauma M, Draget KI, Nishinari K, Phillips GO (2009) Rheological properties of sodium alginate in an aqueous system during gelation in relation to supermolecular structures and Ca2+ binding. Food Hydrocolloids 23:1746–1755 . https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.02.014

147. Andersen T, Strand BL, Formo K, Alsberg E, Christensen BE (2011) Alginates as biomaterials in tissue engineering. In: Carbohydrate Chemistry. pp 227–258

148. Cadmus MC, Jackson LK, Burton KA, Plattner RD, Slodki ME (1982) Biodegradation of Xanthan Gum by Bacillus sp. Applied and Environmental Microbiology 44:5–11 . https://doi.org/10.1128/AEM.44.1.5-11.1982

149. Becker A, Katzen F, Pühler A, Ielpi L (1998) Xanthan gum biosynthesis and application: a biochemical /genetic perspective. Applied Microbiology and Biotechnology 50:145–152 . https://doi.org/10.1007/s002530051269

150. Chang I, Jeon M, Cho G-C (2015) Application of Microbial Biopolymers as an Alternative Construction Binder for Earth Buildings in Underdeveloped Countries. International Journal of Polymer Science 2015:1–9 . https://doi.org/10.1155/2015/326745

151. Chang I, Im J, Prasidhi AK, Cho G-C (2015) Effects of Xanthan gum biopolymer on soil strengthening. Construction and Building Materials 74:65–72 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.10.026

152. Chen C, Wu L, Perdjon M, Huang X, Peng Y (2019) The drying effect on xanthan gum biopolymer treated sandy soil shear strength. Construction and Building Materials 197:271–279 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.120

153. Dridi W (2016) Influence de la formulation sur l'oxydation des huiles végétales en émulsion eau-dans-huile. 205

154. Schaich KM (2005) Lipid Oxidation: Theoretical Aspects. In: Bailey's Industrial Oil and Fat Products. American Cancer Society

155. Schaich KM (2020) Lipid Oxidation: New Perspectives on an Old Reaction. In: Bailey's Industrial Oil and Fat Products. American Cancer Society, pp 1–72

156. Horne DS (2009) Milk proteins: from expression to food. Academic, London

157. Khanbabaee K, Van Ree T (2001) Tannins: Classification and Definition. Nat Prod Rep 18:641–649 . https://doi.org/10.1039/b101061l

158. Nakamatsu J, Kim S, Ayarza J, Ramírez E, Elgegren M, Aguilar R (2017) Eco-friendly modification of earthen construction with carrageenan: Water durability and mechanical assessment. Construction and Building Materials 139:193–202 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.062

159. Eires R, Camões A, Jalali S (2017) Enhancing water resistance of earthen buildings with quicklime and oil. Journal of Cleaner Production 142:3281–3292 . https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.10.141

160. Noria et Compagnie | Centre de formation éco-construction. http://www.noria-cie.com/. Accessed 13 Jul 2020

161. Service de l'Inventaire du patrimoine culturel de Bretagne (2018) Opération d'Inventaire du patrimoine de Rennes Métropole : Synthèse de l'enquête sur la commune de Saint-Sulpice-la-Forêt. Université Rennes2, Master 2 - Restauration et Réhabilitation du patrimoine bâti

162. AFNOR (2018) NF EN ISO 14688-1: Reconnaissance et essais géotechniques — Identification et classification des sols — Partie 1 : Identification et description. AFNOR

163. AFNOR (2018) NF EN ISO 14688-2: Reconnaissance et essais géotechniques — Identification et classification des sols — Partie 2 : Principes pour une classification. AFNOR

164. AFNOR (1999) XP P 94-011: Sols : reconnaissance et essais Description — Identification — Dénomination des sols. AFNOR

165. AFNOR (2018) NF EN ISO 17892-4: Reconnaissance et essais géotechniques - Essais de laboratoire sur les sols - Partie 4 : Détermination de la distribution granulométrie des particules. AFNOR

166. AFNOR (2014) NF EN ISO 17892-1: Reconnaissance et essais géotechniques — Essais de laboratoire sur les sols — Partie 1: Détermination de la teneur en eau. AFNOR

167. AFNOR NF EN ISO 13320:2020: Analyse granulométrique - Méthodes par diffraction laser. AFNOR, 01-01-2020

168. AFNOR (1995) XP P94-041 Sols : reconnaissance et essais - Identification granulométrique - Méthode de tamisage par voie humide. AFNOR

169. AFNOR (1992) NF P94-057:1992-05 Sols: reconnaissance et essais - Analyse granulométrique - Méthodes par sédimentation. AFNOR

170. Beuselinck L, Govers G, Poesen J, Degraer G, Froyen L (1998) Grain-size analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve-pipette method. CATENA 32:193–208 . https://doi.org/10.1016/S0341-8162(98)00051-4

171. Konert M, Vandenberghe J (1997) Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction. Sedimentology 44:523–535 . https://doi.org/10.1046/j.1365-3091.1997.d01-38.x

172. Loizeau J-L, Arbouille D, Santiago S, Vernet J-P (1994) Evaluation of a wide range laser diffraction grain size analyser for use with sediments. Sedimentology 41:353–361 . https://doi.org/10.1111/j.1365-3091.1994.tb01410.x

173. Hergert W, Wriedt T (2012) The Mie Theory:Basics and Applications, 1st ed. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg

174. AFNOR (1992) NF P 11-300: Exécution des terrassements - Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d 'infrastructures routières. AFNOR

175. Koumoto T, Houlsby GT Theory and practice of the fall cone test. 12

176. Feng T-W, Asce M (2004) Using a Small Ring and a Fall-Cone to Determine the Plastic Limit. JOURNAL OF GEOTECHNICAL AND GEOENVIRONMENTAL ENGINEERING© ASCE Volume 130 Issue 6:7 . https://doi.org/10.1061/~ASCE!1090-0241~2004!130:6~630!

177. AFNOR (1997) XP P 94-060-1: Sols: reconnaissance et essais - Essai de dessiccation - Partie 1: détermination conventionnelle de la limite de retrait sur le passant à 400 μm d'un sol. AFNOR

178. British Standard (1990) BS 1277 :2. Methods of test for soils for civil engineering purposes. Classification tests. British Standard

179. AFNOR (2013) NF EN 933-9+A1: Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats — Partie 9 : Qualification des fines —Essai au bleu de méthylène. AFNOR

180. AFNOR (1998) NF P 94-068: Sols : Reconnaissance et essais - Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux - Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux par l'essai à la tache. AFNOR

181. Essai au bleu de méthylène. In: WikiTP.fr. http://www.wikitp.fr/8/post/2014/09/essai-au-bleu-de-methylene.html. Accessed 16 Jul 2020

182. AFNOR (1999) NF X 31-130: Qualité des sols - Méthodes chimiques - Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) et des cations extractible. AFNOR

183. Lanson B, Bouchet A (1995) X-RAY DIFFRACTION IDENTIFICATION OF CLAY MINERALS : IMPROVEMENTS INDUCED BY NUMERICAL DATA PROCESSING. Bulletin - Centres de Recherches Exploration-Production Elf- Aquitaine

184. Brindley GW (1952) Identification of Clay Minerals by X-ray Diffraction Analysis. Clays and Clay Minerals 1:119–129 . https://doi.org/10.1346/CCMN.1952.0010116

185. Brindley GW, Brown G (1980) Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification. Mineralogical Society of Great Britain and Ireland

186. Paumier S (2006) FACTEURS DETERMINANT L'ORGANISATION ET LA RHEOLOGIE DU SYSTEME ARGILE-EAU POUR DES SUSPENSIONS DE SMECTITES.

187. Caillère S, Hénin S, Rautureau M (1982) Minéralogie des Argiles - 1. Structures et propriétés physico-chimiques, 2ème édition. MASSON, Paris

188. de Assunção CT, Garrido J (1953) Tables pour le détermination des minéraux au moyen des rayons X. Institute de Alta Cultura, Lisbonne

189. Caillère S, Hénin S, Rautureau M (1982) Minéralogie des argiles - 2. Classification et nomenclature, 2ème édition. MASSON, Paris, France

190. AFNOR (2009) NF ISO 22036 Qualité du sol: Dosage des éléments traces dans des extraits de sol par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES). AFNOR

191. Nouveau guide du béton et de ses constituants - Georges Dreux, Jean... - Librairie Eyrolles. https://www.eyrolles.com/BTP/Livre/nouveau-guide-du-beton-et-de-ses-constituants-9782212102314/

192. AFNOR (2003) NF EN 13925 Essais non destructifs - Diffraction des rayons X appliquée aux matériaux polycristallinset amorphes. AFNOR

193. AFNOR (2016) NF EN 196-1: Méthodes d'essais des ciments — Partie 1 : Détermination des résistances. AFNOR

194. AFNOR NF EN ISO 17892-7: Reconnaissance et essais géotechniques -Essais de laboratoire sur les sols -Partie 7:essai de compression uniaxiale. AFNOR, Février 2018

195. Grossiord J-L, Quemada D (2001) Des concepts aux outils. In: Comprendre la rhéologie - De la circulation du sang à la prise du béton, EDP Sciences. EDP Sciences, Les Ulis

196. Barnes HA, Hutton JF, Walters K (1989) Introduction. In: An Introduction to Rheology. Elsevier, pp 1–10

197. Nguyen VBQ, Kang H-S, Kim Y-T (2018) Effect of clay fraction and water content on rheological properties of sand–clay mixtures. Environ Earth Sci 77:576 . https://doi.org/10.1007/s12665-018-7748-0

198. Maskell D, Heath A, Walker P (2013) Laboratory scale testing of extruded earth masonry units. Materials & Design 45:359–364 . https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.09.008

199. Temimi M, Ben Amor K, Camps JP (1998) Making building products by extrusion and cement stabilization: limits of the process with montmorillonite clay. Applied Clay Science 13:245–253 . https://doi.org/10.1016/S0169-1317(98)00025-8

200. Molard JP, Camps JP, LAQUERBEw M Etude de l'extrusion et de la stabilisation par le ciment d'argiles monomin6rales. Materials and Structures 7

201. Perrot A, Rangeard D, Nerella VN, Mechtcherine V (2019) Extrusion of cement-based materials - an overview. RILEM Tech Lett 3:91–97 . https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2018.75

202. Perrot A, Rangeard D, Mélinge Y (2014) Prediction of the ram extrusion force of cement-based materials. Applied Rheology 24: . https://doi.org/10.3933/APPLRHEOL-24-53320

203. Pole Culturel Qe Passif Et Vnac | atelierphilippemadec. https://www.atelierphilippemadec.fr/architecture/equipements/pole-culturel-_-qe-passif-et-vnac.html. Accessed 23 Jul 2020

204. BTC - Les réalisations - Briques de Terre Compressée. https://www.briquestechnicconcept.fr/les-r%C3%A9alisations.html. Accessed 23 Jul 2020

205. Vibrateur Netter Vibration NCT1. https://www.conrad.fr/p/vibrateur-a-turbine-netter-vibration-nct-1-frequence-nominale-a-6-bar-40500-trmin-18-1-pcs-582003

206. Andrade FA, Al-Qureshi HA, Hotza D (2011) Measuring the plasticity of clays: A review. Applied Clay Science 51:1–7 . https://doi.org/10.1016/j.clay.2010.10.028

207. AFNOR (2018) NF EN ISO 17892-10 : Reconnaissance et essais géotechniques — Essais de laboratoire des sols — Partie 10 : Essai de cisaillement direct. AFNOR

208. Mechtcherine V, Bos FP, Perrot A, da Silva WRL, Nerella VN, Fataei S, Wolfs RJM, Sonebi M, Roussel N (2020) Extrusion-based additive manufacturing with cement-based materials – Production steps, processes, and their underlying physics: A review. Cement and Concrete Research 132:106037 . https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106037

209. Abbaslou H, Hadifard H, Ghanizadeh AR (2020) Effect of cations and anions on flocculation of dispersive clayey soils. Heliyon 6:e03462 . https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e03462

210. Balaban R de C, Vidal ELF, Borges MR (2015) Design of experiments to evaluate clay swelling inhibition by different combinations of organic compounds and inorganic salts for application in water base drilling fluids. Applied Clay Science 105–106:124–130 . https://doi.org/10.1016/j.clay.2014.12.029

211. Kollek JJ (1989) The determination of the permeability of concrete to oxygen by the Cembureau method—a recommendation. Materials and Structures 22:225–230 . https://doi.org/10.1007/BF02472192

212. Picandet V, Khelidj A, Bastian G (2002) Perméabilité au gaz de bétons endommagés: Interprétation de résultats expérimentaux. Revue Française de Génie Civil 6:525–544 . https://doi.org/10.1080/12795119.2002.9692387

213. El-Abidine Kameche Z, Ghomari F, Choinska M, Khelidj A (2014) La perméabilité relative aux gaz : Une propriété de transport importante contrôlant la durabilité du béton partiellement saturé. MATEC Web of Conferences 11:01020 . https://doi.org/10.1051/matecconf/20141101020

214. Perraton D, Aïtcin P-C, Carles-Gibergues A (1999) Mesure de la perméabilité aux gaz des bétons : perméabilité apparente et perméabilité intrinsèque Partie I - Validation des concepts de Carman et de Klinkenberg dans le cas d'un BHP. BULLETIN DES LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSÉES 221:p p . 69-78

215. Delage P, Howat MD, Cui YJ (1998) The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay. Engineering Geology 50:31–48 . https://doi.org/10.1016/S0013-7952(97)00083-5

216. Delage P, Cui Y-J (2000) L'eau dans les sols non saturés. Techniques de l'Ingénieur 26

217. Beckett CTS, Augarde CE (2013) Prediction of soil water retention properties using pore-size distribution and porosity. Can Geotech J 50:435–450 . https://doi.org/10.1139/cgj-2012-0320

218. Gallipoli D, Bruno AW, Perlot C, Mendes J (2017) A geotechnical perspective of raw earth building. Acta Geotech 12:463–478 . https://doi.org/10.1007/s11440-016-0521-1

219. Yi S-T, Yang E-I, Choi J-C (2006) Effect of specimen sizes, specimen shapes, and placement directions on compressive strength of concrete. Nuclear Engineering and Design 236:115–127 . https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2005.08.004

220. Perrot A, Mélinge Y, Rangeard D, Micaelli F, Estellé P, Lanos C (2012) Use of ram extruder as a combined rheo-tribometer to study the behaviour of high yield stress fluids at low strain rate. Rheol Acta 51:743–754 . https://doi.org/10.1007/s00397-012-0638-6

221. AFNOR (2002) NF EN 13057 - Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Méthodes d'essai - Détermination de l'absorption capillaire. AFNOR

222. Hall C (1989) Water sorptivity of mortars and concretes: a review. Magazine of Concrete Research 41:51–61 . https://doi.org/10.1680/macr.1989.41.147.51

223. Janssen H, Vereecken E, Holúbek M (2015) A Confrontation of Two Concepts for the Description of the Over-capillary Moisture Range: Air Entrapment versus Low Capillarity. Energy Procedia 78:1490–1494 . https://doi.org/10.1016/j.egypro.2015.11.175

224. Wilson MA, Carter MA, Hoff WD (1999) British standard and RILEM water absorption tests: A critical evaluation. Mat Struct 32:571–578 . https://doi.org/10.1007/BF02480491

225. Feng C, Janssen H (2018) Hygric properties of porous building materials (III): Impact factors and data processing methods of the capillary absorption test. Building and Environment 134:21–34 . https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2018.02.038

226. Hall C, Hoff WD, Skeldon M (1983) The sorptivity of brick: dependence on the initial water content. J Phys D: Appl Phys 16:1875–1880 . https://doi.org/10.1088/0022-3727/16/10/011

227. Hall C, Tse TK-M (1986) Water movement in porous building materials—VII. The sorptivity of mortars. Building and Environment 21:113–118 . https://doi.org/10.1016/0360-1323(86)90017-X

228. Philip JR (1969) Theory of Infiltration. In: Advances in Hydroscience. Elsevier, pp 215–296

229. Washburn EW (1921) The Dynamics of Capillary Flow. Phys Rev 17:273–283 . https://doi.org/10.1103/PhysRev.17.273

230. Lago M, Araujo M (2001) Capillary Rise in Porous Media. Journal of Colloid and Interface Science 234:35–43 . https://doi.org/10.1006/jcis.2000.7241

231. Fabbri A, Soudani L, McGregor F, Morel J-C (2019) Analysis of the water absorption test to assess the intrinsic permeability of earthen materials. Construction and Building Materials 199:154–162 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.014

232. Salager S (2007) Etude de la rétention d'eau et de la consolidation des sols dans un cadre thermo-hydro-mécanique. Université Montpellier 2, sciences et techniques du Languedoc

233. Miller CJ, Yesiller N, Yaldo K, Merayyan S (2002) Impact of Soil Type and Compaction Conditions on Soil Water Characteristic. J Geotech Geoenviron Eng 128:733–742 . https://doi.org/10.1061/(ASCE)1090-0241(2002)128:9(733)

234. Simons A, Bertron A, Roux C, Laborel-Préneron A, Aubert J-E, Roques C (2018) Susceptibility of earth-based construction materials to fungal proliferation laboratory and in situ assessment. RILEM Technical Letters 3:140-149

235. Middleton GF (1952) Earth-Wall Construction, Bulletin No 5, Commonwealth Experimental Building Station, Sydney

236. Fitzmaurice R (1958) Manual on Stabilised Soil Construction for Housing,Technical Assistance Program, United Nations.

237. Heathcote KA (2002) An investigation into the erodibility of earth wall units. Thesis

238. Hall MR (2004) The mechanisms of moisture ingress & migration in rammed earth walls. Doctoral, Sheffield Hallam University,

239. Walker P, Australia Standards (2000) The Australian Earth Building Handbook. Standards Australia International

240. Killip IR, Cheetham DW (1984) The prevention of rain penetration through external walls and joints by means of pressure equalization. Building and Environment 19:81–91 . https://doi.org/10.1016/0360-1323(84)90033-7

241. Dad MM (1985) The Use of Cement Stabilised Soil for Low Cost Housing in Developing Countries. PhD Thesis, University of Newcastle Upon Tyne.

242. Ogunye FO (1997) Rain Resistance of stabilised Soil Blocks. PhD Thesis, School of Architecture and Building Engineering, University of Liverpool

243. Cytryn S (1956) Cytryn, S., 1956, Soil Construction, The Weizman Science Press of Israel

244. Wolfskill L (1970) Handbook for Building Homes of earth

245. Reddy BV, Jagadish KS (1987) Spray erosion studies on pressed soil blocks. Building and Environment 22:135–140 . https://doi.org/10.1016/0360-1323(87)90033-3

246. Weisz A, Kobe A, McManus AM, Nataatmadja A (1995) Durability of Mudbrick – Comparison of Three Test methods. Proceeding of the 4th Australian Masonry Conference, Sydney 249–258

247. Yttrup PJ, Diviny K, Sottile F (1981) Development of a Drip Test for the Erodibility of Mud Bricks

248. Frencham GJ (1982) The Performance of Earth Buildings, Deakin University, Geelong, 1982

249. Ogunye FO, Boussabaine H (2002) Development of a rainfall test rig as an aid in soil block weathering assessment. Construction and Building Materials 16:173–180 . https://doi.org/10.1016/S0950-0618(02)00010-7

250. Beckett CTS, Jaquin PA, Morel J-C (2020) Weathering the storm: A framework to assess the resistance of earthen structures to water damage. Construction and Building Materials 242:118098 . https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118098

251. Eassey A (1997) The Effect of the Angle of Raindrops on Earthwall Buildings. Construction Management Thesis, University of Technology Sydney

252. Gummerson RJ, Hall C, Hoff WD (1980) Water movement in porous building materials—II. Hydraulic suction and sorptivity of brick and other masonry materials. Building and Environment 15:101–108 . https://doi.org/10.1016/0360-1323(80)90015-3

253. Collet F, Chamoin J, Pretot S, Lanos C (2013) Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. Energy and Buildings 62:294–303 . https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2013.03.010

254. Collet F (2004) CARACTERISATION HYDRIQUE ET THERMIQUE DE MATERIAUX DE GENIE CIVIL A FAIBLES IMPACTS ENVIRONNEMENTAUX. Rennes 1

255. Mazhoud B, Collet F, Pretot S, Chamoin J (2016) Hygric and thermal properties of hemp-lime plasters. Building and Environment 96:206–216 . https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2015.11.013

256. (2016) NF EN ISO 12572:2016 Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination des propriétés de transmission de la vapeur d'eau - Méthode de la coupelle. AFNOR

257. (2008) NF EN ISO 10456 - Building materials and products - Hygrothermal properties - Tabulated design values and procedures for determining declared and design thermal values. AFNOR

258. Rode C, Peuhkuri R, Hansen KK, Time B, Svennberg K, Arfvidsson J, Ojanen T (2005) NORDTEST PROJECT ON MOISTURE BUFFER VALUE OF MATERIALS. pp 47–52

259. Guillot X, Gres-Roque E (2016) Chaux hydrauliques. Techniques de l'Ingénieur 12

VI. Annexes

1. Annexe 1 : Fiches d'identité des trois terres K, R et S.

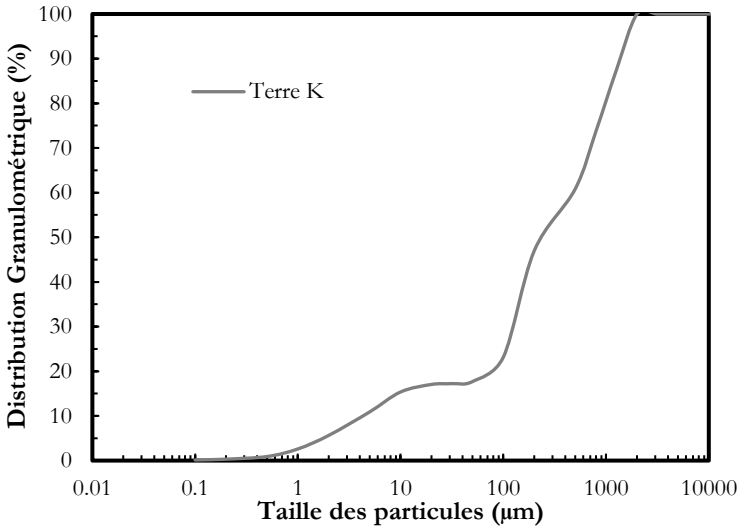
a) Terre K

Informations générales

Description : Terre de synthèse formulée en laboratoire à partir de kaolin industriel produit à la carrière des kaolins située à Ploemeur (56) et de sables de granulométries variées : un sable fin 0-200µm et un sable normalisé 0-4mm, tous les deux fournis par la société nouvelle du littoral (Leucate, Aude).

Localisation : Ploemeur Aspect esthétique : Terre blanche

Distribution granulométrique



Interactions avec l'eau

Études Géotechniques	Paramètre	Terre K
Limites d'Atterberg	*Fraction granulométrique étudiée*	*42.5% Kaolin -57.5% Sable Fin (<200 µm)*
	W_P (%)	18,6 %
	W_l (%)	32 %
	I_p (%)	13,4 %
Limites de retrait	*Fraction granulométrique étudiée*	*50% Kaolin - 50% Sable Fin (<200 µm)*
	Limite de retrait W_R	19,1 %
	Retrait linéique LS	6,2 %
Optimum Proctor Normal	*Fraction granulométrique étudiée*	*Tout*
	W_{OPN} (%)	5,5%
	ρ_{OPN} (kg/m³)	2080

Propriétés de surface

Propriété	Fraction granulométrique considérée	Terre K
VBS (g/100g)	Tout	0,17
	Argiles	1
CEC (mEq/100g ou Cmol⁺/kg)	Tout	0,9
	Argiles	5,3

Caractérisation minéralogique – physico chimique

Terre	Composition minéralogique
Terre K	*Argiles :* Kaolinite *Autres minéraux :* Quartz, Micas

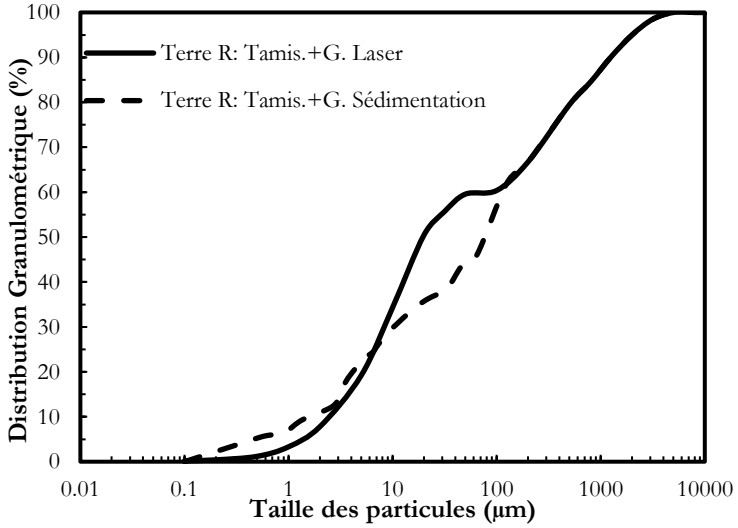
b) Terre R

Informations générales

Description : Terre prélevée à Redon (35-Ille et Vilaine) sur le site d'un centre de formation d'artisans en construction terre crue. Du fait de sa couleur, dans ce centre de formation elle est utilisée pour la réalisation d'enduits et de cloisons intérieures. C'est une terre qui semble assez fine sableuse, limoneuse et peu argileuse. Comme matériau porteur en terre crue, sa mise en œuvre serait plus aisée en BTC ou pisé qu'en bauge.

Localisation : Redon(35) Aspect esthétique : Terre ocre rouge

Distribution granulométrique



Interactions avec l'eau

Etudes	Paramètre	Terre R
Limites d'Atterberg	*Fraction granulométrique étudiée*	*<400 µm*
	W_p (%)	21,8 %
	W_l (%)	36,5 %
	I_p (%)	14,7 %
Limites de retrait	*Fraction granulométrique étudiée*	*<400 µm*
	Limite de retrait W_R	20,4 %
	Retrait linéique LS	3,2 %
Optimum Proctor Normal	*Fraction granulométrique étudiée*	*Tout*
	W_{OPN} (%)	14,5 %
	ρ_{OPN} (kg/m³)	1858

Propriétés de surface

Étude	Fraction granulométrique considérée	Terre R
VBS (g/100g)	Tout	0,7
	Argiles	6,5<VBS<9,0
CEC (mEq/100g ou Cmol⁺/kg)	Tout	3,0
	Argiles	27,8<CEC<38,5

Classification GTR : B2 sols sableux et graveleux avec fines – sables argileux (peu argileux)

Caractérisation minéralogique – physico chimique

Terre	Composition minéralogique
Terre R	*Argiles :* Kaolinite, Illite, Chlorite *Autres minéraux :* Quartz, Micas

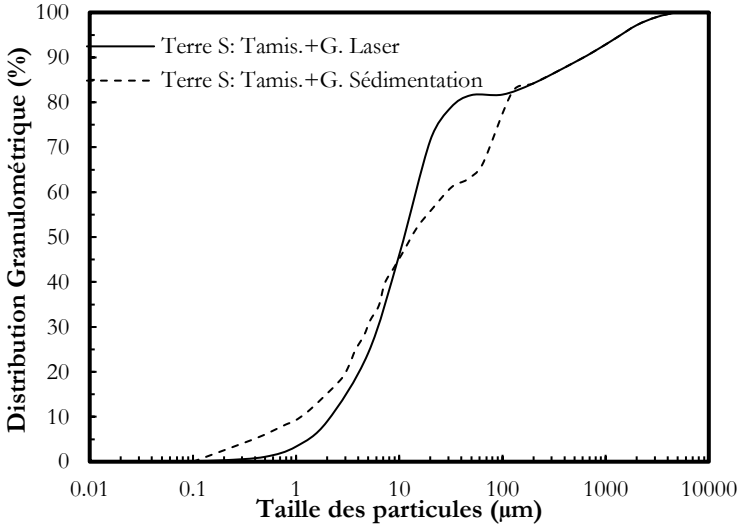
c) Terre S

Informations générales

Description : Terre prélevée à Saint-Sulpice-La-Forêt (35-Ille et Vilaine) au nord de Rennes dans une région ou les constructions traditionnelles en bauge sont très fréquemment rencontrées. C'est une terre qui semble fine, limoneuse et argileuse. Comme matériau porteur en terre crue, sa mise en œuvre serait très aisée en bauge ou adobes, cependant on peut aussi facilement imaginer sa mise en œuvre en BTC voire en pisé

Localisation : Saint-Sulpice-La-Forêt (35) Aspect esthétique : Terre marron clair-ocre jaune

Distribution granulométrique



Interactions avec l'eau

Etudes	Paramètre	Terre S
Limites d'Atterberg	*Fraction granulométrique étudiée*	*<400 µm*
	W_p (%)	29,7 %
	W_l (%)	46,2 %
	I_p (%)	16,5 %
Limites de retrait	*Fraction granulométrique étudiée*	*<400 µm*
	Limite de retrait W_R	23,7 %
	Retrait linéique LS	7,1 %
Optimum Proctor Normal	*Fraction granulométrique étudiée*	*Tout*
	W_{OPN} (%)	20,6 %
	ρ_{OPN} (kg/m³)	1606

Propriétés de surface

Étude	Fraction granulométrique considérée	Terre S
VBS (g/100g)	Tout	1,1
	Argiles	7,5<VBS<12,2
CEC (mEq/100g ou Cmol⁺/kg)	Tout	7,9
	Argiles	54,1<CEC<87,8

Classification GTR : A1 sols fins – limons peu plastiques

Caractérisation minéralogique – physico chimique

Terre	Composition minéralogique
Terre S	*Argiles :* Kaolinite, Illite, Vermiculite *Autres minéraux :* Quartz Micas

2. Annexe 2 : Résistances à la compression et modules d'élasticités obtenus pour différentes formulations des terres K, R et S mises en œuvre par moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction.

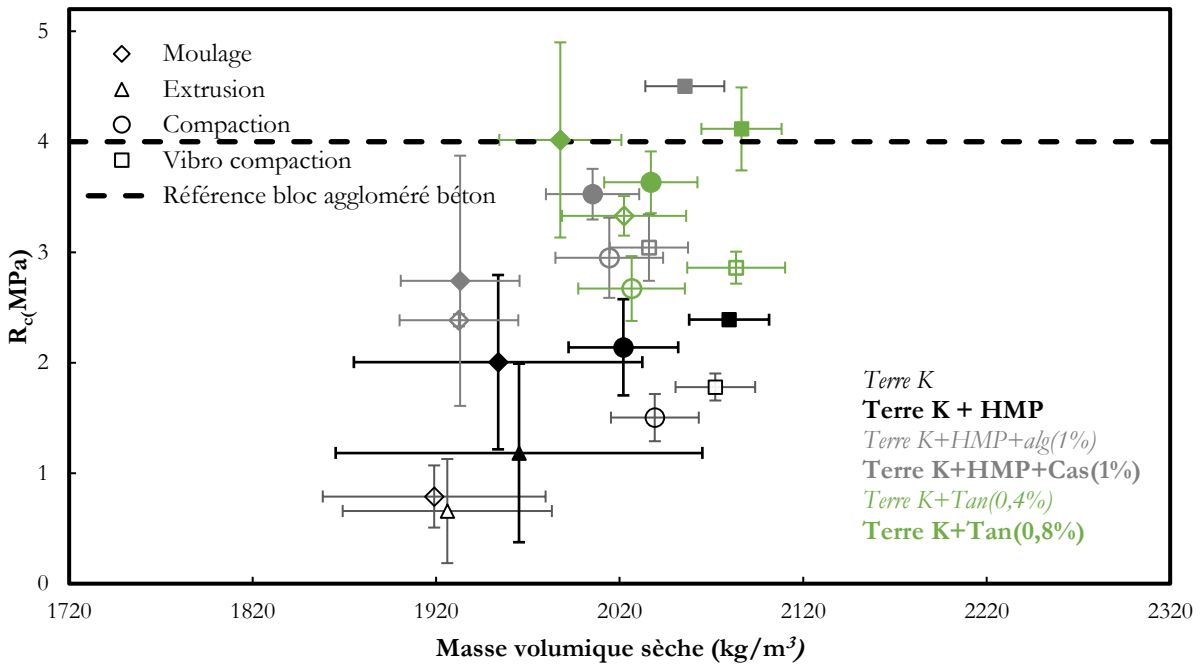


Figure VI-1: Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre K en fonction de leurs modes de mise en œuvre

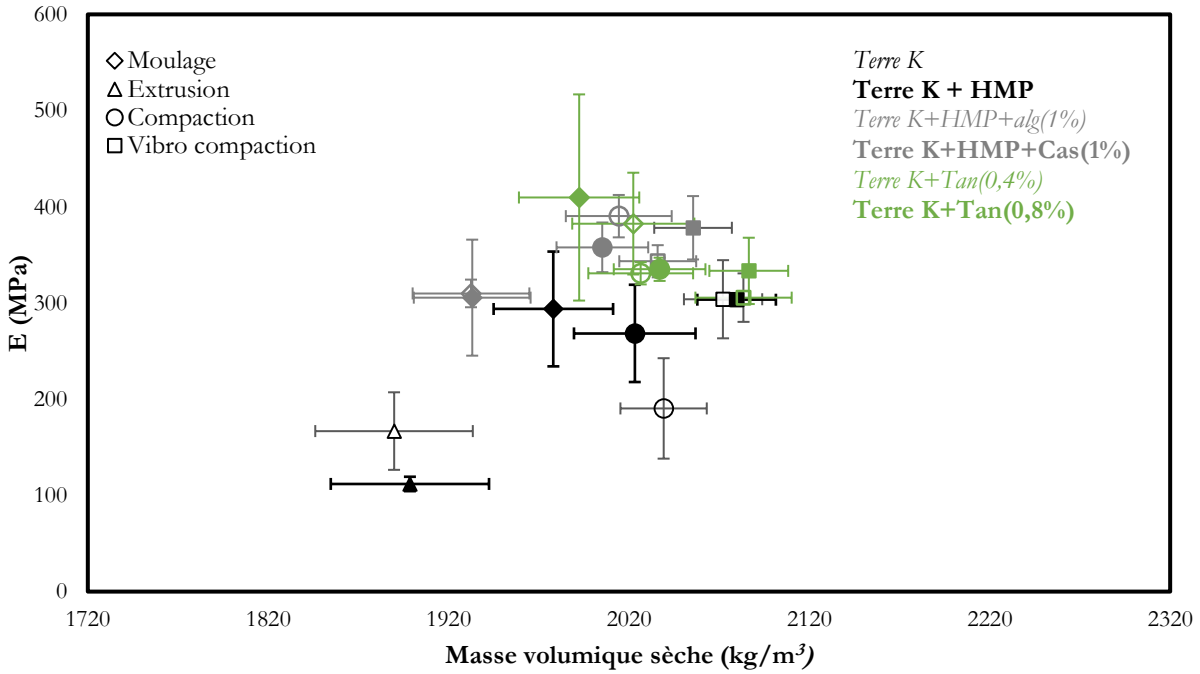


Figure VI-2: Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre K en fonction de leurs modes de mise en œuvre

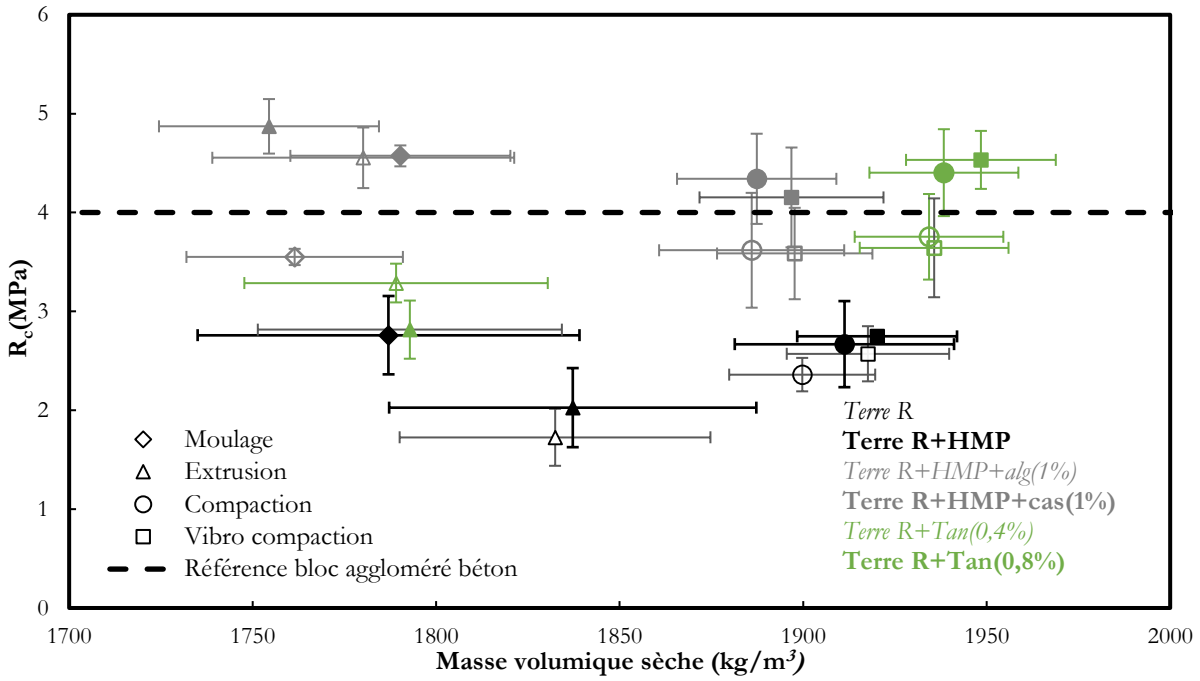


Figure VI-3: Évolution des résistances à la compression (Rc en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m3) pour certaines formulations de la terre R en fonction de leurs modes de mise en œuvre

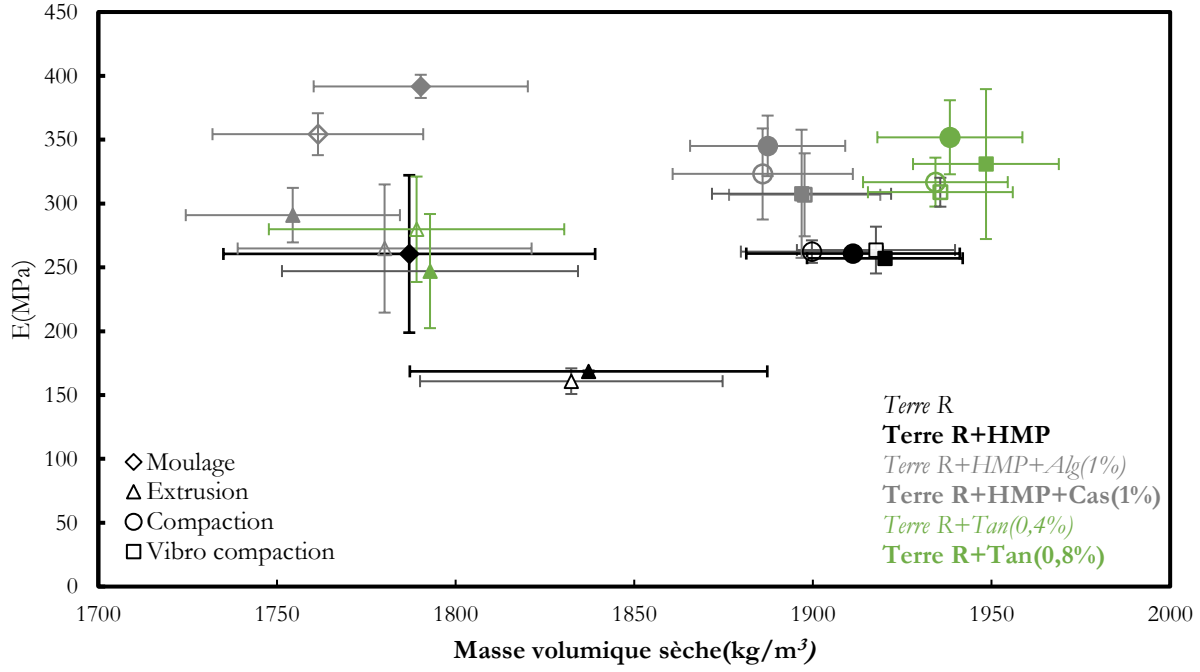


Figure VI-4 : Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/ m³) pour certaines formulations de la terre R en fonction de leurs modes de mise en œuvre

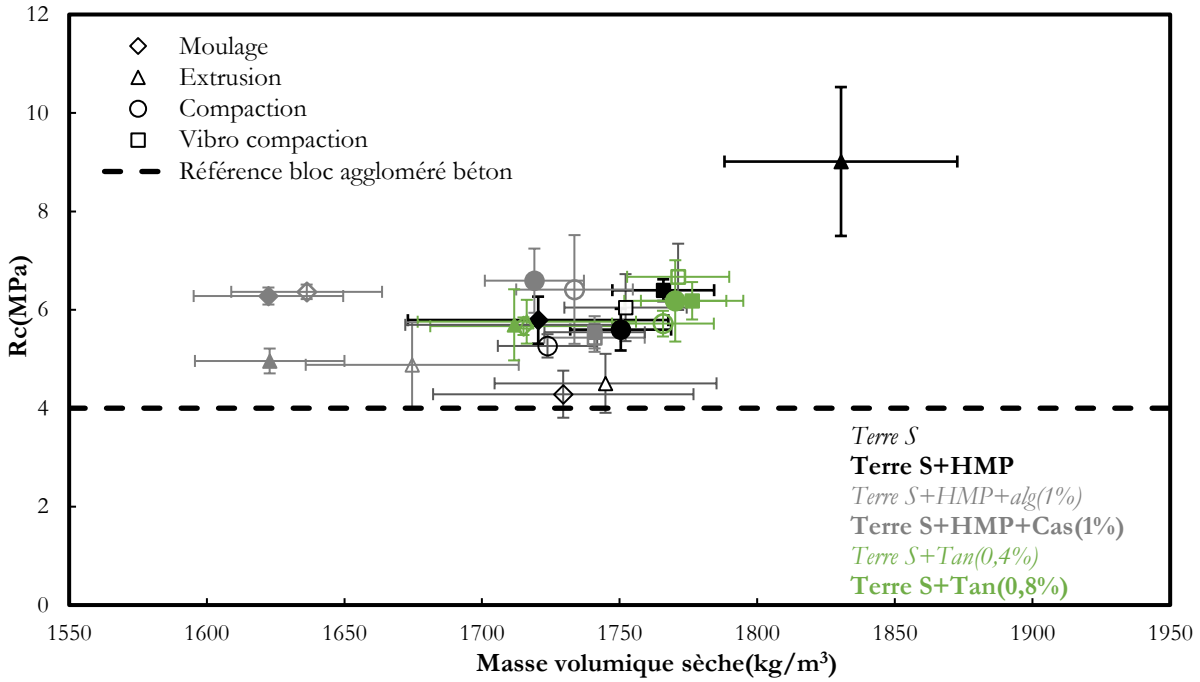


Figure VI-5 : Évolution des résistances à la compression (R_c en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre S en fonction de leurs modes de mise en œuvre

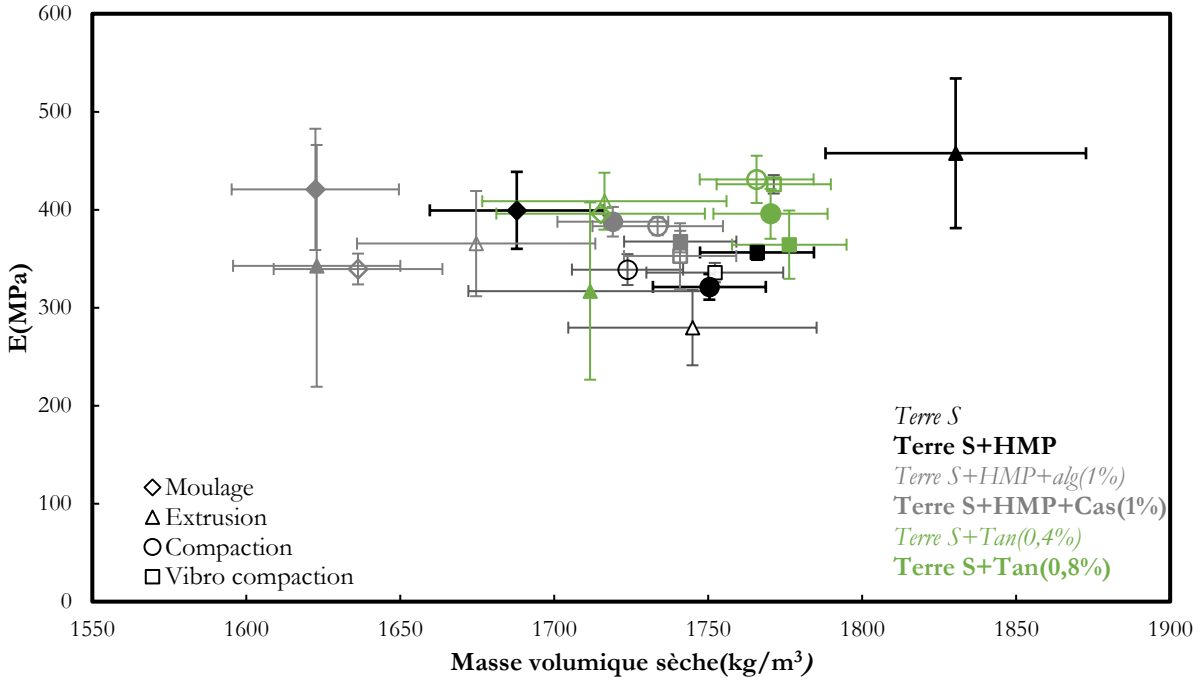


Figure VI-6 : Évolution des modules d'élasticité en compression (E en MPa) en fonction de leurs masses volumiques sèches (kg/m³) pour certaines formulations de la terre S en fonction de leurs modes de mise en œuvre

3. Annexe 3 : Limites pour la détermination des valeurs d'A_{cap}

Comparaisons des coefficients d'absorption d'eau capillaire A_{cap} obtenus à l'aide de 3 méthodes différentes pour toutes les formulations des terres K, R et S.

Selon le type de courbe d'absorption obtenue, il semble donc que certaines méthodes de détermination des coefficients d'absorption A_{cap} peuvent présenter des limites. Les limites de ces trois méthodes ont été étudiées pour chacune des trois différentes formes de courbes d'absorption rencontrées. Le but est aussi d'identifier une des trois méthodes qui serait la plus fiable pour comparer des valeurs d'A_{cap} déterminées de la même façon pour tous les types de formulations testées.

D'abord, la figure VI-7 présente la courbe d'absorption obtenue pour un échantillon de la formulation de la terre K+HMP+OSE, soumis à cet essai qui présente un comportement du type n°1 pour lequel les phases 1 et 2 d'absorption ne sont pas vraiment distinctes et la phase 1 n'est donc pas linéaire. Ce type de comportement a régulièrement été rencontré lors de cette campagne expérimentale, notamment à cause de l'effet de la gravité sur l'absorption capillaire. Si pour ce type de courbe la régression polynomiale de la méthode de Hall semble être la plus adaptée pour décrire correctement le comportement du matériau soumis à l'absorption, la méthode à une tangente semble moins appropriée. En effet comme cette figure l'illustre, il parait assez compliqué de placer la tangente correctement sur la première phase de la courbe et selon le domaine d'étude les variations de mesures peuvent être larges. Pour le type de comportement n°1 où la phase 1 et la phase 2 ne sont pas linéaires et distinctes, la méthode à une tangente présente donc des limites et peut mener à des A_{cap} variant d'un rapport de 2. Dans leur étude, C. Feng et H. Janssen arrivaient d'ailleurs à la même conclusion [225]. Cependant si le domaine d'étude de la « phase 1 » est bien défini pour cette méthode à 1 tangente, il est possible d'approcher la valeur obtenue à l'aide de la méthode de Hall qui permet de prendre en compte la courbure de la courbe d'absorption (ici de 0,048 $kg.m^{-2}.s^{-0,5}$).

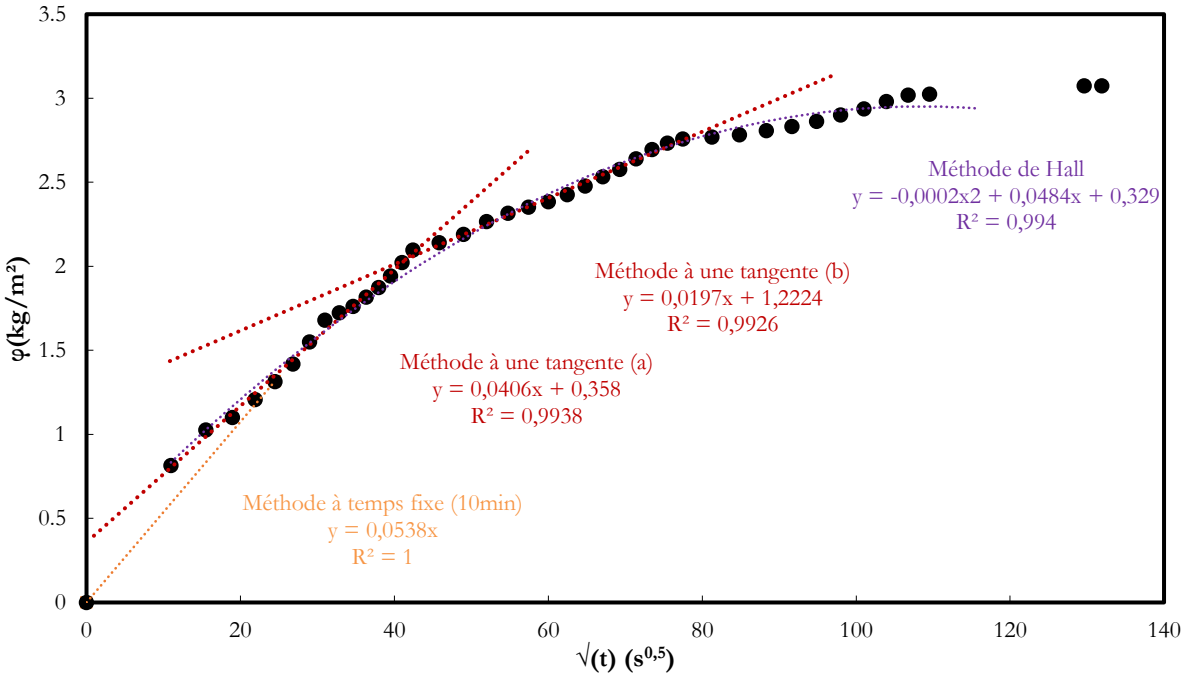


Figure VI-7: Courbe d'absorption pour un échantillon Terre K+HMP+OSE, différentes méthodes de détermination du Acap

Ensuite à l'aide des figures VI-8 et VI-9, présentant les types de comportement n°2 et n°3 observés lors de certains essais d'absorption (ici les formulations Terre K+HMP+Ca0 pour le comportement n°2 et Terre S+HMP pour le comportement n°3), les limites de la méthode de Hall peuvent aussi être mises en valeur.

Dans le cas du comportement n°2 (figure VI-8) régulièrement rencontré, où les phases 1 et 2 sont bien distinctes et que la phase 1 est presque linéaire, analyser la courbe d'absorption par une régression polynomiale (méthode de Hall) mène à des valeurs erronées, très probablement surestimées, trois fois supérieures à celles obtenues par la méthode à une tangente qui permet d'approcher précisément la phase 1

de la courbe d'absorption. La méthode de Hall présente donc une première limite pour décrire correctement les courbes d'absorption de type n°2 présentant une première phase très linéaire. Il est important de noter que ce type d'écart entre les méthodes due à la méthode de Hall n'a été observé que pour les trois terres K formulées avec de la chaux aérienne.

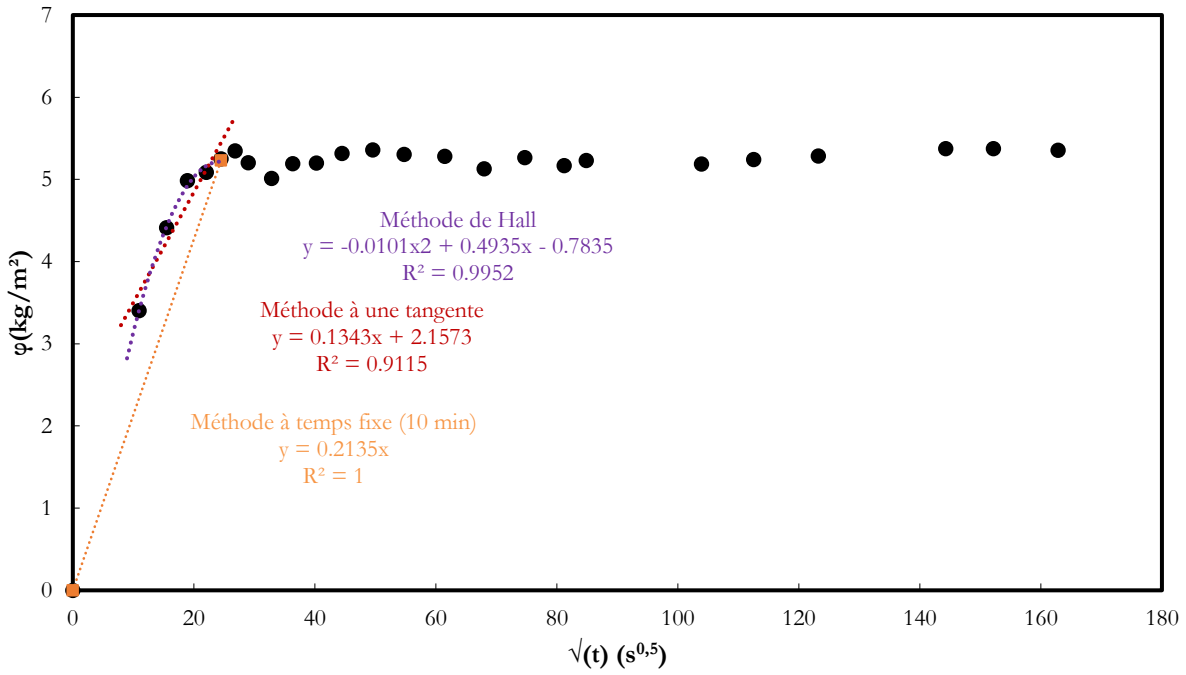


Figure VI-8: Courbe d'absorption pour un échantillon Terre K+HMP+CaO, différentes méthodes de détermination du A_{cap}

Dans le cas du comportement de type n°3 visible sur la figure VI-9, cette méthode de Hall mène à des erreurs encore plus significatives. En effet dans certains cas, lorsque les deux phases de la courbe d'absorption sont bien distinctes, la première phase d'absorption est convexe. C'est le cas plusieurs fois pour des formulations de la terre S et certaines formulations des trois terres avec des protections de surfaces (biocalcification, huile de lin en surface ou vernis à base d'huiles végétales). Cette forme convexe de la première phase d'absorption met en valeur le fait qu'il y un ralentissement important de la vitesse d'absorption au début de l'essai qui s'estompe ensuite pour ces formulations, ce qui est assez logique pour les échantillons protégés en surface seulement. Néanmoins, pour décrire l'absorption durant l'essai et déterminer un A_{cap} pertinent, il ne s'agit pas de considérer seulement son comportement initial mais bien de considérer la phase 1 d'absorption dans son ensemble. La méthode à une tangente permet une estimation assez correcte et précise d'un A_{cap} sur la phase 1 à l'aide d'une régression linéaire. Pour la méthode de Hall, ce ralentissement initial puis l'accélération de l'absorption d'eau capillaire dans les minutes suivantes donnant une forme convexe à la première phase, induisent de grandes erreurs de mesures : en effet la régression polynomiale réalisée sur cette première phase épouse la forme convexe de la courbe et sous-estime largement A_{cap} (10 fois plus petit dans le cas de la figure VI-9). C'est la deuxième limite, et la plus problématique, de la méthode de Hall quand il s'agit de déterminer des A_{cap} de matériaux formulés à base de terre aux propriétés très différentes.

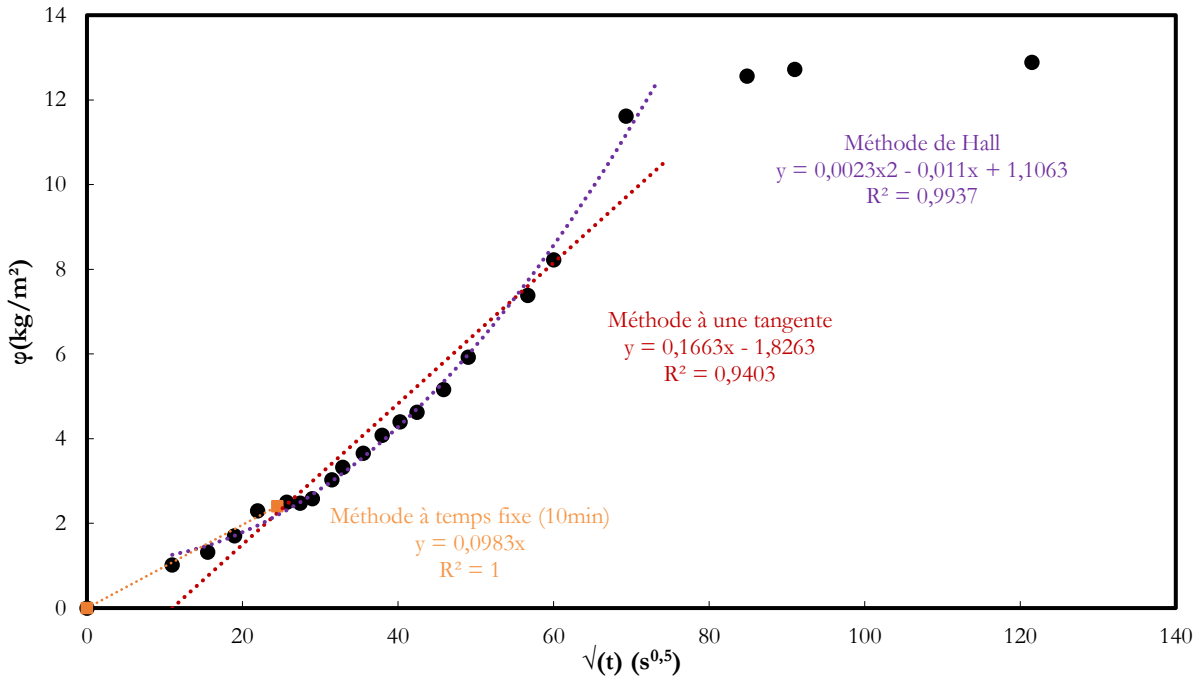


Figure VI-9: Courbe d'absorption pour un échantillon Terre S+HMP, différentes méthodes de détermination du A_{cap}

Enfin les trois figures (VI-7, VI-8 et VI-9) illustrent bien les limites de la méthode de détermination des A_{cap} à temps fixe (10 minutes). En effet cette méthode fixée sur une très courte durée ne tient pas compte des cinétiques particulières des formulations testées. Par exemple dans le cas de la figure VI-7 qui n'a pas de phases 1 et 2 distinctes, l'Acap déterminé sera légèrement surestimé en ne prenant en compte que le début de l'absorption alors que dans le cas de la figure VI-9 à la phase 1 convexe, cet A_{cap} sera largement sous-estimé ne prenant en compte que le fort ralentissement initial de l'absorption. Cette méthode à temps fixe, pourtant prise comme référence dans la norme AFNOR XP P 13-901 [23], est ainsi à éviter car basée sur un temps d'observation trop court et non adapté à toutes les formulations. Cette méthode est aussi dépendante de la géométrie de l'éprouvette, le front de saturation pouvant atteindre la face supérieure de l'éprouvette en moins de 10 minutes dans le cas d'éprouvettes de petites dimensions.

Pour chacun des échantillons de toutes les formulations des trois terres K, R et S, des valeurs d'A_{cap}/n ont été déterminées à l'aide de ces trois méthodes afin de les comparer, et de sélectionner une méthode unique, polyvalente et efficace dans le but de déterminer des A_{cap}/n qui puissent être comparables pour toutes les formulations testées. Pour la méthode à une tangente dans le cas des comportements n°1, une attention particulière a été portée aux domaines des courbes d'absorption étudiés, en cherchant à décrire au mieux la cinétique d'absorption dès le début de l'essai d'absorption jusqu'à la première inflexion franche de la courbe, qui pourrait logiquement correspondre à une transition moins marquée entre la phase 1 et la phase 2, comme cela a été réalisé sur la figure VI-7 dans le cas de l'utilisation (a) de la méthode à une tangente. Ainsi la valeur d'A_{cap} déterminée à l'aide de la méthode à une tangente est assez proche de la valeur la plus précise déterminée à l'aide de la méthode de Hall par régression polynomiale pour ces formes de courbes d'absorption.

La figure VI-10 permet donc de comparer, pour toutes les formulations testées de la terre S, les A_{cap}/n déterminés à l'aide des trois méthodes différentes, leurs variations les uns par rapport aux autres, les écarts types des mesures pour chaque méthode, pour chaque formulation (à chaque fois au moins deux échantillons de chaque formulation ont été soumis à un essai d'absorption). Ces mêmes graphiques, obtenus pour toutes les formulations des terres K et R sont disponibles sur les figures VI-11 et VI-12 en fin de cette annexe Ici les A_{cap}/n ont été exprimés en $g.m^{-2}.s^{-0,5}$ (plutôt qu'en $kg.m^{-2}.s^{-0,5}$) afin d'être plus facilement lisibles et comparables.

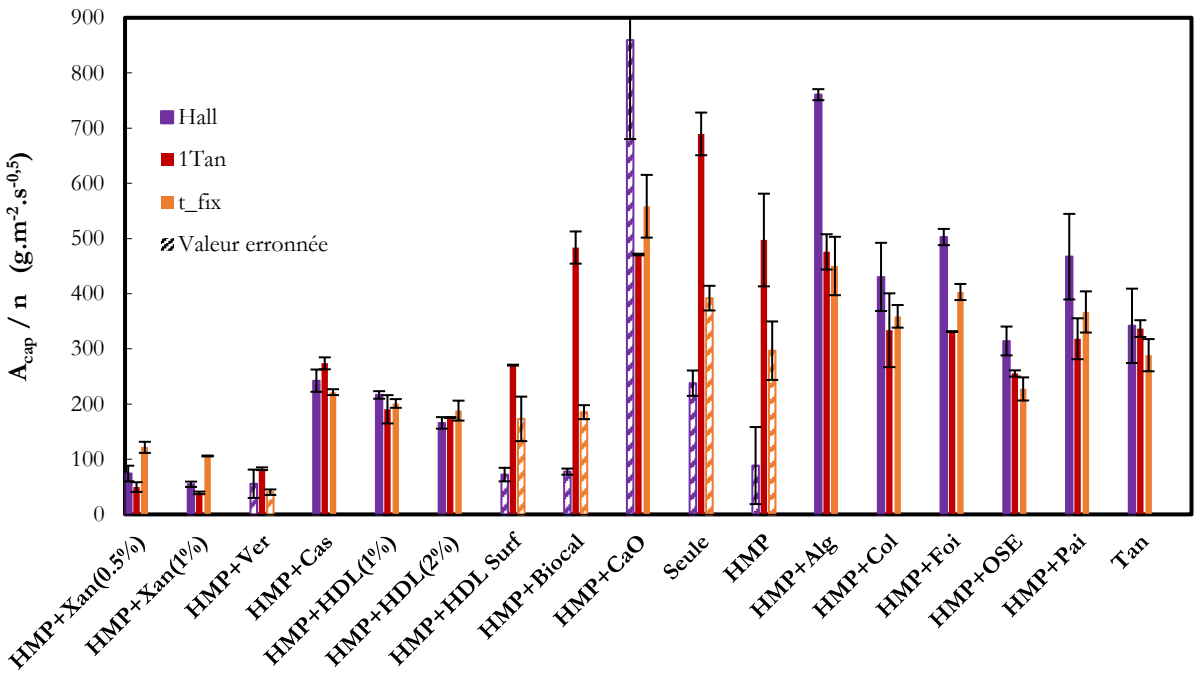


Figure VI-10: Comparaison des valeurs de A_{cap} obtenues à l'aide de trois méthodes différentes pour toutes les formulations testées de la terre S

Sur cette figure VI-10 et sur les deux figures VI-11 et VI-12, les valeurs erronées dues aux limites de certaines méthodes décrites précédemment ont été repérés par des hachures. Pour les trois terres (figures VI-10, VI-11 et VI-12) il est assez clair que la méthode de Hall n'est pas adaptée pour déterminer un A_{cap} pertinent quand elles sont formulées avec de la chaux (CaO), l'A_{cap} étant surestimé comme expliqué précédemment à l'aide de la figure VI-8. Les autres erreurs remarquables de détermination d'A_{cap} sont toutes dues à des phases 1 d'absorption présentant des formes convexes, menant à des valeurs erronées et sous estimées d'A_{cap} lorsque les méthodes de Hall ou à temps fixe sont utilisées. Ces erreurs sont observées à chaque fois pour les formulations des trois terres protégées en surface à l'aide de vernis à base d'huiles végétales (Ver sur figures VI-10, VI-11 et VI-12). Pour la terre S, de plus nombreuses formulations présentent cette forme de courbe d'absorption menant à ce type d'erreur avec les méthodes de Hall ou à temps fixe: Terre S seule, Terre S+HMP, Terre S+HMP+Biocal et Terre S+HMP+HDL Surf. Ce comportement semble donc régulièrement rencontré dans le cas de traitements de protection de surface comme le vernis, l'huile de lin ou la biocalcification. Dans le cas de la terre S, il semblerait que sa nature minéralogique et sa distribution granulométrique soient à l'origine de ces comportements particuliers et cet aspect sera mis en valeur dans les paragraphes suivants.

Ces trois méthodes de calcul des A_{cap} ont vraisemblablement été développées pour des matériaux granulaires poreux dont les particules n'interagissaient pas de la même manière que les argiles interagissent avec l'eau. C'est pourquoi elles ne sont parfois pas idéales pour décrire les cinétiques d'absorption pour certaines formulations et certaines terres.

Quoiqu'il en soit, il est assez clair sur ces graphiques que la méthode à temps fixe manque de précision et ne permet pas de déterminer des valeurs d'A_{cap} précises et régulières dans certains cas. La méthode de Hall, plutôt fiable et précise dans beaucoup de cas, se montre très approximative et faussée pour quelques formulations données des terres K et R (avec CaO et Ver) et pour un nombre encore plus important de formulations de la terre S (6 formulations différentes). Malgré quelques limites précédemment illustrées, la méthode à une tangente fournit une valeur exploitable dans tous les cas de figures rencontrés si les précautions relatives au domaine d'étude évoquées précédemment dont suivies. Dans les quelques cas où la phase 1 n'est pas linéaire (comportements n°1 et n°3), en s'appuyant sur les méthodes de Hall et à temps fixe, il est possible de fixer un intervalle d'étude précis s'arrêtent à l'inflexion la plus marquée de la courbe d'absorption et y appliquer une régression linéaire. C'est donc cette méthode à une tangente qui sera utilisée

dans cette étude pour comparer les différents ajouts en termes de cinétique d'absorption capillaire (A_{cap}). Dans l'étude comparative, pour limiter les effets des variations de densités entre les échantillons testés, toutes les valeurs d'A_{cap} déterminées à l'aide de la méthode à une tangente ont été pondérées par la porosité apparente n de ces échantillons (A_{cap}/n). Les w_{cap} déterminés après saturation totale des échantillons ont aussi été déterminés lorsque c'était possible.

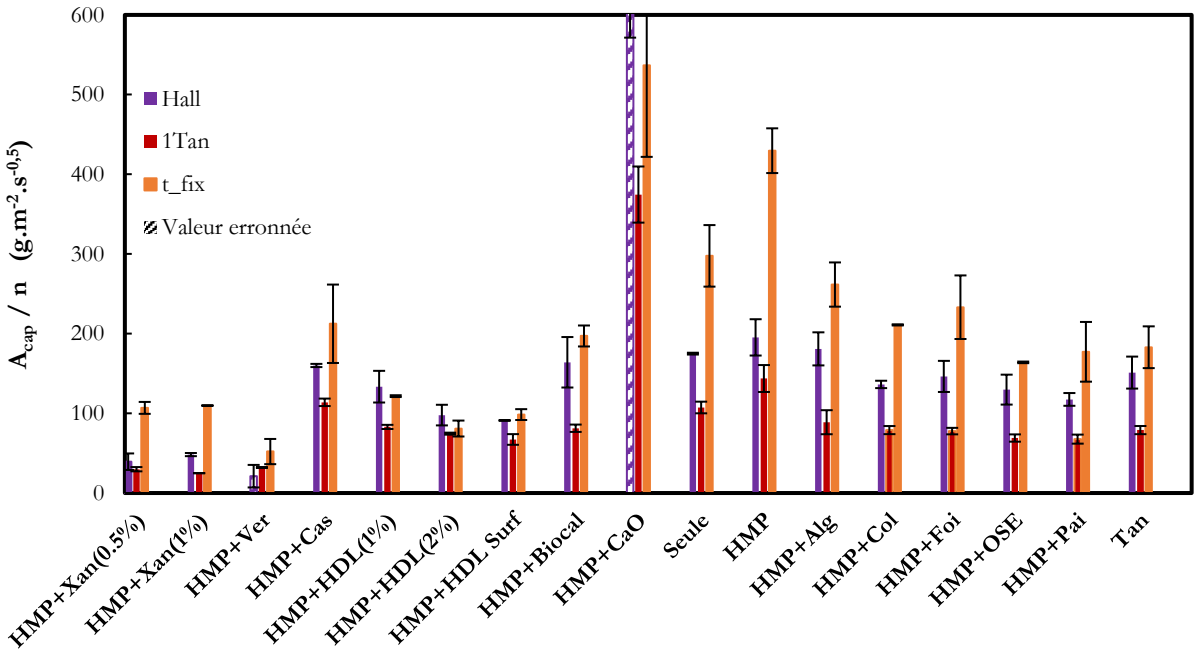


Figure VI-11: Comparaison des valeurs de A_{cap} obtenues à l'aide de trois méthodes différentes pour toutes les formulations testées de la terre K

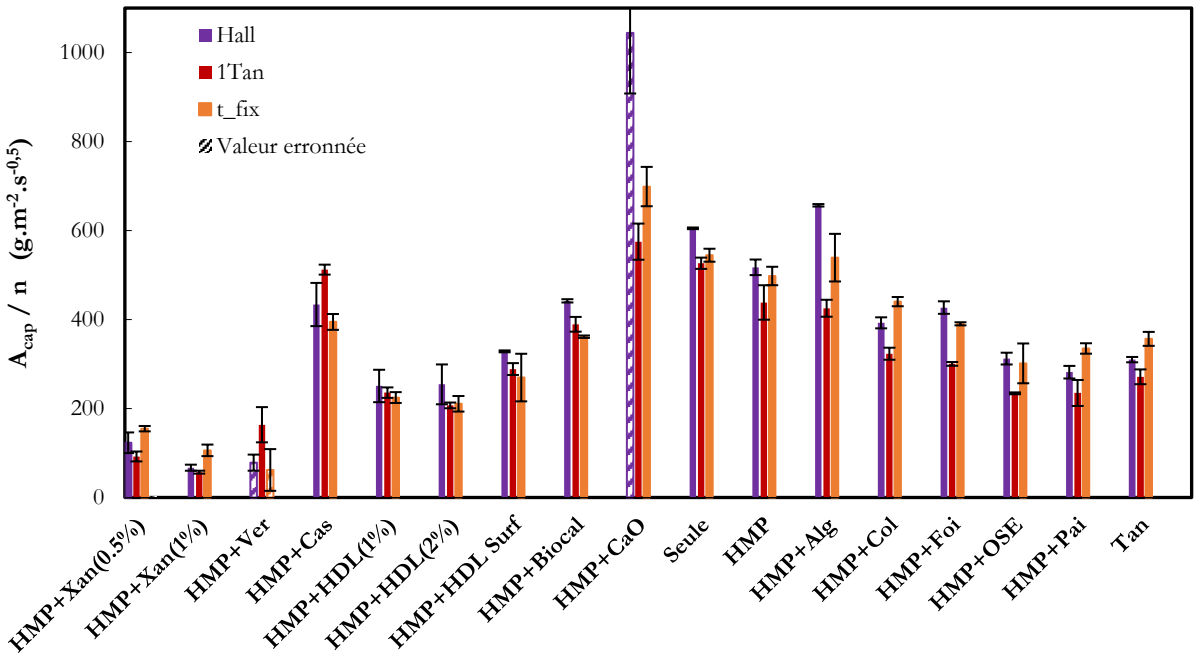


Figure VI-12: Comparaison des valeurs de A_{cap} obtenues à l'aide de trois méthodes différentes pour toutes les formulations testées de la terre R

4. Annexe 4 : Potentielles utilisations de formulations des terres K, R et S au regard de leur résistance à l'érosion, selon la méthode de Frencham.

Formulation/Terre	K	R	S
Seule	2	4	3
HMP	1	3	3
Tan 0,4%	1	2	2
Tan 0,8%	1	2	2
OSE	2	2	2
HMP+ HDL 1%	1	1	1
HMP + HDL 2%	1	1	1
HMP +Xan 0,5%	1	1	1
HMP + Xan 1%	1	1	1
HMP + Alg 1%	2	2	2
HMP + Cas 1%	1	2	1
HMP + HDLSurf	1	1	1
HMP + Ver	1	1	1
HMP+ Biocal	1	3	2

Tableau VI-1: Indices d'érodabilité E_1 obtenus pour chaque formulation de terre étudiée, selon Frencham [248]

Terre	K			R			S		
Formulation / milieu	très exposé	rural	suburbain	très exposé	rural	suburbain	très exposé	rural	suburbain
Seule	NON	OK	OK	NON	NON	NON	NON	NON	OK
HMP	OK	OK	OK	NON	NON	OK	NON	NON	OK
Tan 0,4%	OK	OK	OK	NON	OK	OK	NON	OK	OK
Tan 0,8%	OK	OK	OK	NON	OK	OK	NON	OK	OK
HMP+ HDL 1%	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
HMP + HDL 2%	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
OSE	NON	OK	OK	NON	OK	OK	NON	OK	OK
HMP +Xan 0,5%	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
HMP + Xan 1%	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
HMP + Alg 1%	NON	OK	OK	NON	OK	OK	NON	OK	OK
HMP + Cas 1%	OK	OK	OK	NON	OK	OK	OK	OK	OK
HMP + HDLSurf	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
HMP + Ver	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
HMP+ Biocal	OK	OK	OK	NON	NON	OK	NON	OK	OK

Tableau VI-2: Possible mise en œuvre de chaque formulation de terre étudiée selon l'environnement considéré au regard de sa résistance à l'érosion, selon Frencham [248]

5. Annexe 5 : Évolution de la hauteur moyenne de front d'érosion au cours de l'essai pour plusieurs formulations de la terre R.

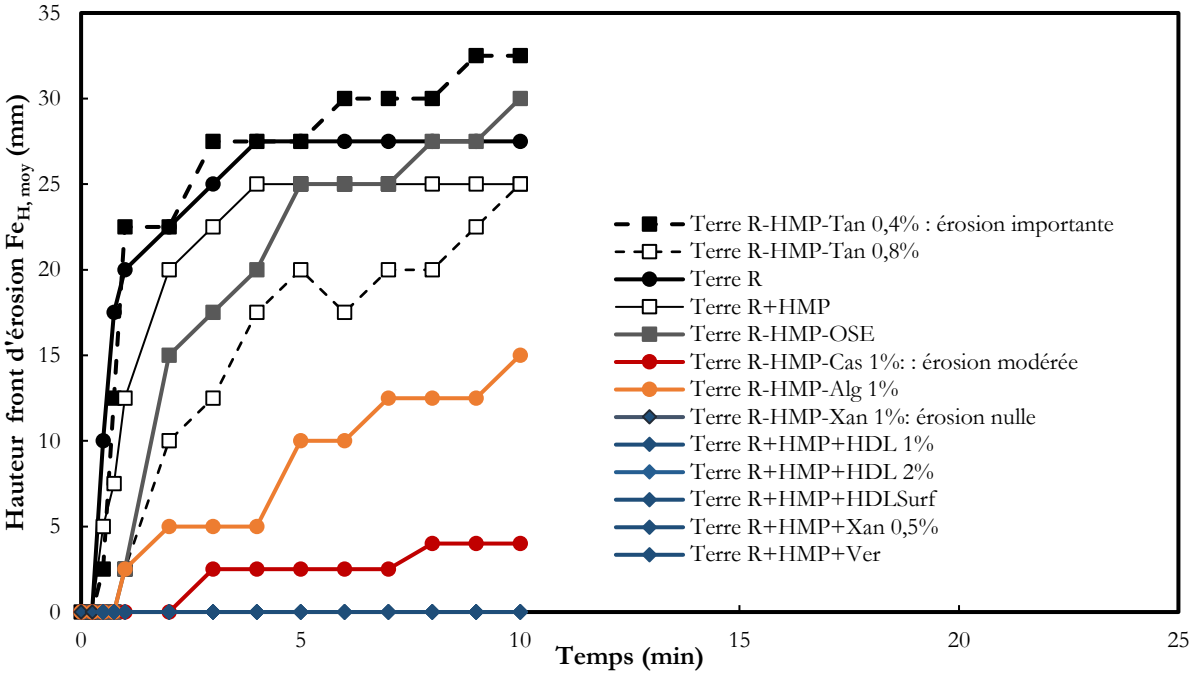


Figure VI-13: Évolution de la hauteur moyenne de front d'érosion au cours de l'essai pour plusieurs formulations de la terre R.

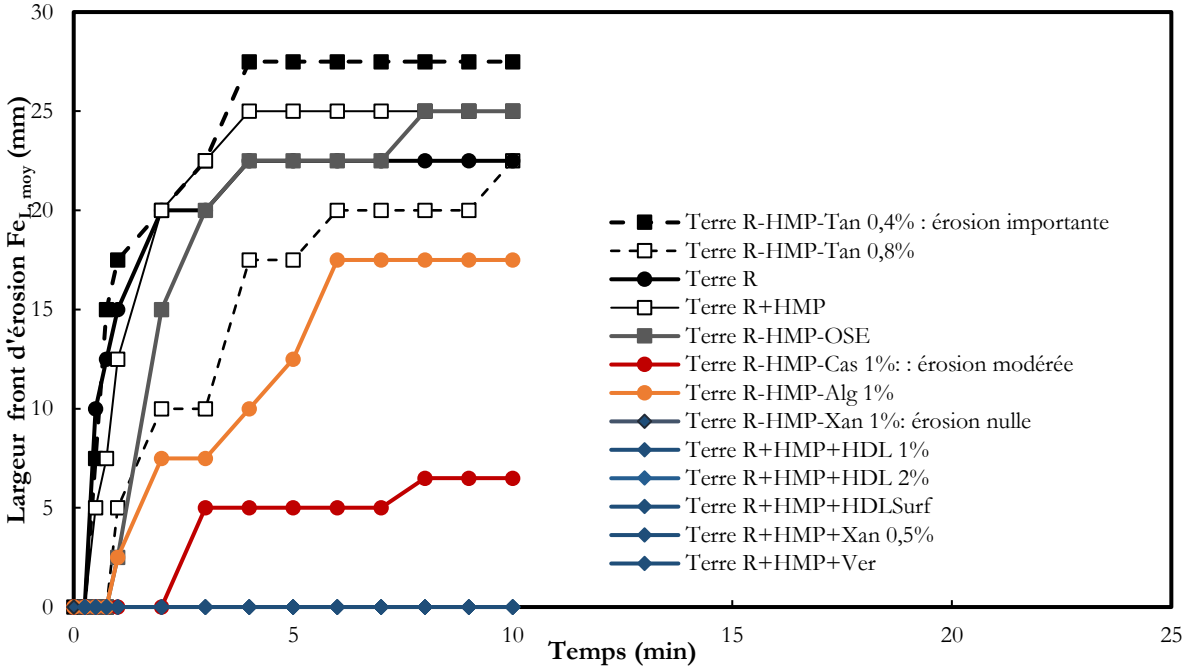


Figure VI-14: Évolution de la largeur moyenne de front d'érosion au cours de l'essai pour plusieurs formulations de la terre R.

6. Annexe 6 : Paramètres t_1, V_1 et t_2 déterminés lors du suivi de l'évolution de l'érosion pour toutes les formulations testées

Formulation de la terre K	$Fe_{L, moy}$ Largeur du front d'érosion			$Fe_{H, moy}$ Hauteur du front d'érosion			Volume érodé (cm^3) : Billes de silice
	t_1 (min)	V_1(mm/min)	t_2 (min)	t_1 (min)	V_1(mm/min)	t_2 (min)	
Seule	2	5,0	3	2	2,5	5	0,16
HMP	0,75	1,9	6	0,75	3,2	7	-
Tan 0,4%	0,75	1,8	5	0,75	1,8	5	0,05
Tan 0,8%	-	-	-	-	-	-	-
OSE	1	3,1	5	1	7,5	2	0,09
HMP+ HDL 1%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + HDL 2%	-	-	-	-	-	-	-
HMP +Xan 0,5%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + Xan 1%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + Alg 1%	3	1,7	6	3	1,7	6	0,06
HMP + Cas 1%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + HDLSurf	-	-	-	-	-	-	-
HMP + Ver	-	-	-	-	-	-	-
HMP+ Biocal	-	-	-	-	-	-	-

Tableau VI-3: Paramètres t_1, V_1 et t_2 déterminés lors du suivi de l'évolution de l'érosion pour toutes les formulations testées de la terre K

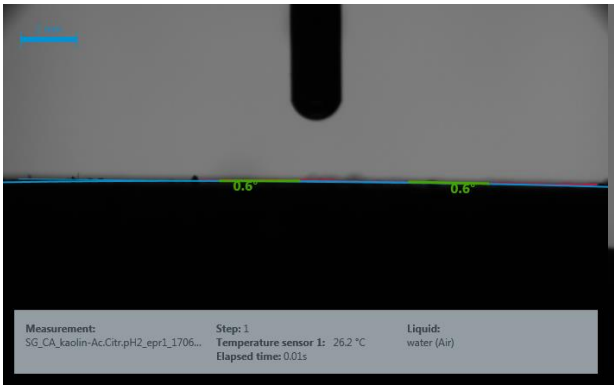
Formulation de la terre R	$Fe_{L, moy}$ Largeur du front d'érosion			$Fe_{H, moy}$ Hauteur du front d'érosion			Volume érodé (cm^3) : Billes de silice
	t_1 (min)	V_1(mm/min)	t_2 (min)	t_1 (min)	V1(mm/min)	t_2 (min)	
Seule	0,5	6,4	4	0,5	7,9	4	2,16
HMP	0,5	7,1	4	0,5	7,1	4	1,13
Tan 0,4%	0,75	6,5	5	0,75	5,7	6	1,02
Tan 0,8%	1	5,8	4	1	5,8	4	0,28
OSE	1	7,5	4	1	6,3	5	0,47
HMP+ HDL 1%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + HDL 2%	-	-	-	-	-	-	-
HMP +Xan 0,5%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + Xan 1%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + Alg 1%	1	3,5	6	1	6,3	5	0,22
HMP + Cas 1%	3	5,0	4	3	2,5	4	0,01
HMP + HDLSurf	-	-	-	-	-	-	-
HMP + Ver	-	-	-	-	-	-	-
HMP+ Biocal	1	10,0	3	1	7,5	4	0,84

Tableau VI-4: Paramètres t_1, V_1 et t_2 déterminés lors du suivi de l'évolution de l'érosion pour toutes les formulations testées de la terre R

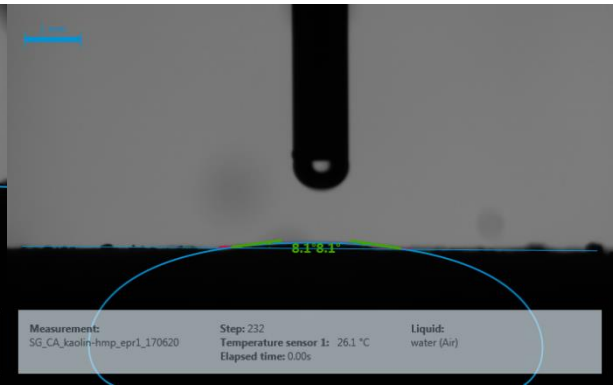
Formulation de la terre S	$Fe_{L, moy}$ Largeur du front d'érosion			$Fe_{H, moy}$ Hauteur du front d'érosion			Volume érodé (cm^3) : Billes de silice
	t_1 (min)	V_1(mm/min)	t_2 (min)	t_1 (min)	V1(mm/min)	t_2 (min)	
Seule	2	5,6	6	2	11,3	4	1,60
HMP	2	7,5	5	2	7,5	5	1,23
Tan 0,4%	-	-	-	-	-	-	0,31
Tan 0,8%	5	7,5	6	5	5,0	6	0,10
OSE	3	2,5	4	3	2,5	4	0,01
HMP+ HDL 1%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + HDL 2%	-	-	-	-	-	-	-
HMP +Xan 0,5%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + Xan 1%	-	-	-	-	-	-	-
HMP + Alg 1%	2	5,0	5	2	4,0	7	0,09
HMP + Cas 1%	6	1,3	8	6	1,3	8	0,00
HMP + HDLSurf	-	-	-	-	-	-	-
HMP + Ver	-	-	-	-	-	-	-
HMP+ Biocal	6	5,0	7	6	5,0	7	0,03

Tableau VI-5: Paramètres t_1, V_1 et t_2 déterminés lors du suivi de l'évolution de l'érosion pour toutes les formulations testées de la terre S

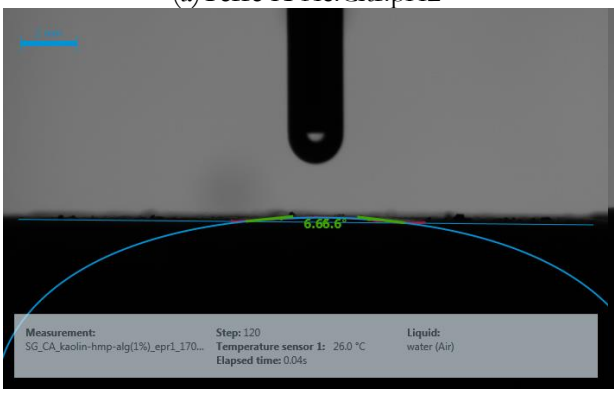
7. Annexe 7 : Angles de contact observés instantanément à la surface d'échantillons extrudés ou compactés de différentes formulations des terres K, R et S.



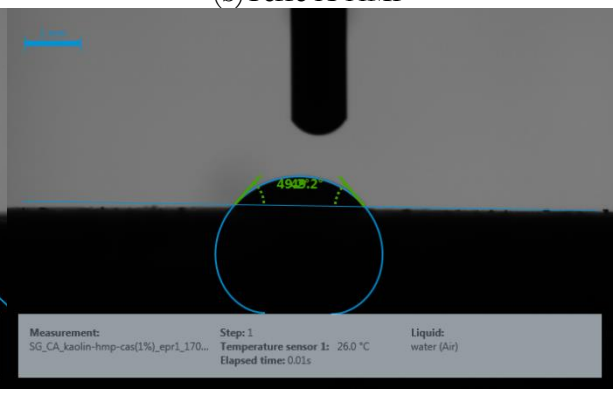
(a)Terre K-Ac.Citr.pH2



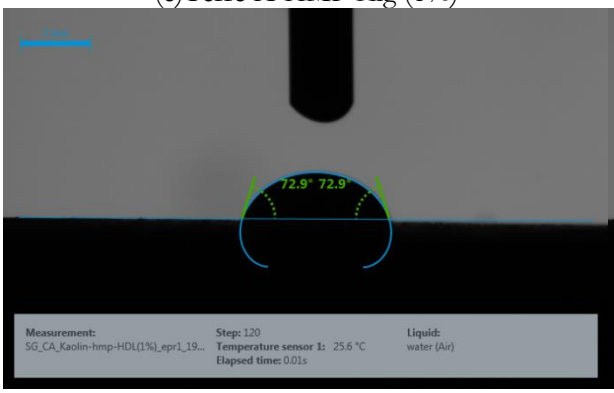
(b)Terre K-HMP



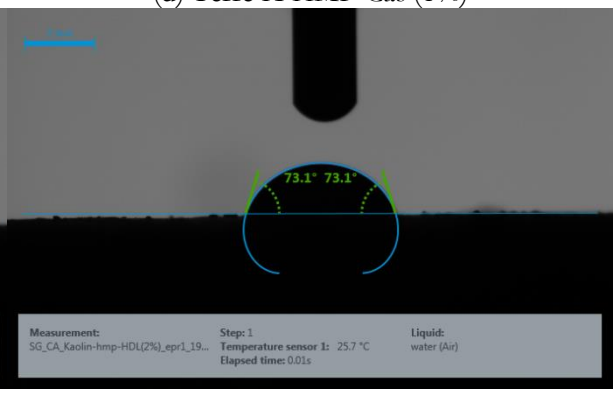
(c)Terre K-HMP-Alg (1%)



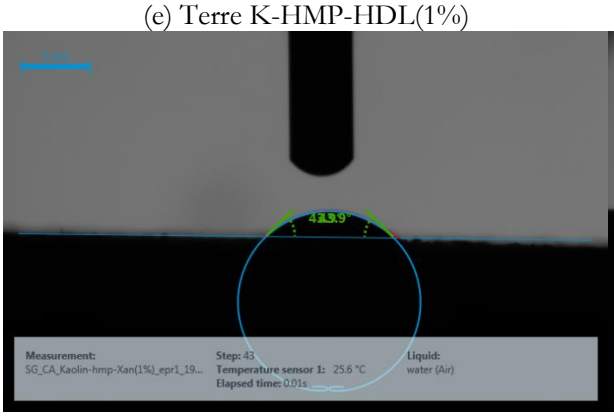
(d) Terre K-HMP-Cas (1%)



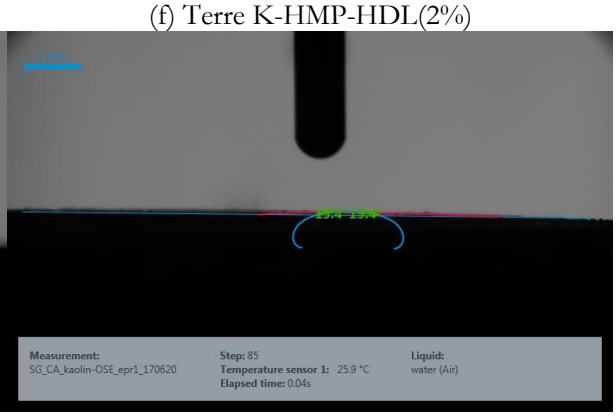
(e) Terre K-HMP-HDL(1%)



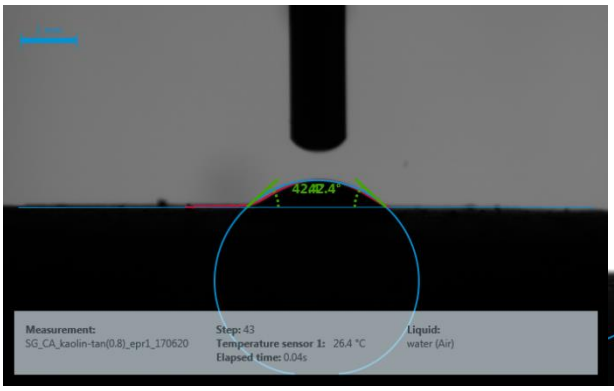
(f) Terre K-HMP-HDL(2%)



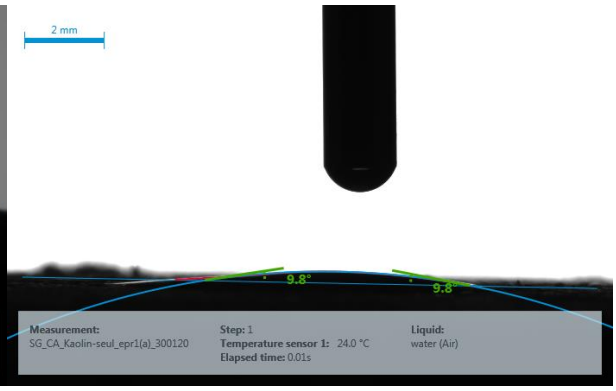
(g) Terre K-HMP-Xan(1%)



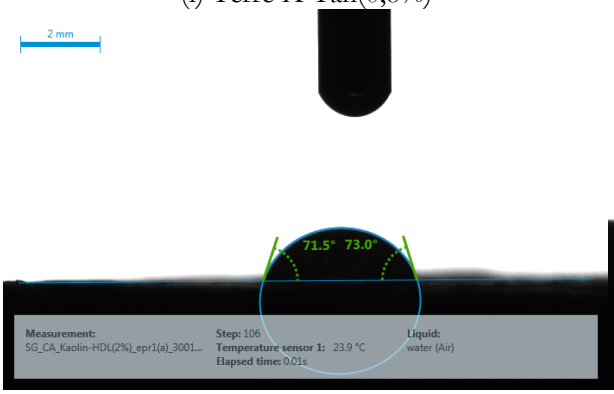
(h) Terre K-OSE



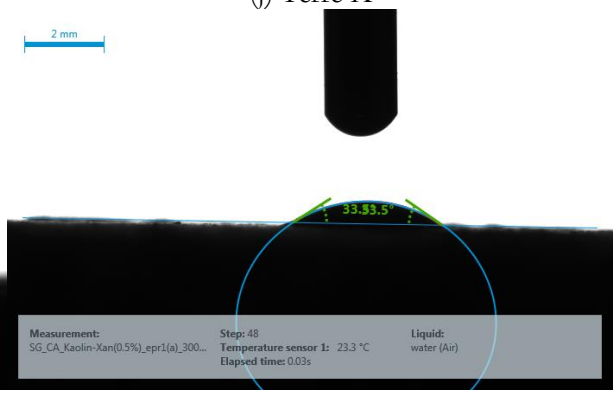
(i) Terre K-Tan(0,8%)



(j) Terre K

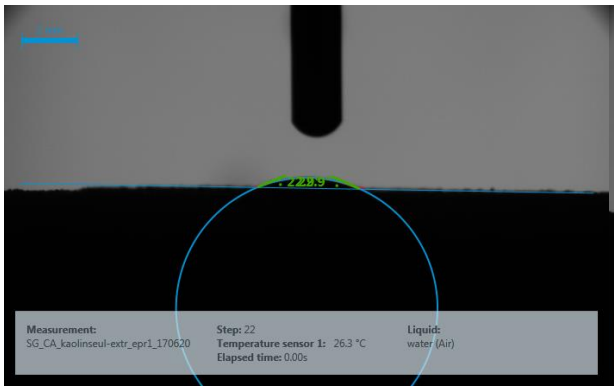


(k) Terre K-HDL(2%)

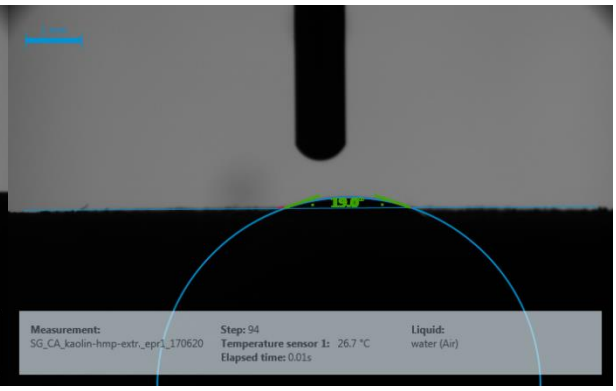


(l) Terre K-Xan(0,5%)

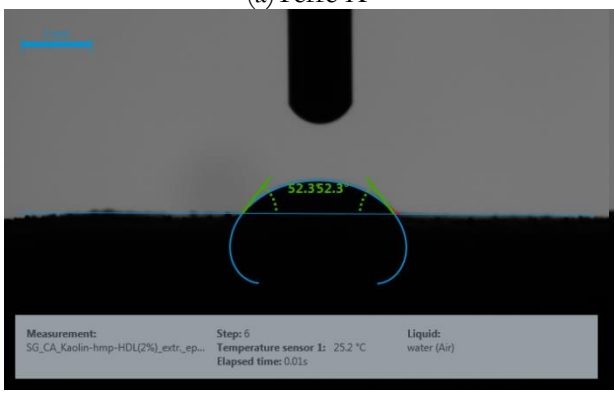
Figure VI-15: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations compactées de la terre K



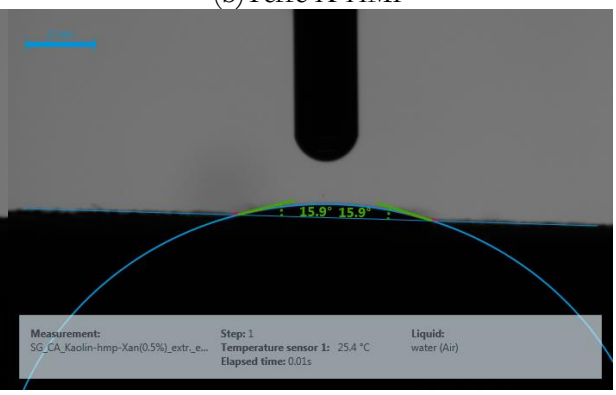
(a)Terre K



(b)Terre K-HMP

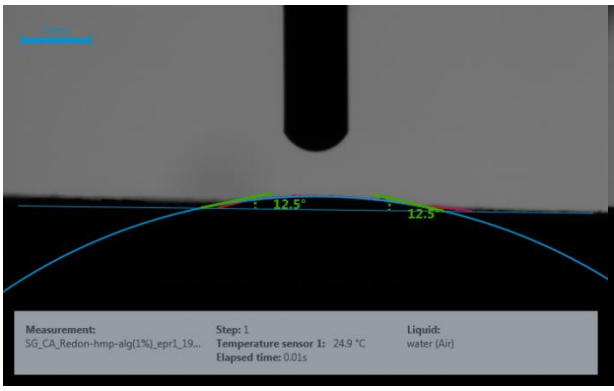


(c) Terre K-HMP-HDL(2%)

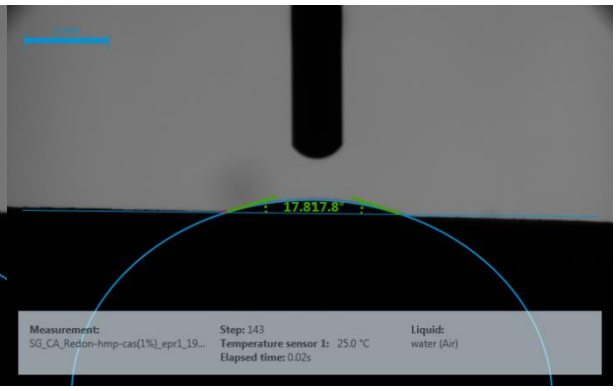


(d) Terre K-HMP-Xan(0,5%)

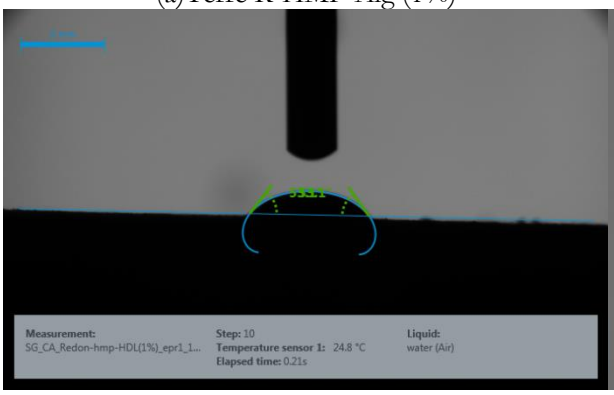
Figure VI-16: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations extrudées de la terre K



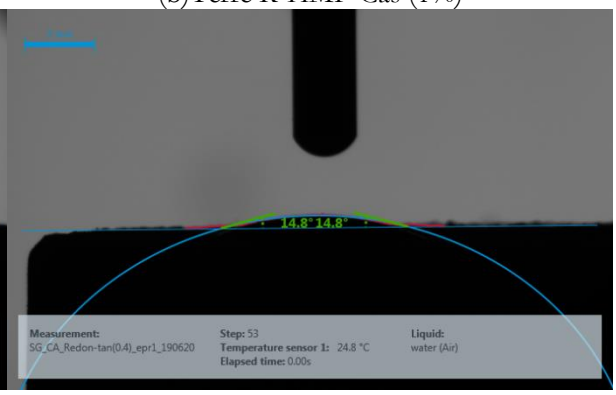
(a)Terre R-HMP-Alg (1%)



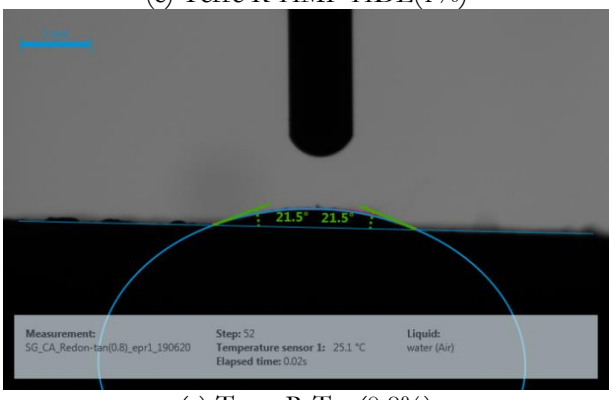
(b)Terre R-HMP-Cas (1%)



(c) Terre R-HMP-HDL(1%)

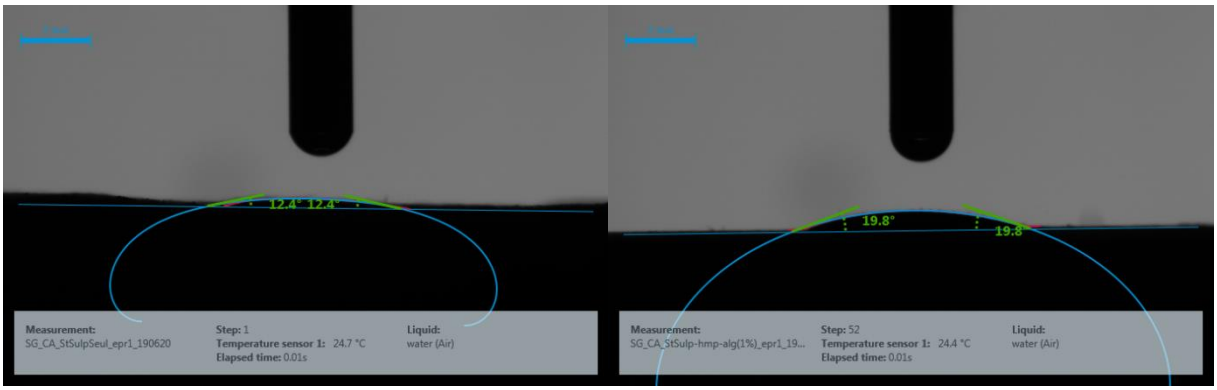


(d) Terre R-Tan(0,4%)



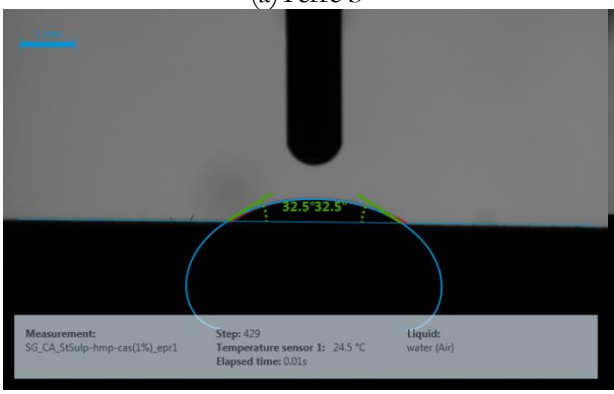
(e) Terre R-Tan(0,8%)

Figure VI-17: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations extrudées de la terre R

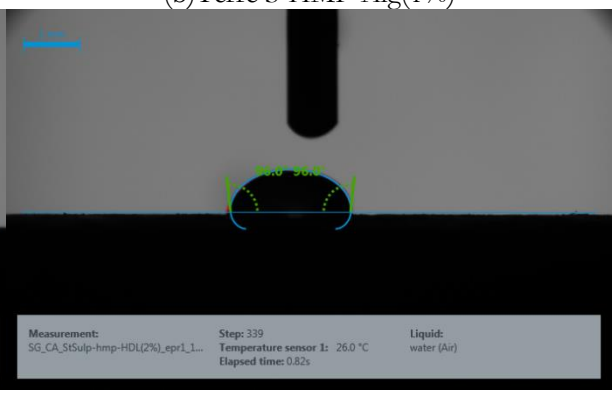


(a)Terre S

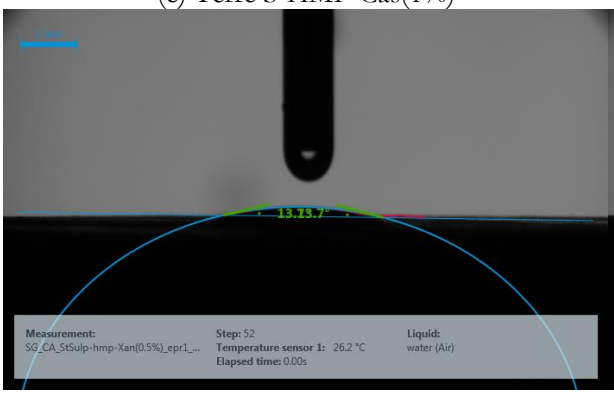
(b)Terre S-HMP-Alg(1%)



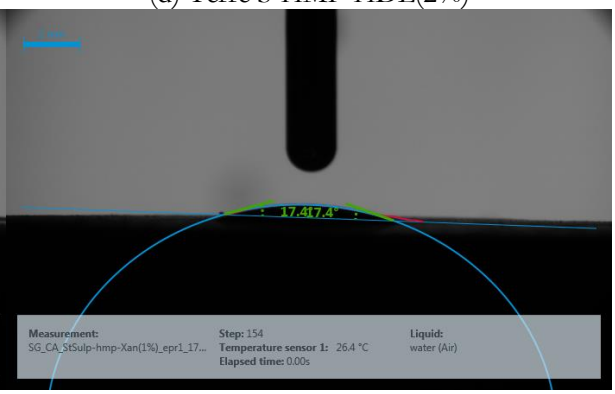
(c) Terre S-HMP-Cas(1%)



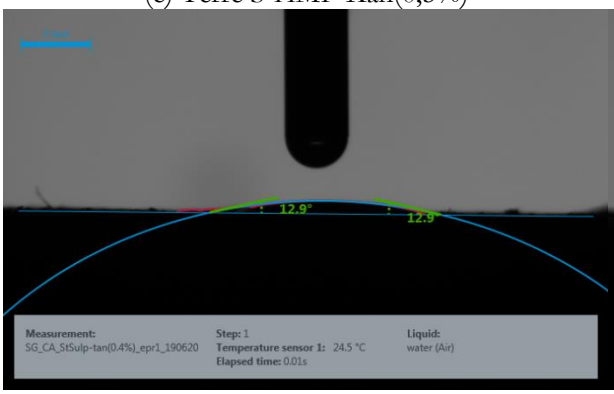
(d) Terre S-HMP-HDL(2%)



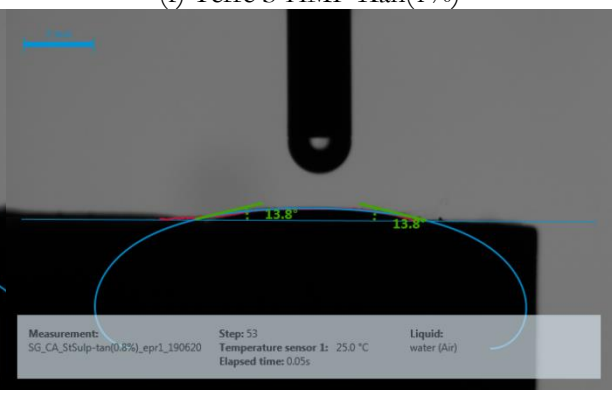
(e) Terre S-HMP-Xan(0,5%)



(f) Terre S-HMP-Xan(1%)

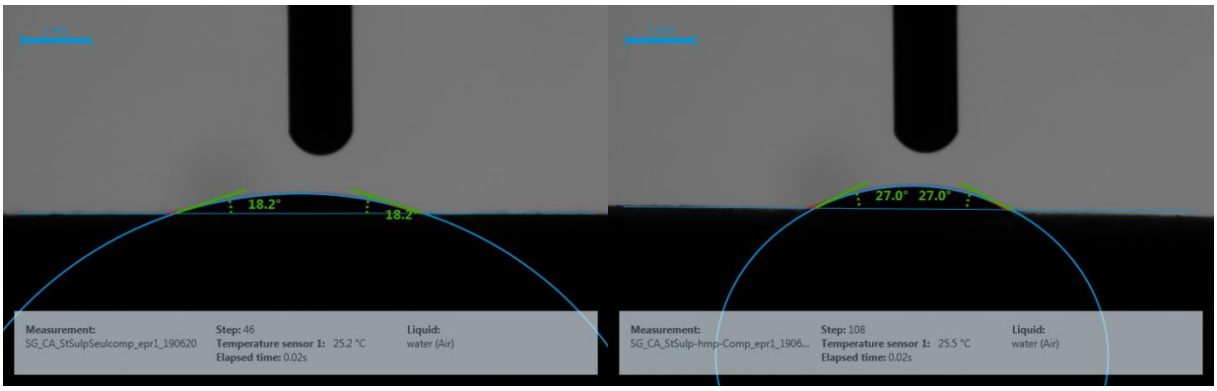


(g) Terre S-Tan(0,4%)

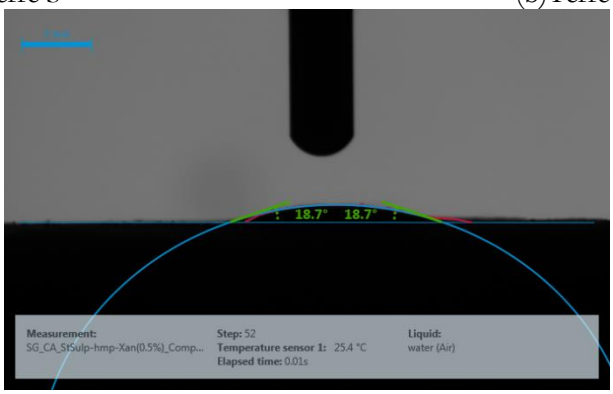


(h) Terre S-Tan(0,8%)

Figure VI-18: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations extrudées de la terre S



(a)Terre S (b)Terre S-HMP



(c) Terre S-HMP- Xan(0,5%)

Figure VI-19: Exemples d'angles de contact observées instantanément pour plusieurs formulations compactées de la terre S

8. Annexe 8 : Évolutions d'angles de contacts à la surface d'échantillons extrudés ou compactés de différentes formulations des terres K, R et S.

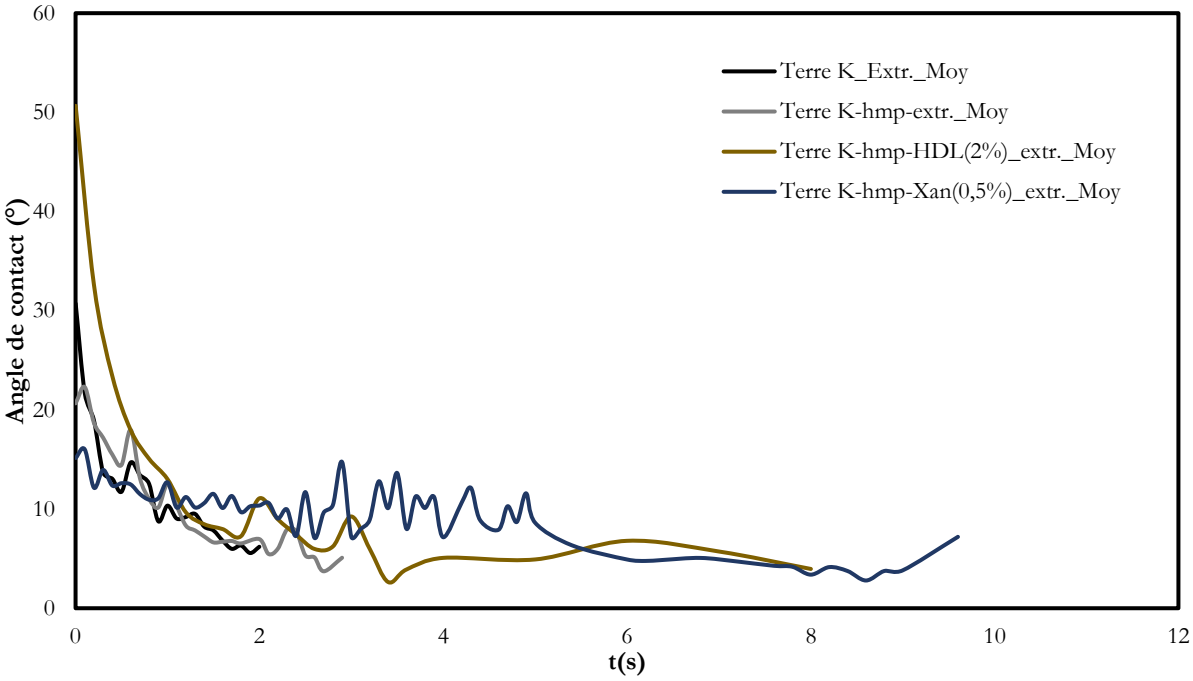


Figure VI-20: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations extrudées de la terre K en fonction du temps

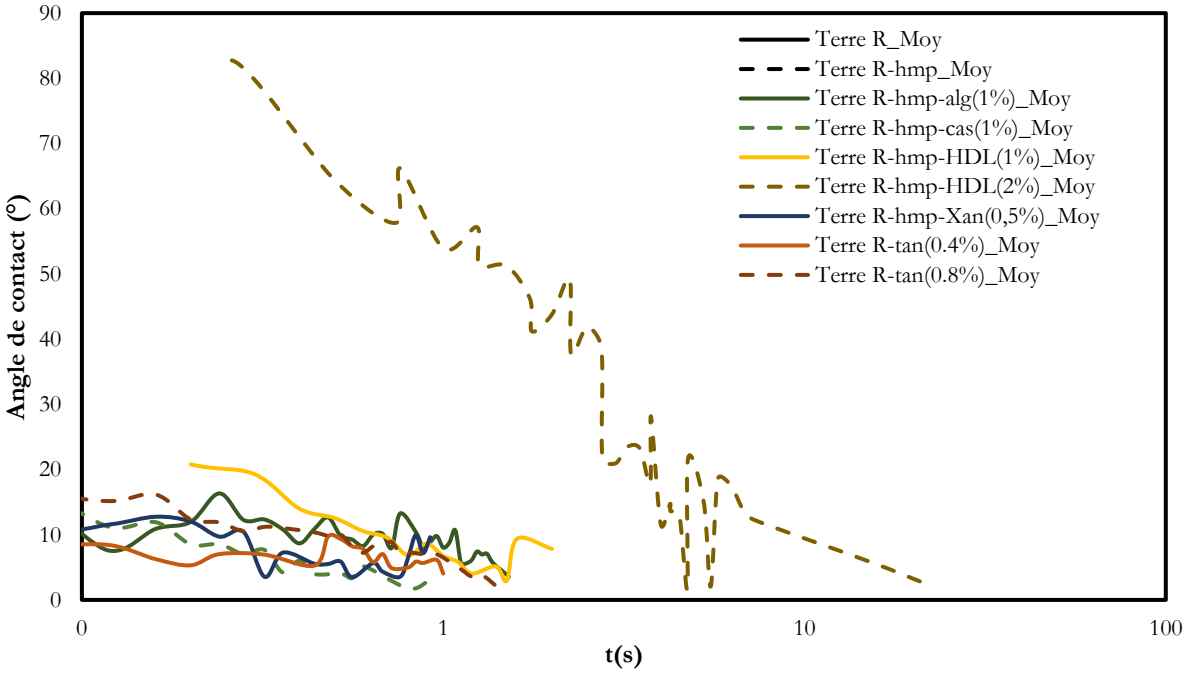


Figure VI-21: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations extrudées de la terre R en fonction du temps

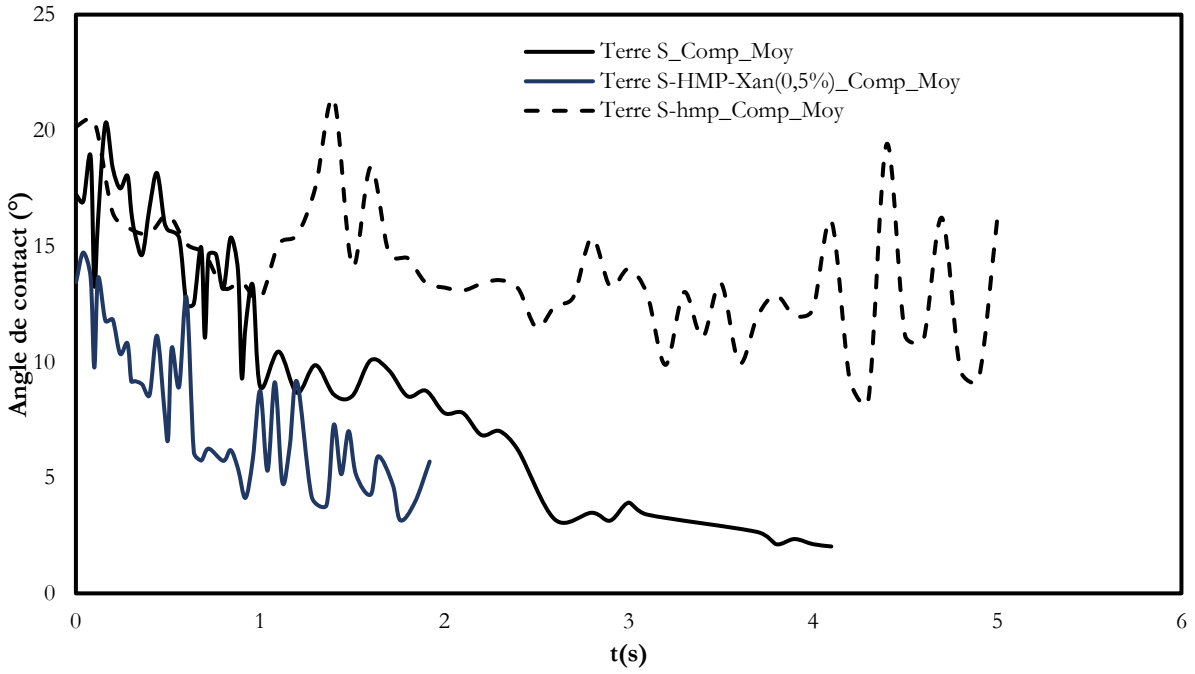
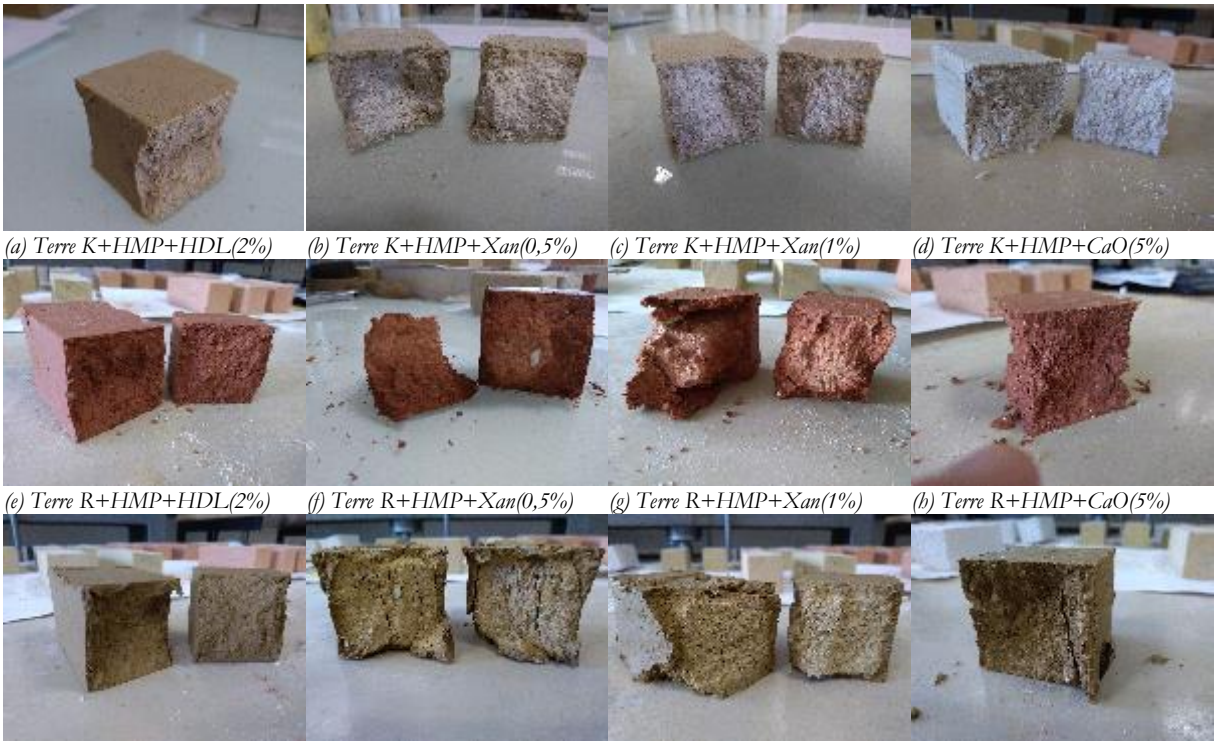


Figure VI-22: Évolution des angles de contacts mesurés à la surface d'échantillons de différentes formulations compactées de la terre S en fonction du temps

9. Annexe 9 : Aspects internes des éprouvettes testées en compression après immersion selon des procédures inspirées par la norme XP P 13-901, évolution des fronts d'humidité



(a) Terre K+HMP+HDL(2%) *(b) Terre K+HMP+Xan(0,5%)* *(c) Terre K+HMP+Xan(1%)* *(d) Terre K+HMP+CaO(5%)*

(e) Terre R+HMP+HDL(2%) *(f) Terre R+HMP+Xan(0,5%)* *(g) Terre R+HMP+Xan(1%)* *(h) Terre R+HMP+CaO(5%)*

(i) Terre S+HMP+HDL(2%) *(j) Terre S+HMP+Xan(0,5%)* *(k) Terre S+HMP+Xan(1%)* *(l) Terre S+HMP+CaO(5%)*

*Figure VI-23: Aspect interne des éprouvettes 40*40*160 mm3 soumises à deux heures d'immersion seulement*

(a) 15 min Immersion *(b) 30 min Immersion* *(c) 1h Immersion* *(d) 1h30 Immersion*

*Figure VI-24: Aspect interne des éprouvettes 40*40*160 mm³ de la formulation Terre S+HMP+HDL(2%) après différents temps d'immersion*

(a) 15 min Immersion *(b) 30 min Immersion* *(c) 1h Immersion* *(d) 1h30 Immersion*

*Figure VI-25: Aspect interne des éprouvettes 40*40*160 mm³ de la formulation Terre S+HMP+Xan(0,5%) après différents temps d'immersion*

10. Annexe 10 : Évolutions des teneurs en eaux et des résistances à la compression en fonction du temps d'immersion d'éprouvettes moulées 40*40*160 mm³ de 2 formulations de la terre S

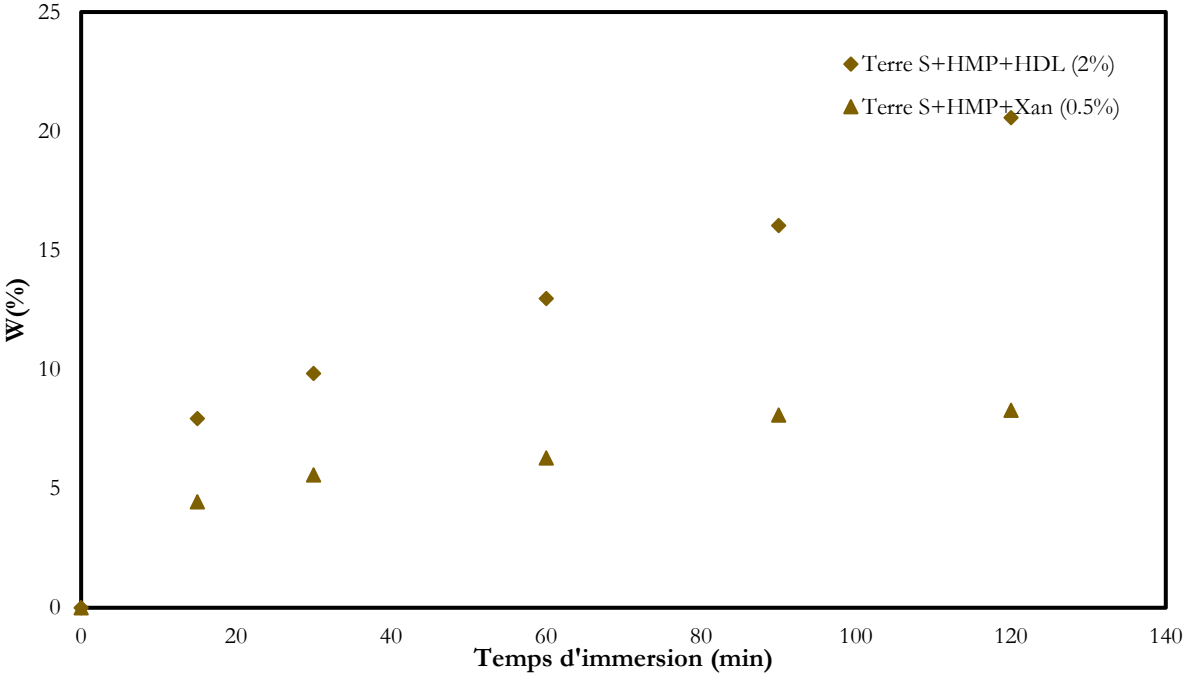


*Figure VI-26: Évolution de la teneur en eau d'éprouvettes moulées 40*40*160 mm³ obtenue après différentes durées d'immersion pour deux formulations différentes de la terre S*

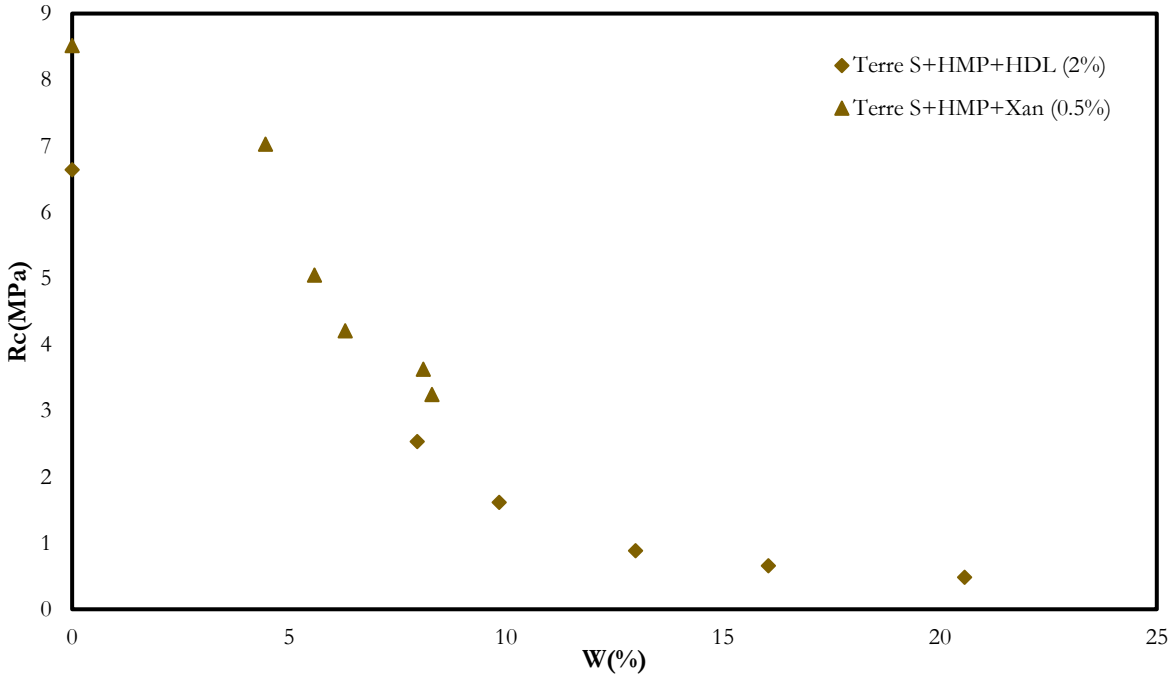


*Figure VI-27: Évolution de la résistance à la compression d'éprouvettes moulées 40*40*160 mm³ en fonction de la teneur en eau obtenue après différentes durées d'immersion pour deux formulations différentes de la terre S*

11. Annexe 11 : Résistances à la compression à l'état sec d'éprouvettes de tailles différentes pour deux formulations données

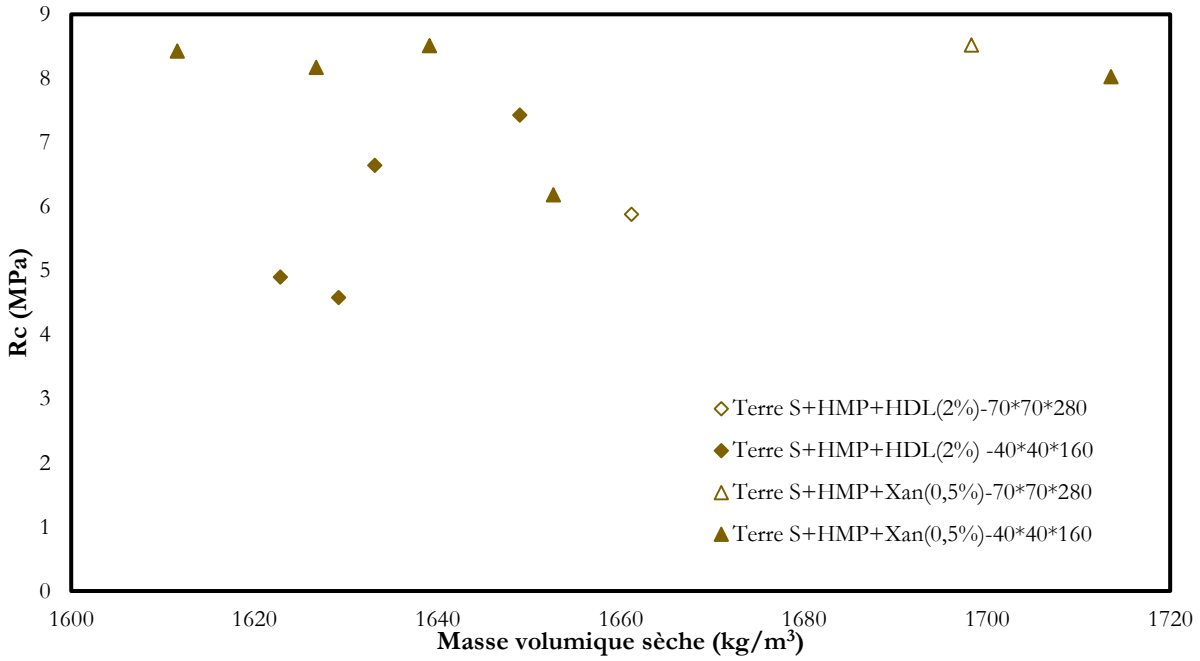


Figure VI-28: Résistances à la compression à l'état sec obtenues selon la taille des éprouvettes testées pour deux formulations données de la terre S

INSA de RENNES
Service des Formations

AVIS DU JURY SUR LA REPRODUCTION DE LA THESE SOUTENUE

Titre de la thèse:
Formulation et renforts de blocs en matériau terre pour une utilisation structurelle

Nom Prénom de l'auteur : GUIHÉNEUF SIMON

Membres du jury :
- Monsieur RANGEARD Damien
- Monsieur PERROT Arnaud
- Monsieur HABERT Guillaume
- Monsieur AUBERT Jean-Emmanuel
- Madame ROSIN Sandrine
- Monsieur PLE Olivier

Président du jury : O. Plé

Date de la soutenance : 03 Décembre 2020

Reproduction de la these soutenue

☒ Thèse pouvant être reproduite en l'état
☐ Thèse pouvant être reproduite après corrections suggérées

Fait à Rennes, le 03 Décembre 2020

Signature du président de jury

O. Plé

Le Directeur,

M'hamed DRISSI

DOCTORAT BRETAGNE LOIRE / SCIENCES POUR L'INGENIEUR

INSA RENNES

Titre : Formulation et renforts de blocs en matériau terre pour une utilisation structurelle

Mots clés : Construction en terre crue, stabilisants bio-sourcés, méthode de mise en œuvre, résistances mécaniques, rhéologie, durabilité

Résumé : Dans le contexte actuel d'accélération du changement climatique et d'augmentation de la population mondiale, le milieu de la construction doit faire face à des enjeux cruciaux : diminuer son impact environnemental tout en construisant suffisamment de logements. Face à ces enjeux, le développement de matériaux de construction bio-sourcés et locaux apparait comme une nécessaire alternative écologique à la construction en béton de ciment à l'impact environnemental conséquent. Cette thèse vise à développer des blocs de terre crue reproductibles, aux caractéristiques mécaniques maitrisées pour construire des bâtiments de trois étages. Les terres, stabilisées à l'aide d'ajouts bio-sourcés et sans liants hydrauliques, utilisées pour fabriquer ces blocs doivent être excavées en Bretagne.

Ainsi, trois terres représentatives de la variabilité des ressources à l'échelle locale sont d'abord caractérisées. Les comportements rhéologiques de formulations de ces terres avec différents ajouts sont ensuite appréhendés afin de les adapter à des modes de mise en œuvre étudiés : moulage, extrusion, compaction et vibro-compaction. Les caractéristiques mécaniques à l'état sec et en service présentées par chaque formulation de terre sont ensuite étudiées pour chaque procédé de mise en œuvre. Enfin des caractéristiques de durabilité de ces formulations de terres bretonnes sont étudiées : absorption capillaire, résistances à l'érosion et à l'immersion. Les résultats obtenus permettent d'envisager le développement à une échelle semi-industrielle la fabrication de blocs porteurs en terre crue aux impacts environnementaux les plus faibles possible.

Title : Mix design and reinforcement of earthen blocks for structural application

Keywords : Earth construction, bio-based stabilisation, processing routes, mechanical strength, rheology, durability

Abstract : In the actual context of accelerated climate change and increase in global population, the building industry must face crucial challenges: decrease its environmental impact while offering housing solutions for the humankind. To answer it, the development of new bio-based and local building materials appears to be a much-needed ecological alternative to cementitious materials that presents significant environmental footprint. This PhD work aims to develop earth-based blocks with guaranteed mechanical properties in order to build 3-storey buildings. These earths, stabilized using bio-based additions but without any cement or lime, are locally sourced. Therefore, three earths that represent the local variability of resources are first characterised.

Then, the rheological behaviour of each type of earth mix is assessed in order to adapt earth mix-design to each studied forming process (compaction, vibro-compaction, casting and extrusion. Mechanical performances at the dry state and in-service life of each earth mix-design are measured for all studied processing routes. Finally, some durability properties of the Britany-sourced earth-based materials are described: capillary absorption, erosion and immersion resistance. Obtained results show that produced blocks are as performant as cement-stabilized earth materials and allow to consider the semi-industrial development of earth-based blocks fabrication units for structural purpose with limited environmental footprint.