Intro

La terre crue est un matériau de construction millénaire dont le riche patrimoine existe sur l'ensemble des continents. La construction terre présente une multitude de techniques, chacune adaptée aux environnements, ressources et cultures locales. Dans le contexte de crise climatique, la terre crue présente l'avantage d'être un matériau hautement écologique : énergie grise faible, low-tech, recyclable à l'infini, et surtout un excellent potentiel hygroscopique et hygrothermique.

La terre est constituée d'argiles, de limons, de sables fins et grossiers et de graviers : cette diversité de taille des composants confère des propriétés multi-échelles à la terre crue (micro/macro pores/topographie…). C'est un matériau hydrophile, granulaire et poreux, donc qui présente des phénomènes d'absorption rapide de l'eau liquide. De plus c'est un matériau argileux et poreux, donc qui présente des phénomènes d'échange de vapeur d'eau. Lors de cette thèse, nous nous sommes intéressés aux enduits en terre crue, au sens où ils sont la porte d'entrée de l'eau liquide et de la vapeur d'eau dans les murs d'un bâtiment en terre. On distingue deux types d'enduits : les enduits extérieurs destinés à protéger les murs de l'eau de pluie, et les enduits intérieurs pour l'esthétisme et la résistance mécanique. L'intérêt des enduits en terre crue est qu'ils sont compatibles avec les propriétés des murs en terre ou en bio-sourcé. Toutefois, un enduit en terre peut être un bon tampon hygroscopique à lui seul.

Les enduits en terre crue sont très sensibles à l'érosion, et donc nécessitent une maintenance régulière. Les solutions modernes visent à éliminer cette maintenance en stabilisant la terre avec du ciment ou de la chaux, diminuant de fait les propriétés hygroscopiques et rendant le matériau non réutilisable. De plus, ces méthodes peuvent même être dangereuses. En effet, un enduit imperméable type ciment peut conduire à une accumulation de l'eau dans le mur en empêchant son évaporation naturelle, menant soit à une décohésion de l'enduit, soit à l'affaiblissement mécanique jusqu'à effondrement. Ainsi la problématique de cette thèse repose sur la nécessité de réussir à augmenter la résistance à l'érosion des enduits en terre crue tout en gardant de bonnes propriétés hygroscopiques.

Nous avons essayé de répondre à cette question en deux temps. D'abord en essayant de mieux comprendre les phénomènes hydrauliques et hygroscopiques qui ont lieu à la surface des enduits en terre crue. Pour y arriver, il a fallu fabriquer des enduits en terre crue avec une grande gamme de propriétés de surface et de volume, pour étudier séparément leur influence sur la pénétration de l'eau liquide et des échanges de vapeur.

Ensuite nous avons proposé une optimisation des enduits par rapport à ces comportements grâce à deux pistes. L'utilisation de produits biopolymères, nécessitant un travail approfondi de formulation puis l'évaluation de leur efficacité sur l'érosion et leur impact sur les propriétés hygroscopiques. Puis la texturation de surface, inspiré par le modèle de la feuille de lotus, nécessitant de maitriser la topographie de surface multi-échelle lors de la fabrication des échantillons, puis l'évaluation de son efficacité en combinaison avec les produits biopolymères.

Chapitre 2

Tout au long de cette thèse, il aura fallu préparer les échantillons d'enduits en terre crue nécessaires à la réalisation des différents plans d'essais, afin de pouvoir étudier et comprendre les phénomènes hydrauliques et hygroscopiques qui ont lieu en surface et en volume au sein de ce matériau.

Plusieurs terres ont été utilisées au cours de cette étude, elles sont toutes issues de construction en terre crue déjà existantes. La terre majoritairement utilisée provient de Dagneux (noté DAG), et les autres terres sont utilisées à titre comparatif. Ces terres se distinguent par leur quantité variable de sables, limons et argiles.

Afin de réaliser des enduits en terre crue le plus proche possible de ceux qui pourraient être utilisés lors d'un chantier, les formulations d'enduits en terre crue ont été préparées en suivant les recommandations du *Guide des bonnes pratiques des enduits en terre crue* (Tera 2018) [1] et des *Règles professionnelles : Enduits sur supports composes en terre crue* (Ecobâtir 2013) [2]. Ces formulations ont été soumises et ont validé le test de retrait et de cisaillement. Pour la majorité des formulations un ratio de 1/3 de terre pour 2/3 de sable a été utilisé. Par la suite, les échantillons ont été fabriqués dans des moules prévus à cet effet.

L'objectif était de maîtriser la topographie de surface des échantillons afin d'évaluer l'influence du paramètre surface. Trois variables ont été choisies au sein des formulations : la granulométrie du sable (0-315µm ; 315-630µm ; 630µm-1mm ; 1-2mm) ; le ratio terre/sable (20 ; 30 ; 40 ; 50%) ; et la nature de la terre.

Le système de notation des échantillons suivant a été choisi : XY(Z). Pour X la lettre A a été utilisée quand la variable était la granulométrie et la lettre B quand c'était le ratio terre sable ; Y représente le numéro de l'échantillon et Z la nature de la terre (quand différent de la référence DAG). La référence utilisée était : granulométrie 0-630µm, 30% terre/sable, et terre DAG.

Ces variations dans la fabrication ont permis d'obtenir des échantillons avec une grande gamme de propriété surfaciques tout en ayant des propriétés volumiques proches. Les propriétés volumiques suivantes ont été déterminées pour chaque échantillon : masse volumique (*DIN 18947)* [3], porosité, coefficient d'absorption de l'eau (A-value : *EN 1015-18*) [4] et activité de la terre (*NF P94-068)* [5]. Certaines de ces valeurs sont présentées dans la Figure 1. Elles sont représentatives des valeurs trouvées pour des enduits traditionnels.

Sample	A1	A3	A5	A9	B1	B1C	B1S	B2	B5
Density ($kg.m^{-3}$)	1660	1600	1650	1770	1820	1780	1700	1790	1830
A-value ($kg.m^{-2}.s^{-0.5}$)	0.156	0.087	0.104	0.106	0.082	0.08	0.046	0.082	0.066
Porosity (%)	30	32	25	26	26	18	22	26	27

Figure 1: Propriétés volumiques pour des échantillons d'enduits en terre crue représentatifs.

Pour estimer la topographie de surface des échantillons, le paramètre rugosité arithmétique R_a a été choisi. Pour le mesurer, un crayon confocal à lumière multichromatique a été utilisé. Cet outils permet de tracer des profils à la surface des échantillons, et la décomposition de ces profils par la méthode des ondelettes avec un filtre gaussien a permis de caractériser une topographie

de surface multi-échelle de la terre crue avec : P_a le profil primaire, W_a le profil d'ondulation, R_a la rugosité arithmétique.

De cette caractérisation il ressort que le R_a permet de mesurer les argiles, les silts et les sables fins alors que le W_a permet plutôt de mesurer les sables moyens et grossiers. En faisant varier la composition des formulations, on peut donc obtenir des topographies de surfaces très différentes, avec de grandes gammes de R_a et W_a, tout en ayant des propriétés volumiques proches, comme on peut le voir sur la Figure 2.

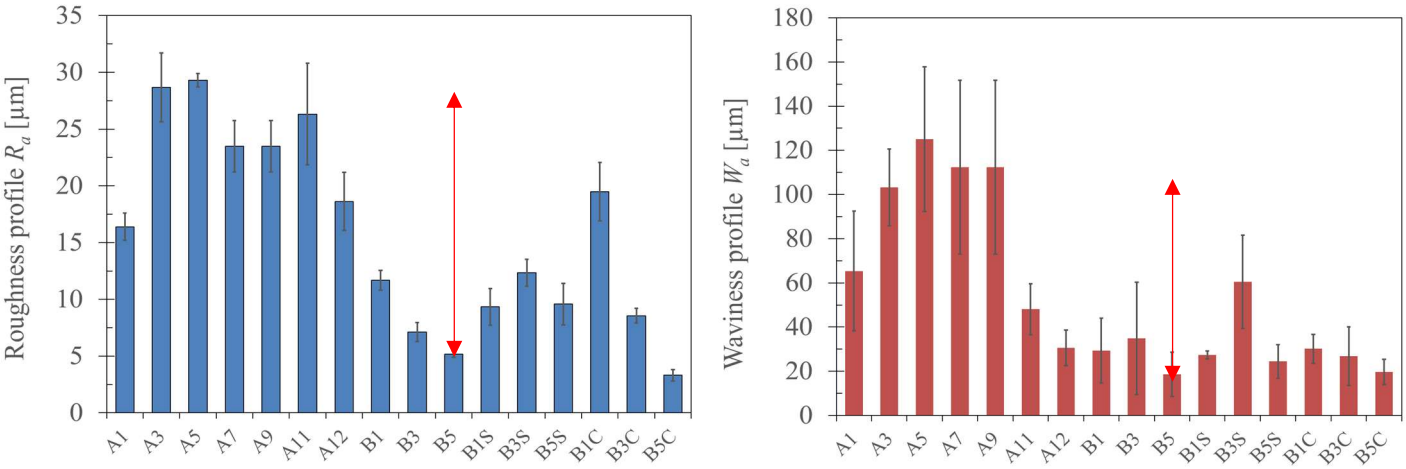

Figure 2: Valeurs de R_a et W_a pour des échantillons représentatifs.

Deux produits biopolymères ont été sélectionnés pour leur efficacité parmi plusieurs produits suite à des essais préliminaires : le chitosane et la gomme xanthane, qui sont tous deux des polysaccharides. A titre de comparaison, un produit hautement hydrophobe classiquement utilisé dans l'industrie a été testé : le N-octadecyltrimethoxysilane. Pour intégrer ces produits lors de la fabrication des enduits, deux méthodes ont été utilisées : « l'admixture » qui consiste à ajouter une certaine quantité de produit lors de la gâchée, et qui correspond à un traitement en volume ; et le traitement de surface qui consiste à tremper la surface de l'enduit fabriqué et sec dans une solution d'hydrogel préalablement préparée pour y déposer un film protecteur.

Une grande campagne de fabrication d'enduits en terre crue adjuvantés à été menée en faisant varier plusieurs paramètres : la granulométrie ; la méthode d'application du produit hydrophobe, et la nature de l'additif. Avec quatre réplicas pour chaque formulation, 72 échantillons ont été fabriqués au total, et nommés selon le système suivant : WX(Y)Z. W pour la granulométrie (Fine : 0-630µm, Medium : 630-1mm, Coarse : 1-2mm) ; X pour la méthode d'application (no additive, surface treatment ou admxiture) ; Y pour la nature de l'additif (Chitosane, Xanthane ou Silane) ; Z pour le numéro du réplica.

A la fin de cette campagne de fabrication, il a pu être observé que les échantillons avec une admixture étaient moins denses que les échantillons traditionnels, dû à la quantité d'eau de fabrication, et que l'augmentation du paramètre W_a permettait de déposer plus d'hydrogel à la surface des échantillons.

Chapitre 3

Ce chapitre à été consacré à l'étude du comportement de l'eau liquide à la surface des enduits en terre crue et à la pénétration de l'eau à travers leur surface. Pour y arriver, plusieurs techniques d'imagerie inédites sur le matériau terre ont été utilisés : une première campagne expérimentale a été conduite avec une caméra ultra-rapide pour réaliser une observation directe de gouttes d'eau impactant une surface (cette campagne a été conduite sur des BTC qui étaient disponibles) ; et une deuxième campagne expérimentale a été conduite avec un microtomographe aux rayons X sur des enduits fabriqués, permettant une observation directe d'une goutte impactant une surface et pénétrant en sous-surface.

Un dispositif expérimental a été modifié afin de créer un banc de chute de goutte avec une capture vidéo ultra-rapide. Des gouttes de 9µL, impactant la surface des échantillons à une vitesse de 1m/s ont pu être filmées sous 3000 images par seconde. Une routine MATLAB a été créée afin de suivre les paramètres (entre autres) hauteur de goutte et étalement *S*. Les essais ont montré des différences claires de comportement de la goutte d'eau à la surface des échantillons en fonction des différentes topographies de surface : un comportement amorti où la goutte est directement épinglée à la surface et absorbée en un temps court (≈ 15 ms) ; et un comportement oscillant, avec une goutte qui rebondit et reste plus longtemps à la surface (≈ 50 ms).

La généralisation de cet essai à plusieurs échantillons a permis de montrer l'augmentation de l'étalement *S* avec le R_a, comme on peut le voir sur la Figure 3 (gauche). Ceci s'explique de la manière suivante : quand une goutte impacte la surface avec une vitesse suffisante, de l'air est emprisonné entre la goutte et la terre, et elle s'étale sur ce film d'air jusqu'à ce que les forces capillaires soient suffisamment fortes pour briser le film : la pénétration capillaire commence. Ce phénomène est décrit sur la Figure 3 (droite). La goutte est épinglée puis absorbée très rapidement. Ainsi, quand R_a augmente : la quantité d'air dans la surface composite air/terre augmente et la goutte s'étale plus. Ce sont des résultats préliminaires complétés avec l'étude suivante.

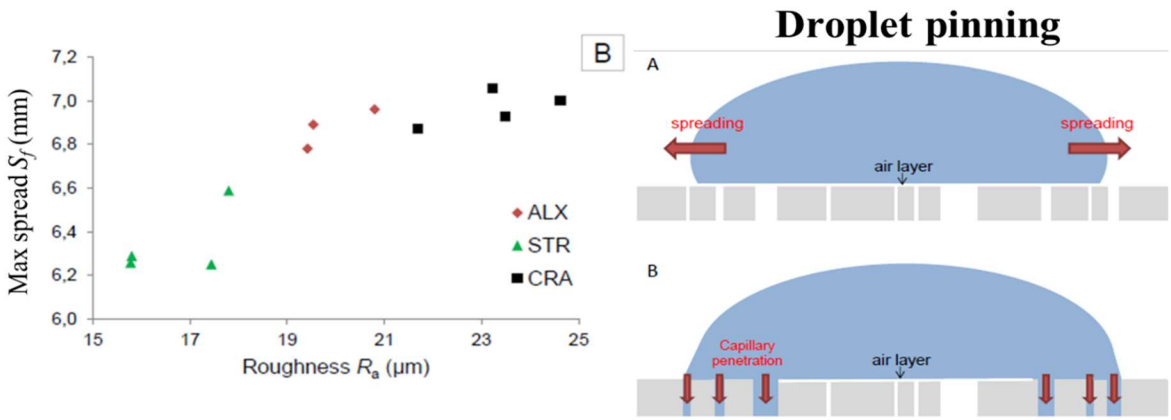

Figure 3: (gauche) Augmentation de l'étalement en fonction de la rugosité. (droite) Schéma décrivant le phénomène d'étalement de la goutte sur un film d'air.

Lors de la deuxième campagne expérimentale, une méthode de microtomographie aux rayons X a été utilisée pour observer des chutes de gouttes avec les même volumes et vitesses, mais cette fois-ci en sous surface des enduits en terre crue, avec une résolution de 20µm pour une vitesse d'acquisition de 10 images par seconde. Deux routines MATLAB ont été créées pour détecter et suivre dans temps le front d'eau à l'intérieur du matériau, ainsi que la quantité relative d'humidité dans une zone donnée.

Cette étude a permis de montrer que la pénétration d'une goutte est aussi bien affectée par la surface que par le volume, mais à des échelles de temps différentes. Dans un premier temps, quand la goutte impacte la surface, son énergie cinétique la fait pénétrer à travers les pores en surface : cette pénétration initiale est influencée par la rugosité de surface R_a (Figure 4 gauche). Ensuite, quand les effets cinétiques sont complètement dissipés, on s'aperçoit que la pénétration qui s'ensuit peut être directement corrélée au paramètre A-value (Figure 4 droite), valeur reliée à la perméabilité à l'eau liquide. Ainsi dans ce second temps, la pénétration est uniquement conduite par la diffusion.

De plus, en comparant l'évolution de la profondeur et de l'étalement de la goutte en sous surface dans le temps à une solution analytique classique appelé disque de Weber, il a été observé que tous les échantillons suivent une loi classique de diffusion à part pour les compositions extrêmes, (granulométrie ou taux d'argile). Toutefois, le séchage observé par la routine MATLAB a montré que les gouttes qui pénétraient le plus profondément étaient aussi celles qui séchaient le plus vite.

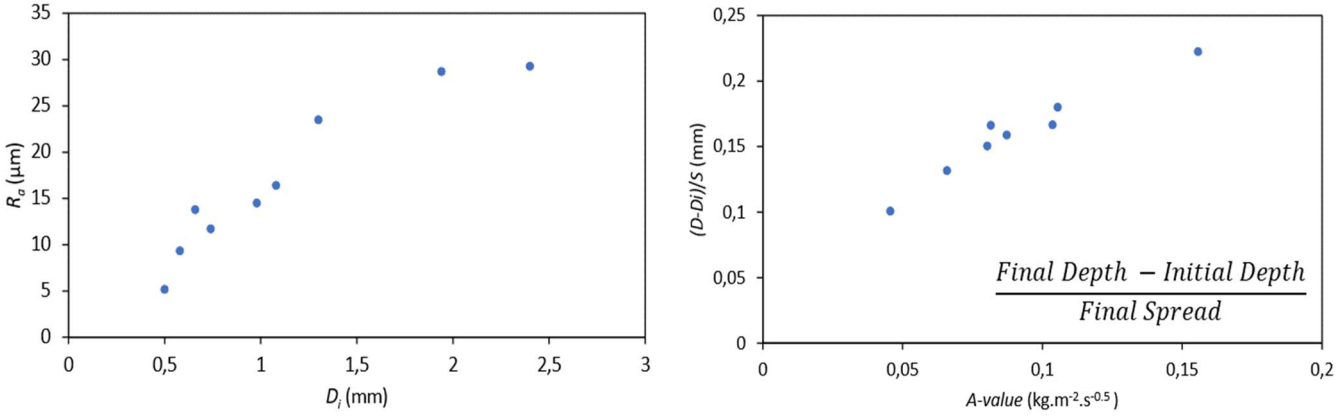

Figure 4: (gauche) Augmentation de la pénétration initiale D_i en fonction du R_a. (droite) Augmentation du paramètre de profondeur de pénétration de l'eau D sans la pénétration initiale D_i normalisé par l'étalement S en fonction de la A-value.

Chapitre 4

Ce quatrième chapitre a permis l'étude de la pénétration de la vapeur à l'intérieur des enduits en terre crue. Elle a été réalisée sur quelques formulations les plus représentatives. La méthode des « wet-cups » a été adoptée pour mesurer des échanges de vapeur statiques : elle permet de définir la perméabilité à la vapeur δ et son inverse la résistance à la vapeur μ des enduits en terre crue. A cette perméabilité s'oppose plusieurs résistances : la résistance à la vapeur intrinsèque au matériau Z_m, la résistance à la vapeur dans la lame d'air dans la coupelle Z_a ainsi

que la résistance à de surface Z_s, sous la forme d'un film d'air statique à la surface, et qui s'oppose à la convection. Afin d'avoir la valeur de perméabilité la plus proche possible de celle intrinsèque au matériau, il existe deux corrections : la correction appelée δ_p^{ISO} proposé par la norme qui indique qu'il n'y a que de la diffusion dans la coupelle ; et la deuxième correction, appelée $\delta_{p,c}$, qui prend en compte le film de résistance de surface Z_s. Pour cette étude, c'est Z_s qui a été investiguée car c'est elle qui est susceptible d'être reliée à la topographie de surface. Pour déterminer Z_s il faut réaliser des wet-cups sur 3 échantillons de tailles différentes, et une régression linéaire permet d'estimer la perméabilité si l'échantillon avait une épaisseur nulle.

La principale limite de l'essai de wet-cup est son manque de répétabilité en partie dû à un flux de ventilation non maitrisé. Comme la détermination de Z_s nécessite des mesures très précises, deux petits tunnels de ventilation à faible vitesses ont été fabriqués afin de maîtriser les conditions de ventilation : un tunnel permettant de générer un flux laminaire et un autre turbulent, a des vitesses de 0, 1 et 3 m/s.

Grâce à cette étude, il a été montré qu'une vitesse de ventilation de 2m/s au moins, comme préconisé dans la norme, ou bien que la maîtrise du flux de ventilation (turbulent ou laminaire) n'étaient pas des conditions suffisantes pour négliger l'impact de Z_s sur la résistance à la vapeur μ, comme on peut le voir sur la Figure 5 (gauche). A l'inverse, appliquer la correction $\delta_{p,c}$ permet dans toutes les configurations de diminuer considérablement l'écart-type entre les mesures, comme on peut le voir sur la Figure 5 (droite).

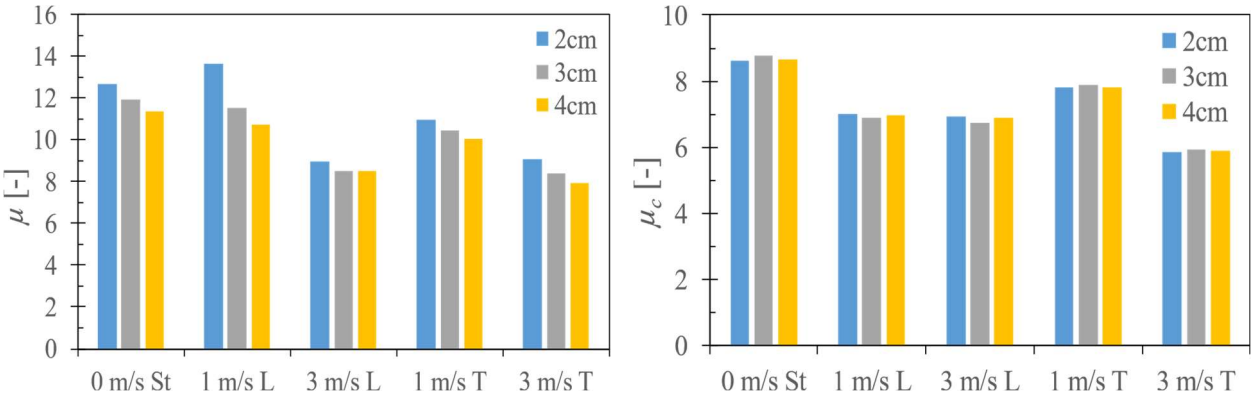

Figure 5: Résistance à la vapeur non corrigée (gauche) et corrigée (droite) selon plusieurs vitesses et modes de ventilation (Laminaire et Turbulent) pour des échantillons de différentes épaisseurs.

De plus, l'influence de la topographie de surface sur le film de résistance de surface a été mise en évidence dans le cadre d'échanges de vapeur. Les conclusions suivantes peuvent être tirées de la Figure 6 : en convection naturelle Z_s augmente avec R_a ; en flux laminaire Z_s augmente avec R_a quel que soit la vitesse ; et en flux turbulent on ne peut pas déterminer de tendances claires.

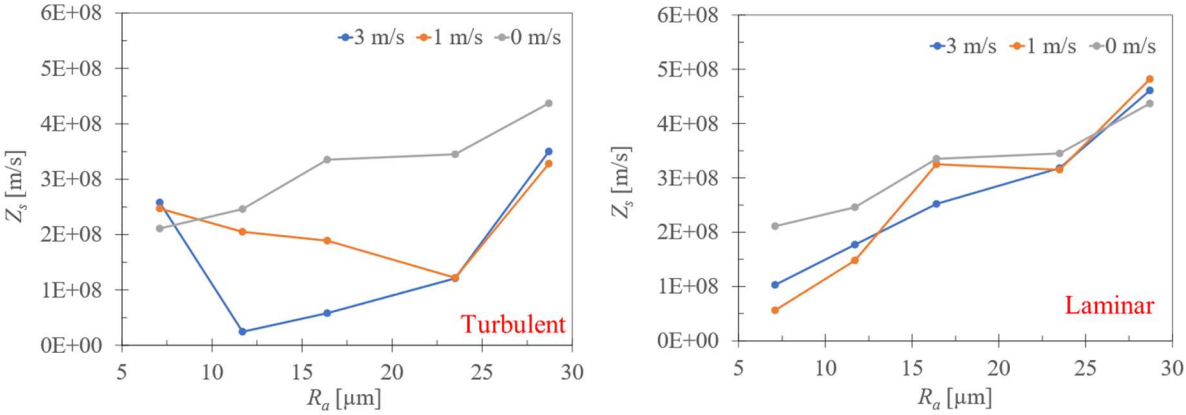

Figure 6 : Z_s en fonction de R_a pour trois vitesses de ventilation différentes, en mode turbulent (gauche) et laminaire (droite).

L'hypothèse formulée pour ces résultats est décrite sur la Figure 7 : le film de résistance de surface Z_s est de la taille de la rugosité R_a, c'est pourquoi, en mode laminaire, quel que soit la vitesse, le film est protégé par la rugosité et n'est pas perturbé par le flux, et ce n'est pas le cas en mode turbulent.

Figure 7 : Schéma décrivant le comportement du film de résistance de surface en fonction du mode de ventilation.

Pour compléter cette étude, le dispositif expérimental a été modifié afin de réaliser des essais en convection thermique et évaluer l'influence du film de résistance de surface lors de ces échanges. Grâce à ce dispositif modifié et l'analogie de Chilton-Colburn, il a été montré que le comportement du film de résistance de surface en fonction de la rugosité lors de transferts massiques et thermiques n'était pas similaire, notamment dû aux phénomènes physiques différents qui y ont lieu.

Chapitre 5

Dans ce chapitre, des enduits en terre crue ont été formulés avec des additifs hydrophobes de type biopolymère dans le but d'augmenter leur résistance à l'eau liquide et notamment l'érosion, tout en gardant leur grand potentiel hygroscopique. Une vaste campagne expérimentale a été réalisée sur de nombreux échantillons pour évaluer l'efficacité de ces produits et observer l'influence de sa combinaison avec la maîtrise de la topographie de surface.

Un premier essai de « sessile droplet » à permis d'évaluer l'efficacité des produits biopolymères à maintenir une goutte d'eau statique à la surface des enduits en terre crue pendant un temps donné. Un système d'imagerie et de routine MATLAB a permis de faire le suivi des angles de

contact de la gouttelette dans le temps. Il s'avère que les produits biopolymères ne permettent pas de changer la surface des enduits d'hydrophile à hydrophobe comme c'est le cas avec le silane, même s'ils augmentent drastiquement le temps jusqu'à absorption complète de la goutte. De plus, il a été observé que la modification de la topographie de surface pouvait jouer sur l'angle de contact de la goutte et de modèle (Wenzel et Cassie-Baxter) dans le cas du silane.

Deux essais d'érosion ont été conduits sur les enduits, le classique « Geelong erosion drip test » et le « Swimburn Accelerated Erosion Test » ou SAET, beaucoup plus destructeur. Le principe est de faire tomber une quantité d'eau donnée (100 / 500mL) dans un temps relativement court (10 / 20 min) à une hauteur fixée (40cm / 1m) sur une surface inclinée à 27°. Les résultats montrent que la méthode du traitement de surface avec un biopolymère peut être efficace pour protéger de l'érosion, que ce soit avec du chitosane ou du xanthane, mais que cela dépend beaucoup de la quantité et qualité du traitement. En effet, il a été montré que le biopolymère se dissolvait sous l'action répété des gouttes, et que plus la rugosité était élevée, plus la quantité de biopolymère était importante, et ainsi meilleure était la protection contre l'érosion. Pour les enduits avec les biopolymères en admixture, le résultat est sans appel, ils présentent tous une résistance très élevée à l'érosion.

Des essais hygroscopiques statiques et dynamiques ont aussi été réalisés sur ces échantillons afin d'évaluer l'influence de ces produits sur les échanges. Pour les échanges statiques, des essais de wet-cups ont été réalisés, et comme on peut le voir sur la Figure 8, l'ajout des biopolymères n'augmente pratiquement pas la résistance à la vapeur μ des enduits, et cela la diminue même dans le cas des enduits avec admixtures, car leur masse volumique est plus faible.

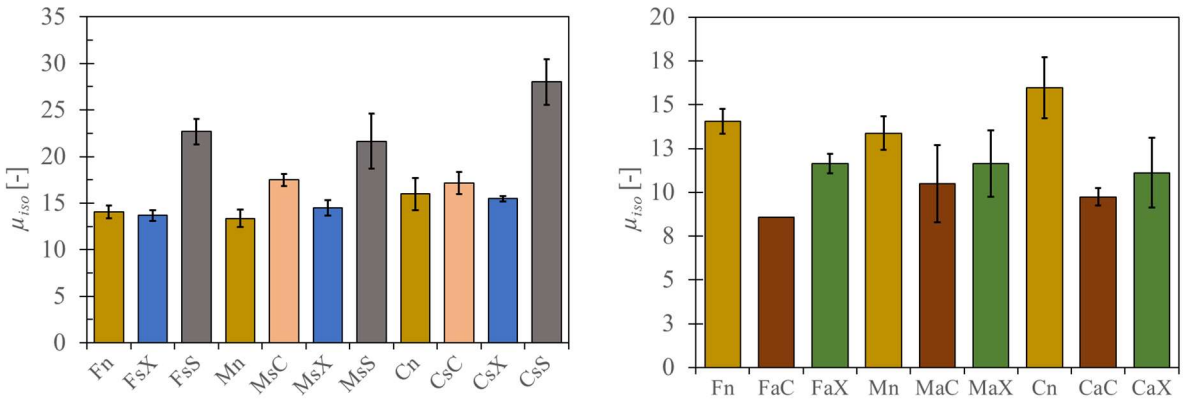

Figure 8 : Résistance à la vapeur μ pour les différentes formulations d'enduits.

Pour les échanges dynamiques, un essai de sorption/désorption a été réalisé en s'inspirant de la norme allemande DIN18945 [6], qui permet de définir 2 paramètres : le taux de transfert d'humidité g_m qui est la capacité à capter rapidement l'humidité environnante ; et le maximum d'eau absorbée $\tilde{w}$ qui est la masse maximale d'eau absorbée une fois que l'échantillon est stable, a 24, 48 ou 72 heures. Ainsi, il a été montré que le produits biopolymères en admixture ou en traitement de surface n'avaient pratiquement aucune influence sur le g_m, comme on peut le voir sur la Figure 9. De plus, il a été prouvé que dans le cas des admixtures, les enduits avec des biopolymères étaient plus hygroscopiques, ceci s'observe sur la Figure 10.

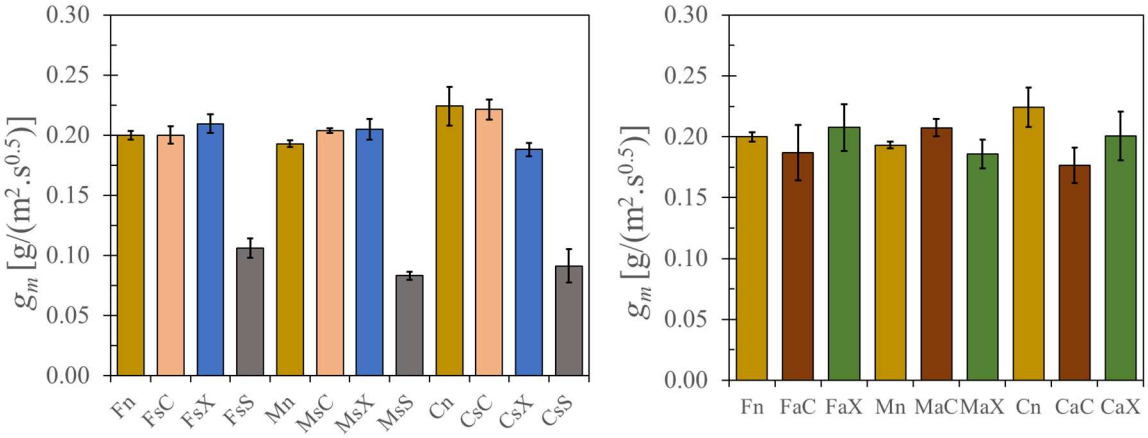

Figure 9 : Taux de transfert d'humidité en fonction des différentes formulations.

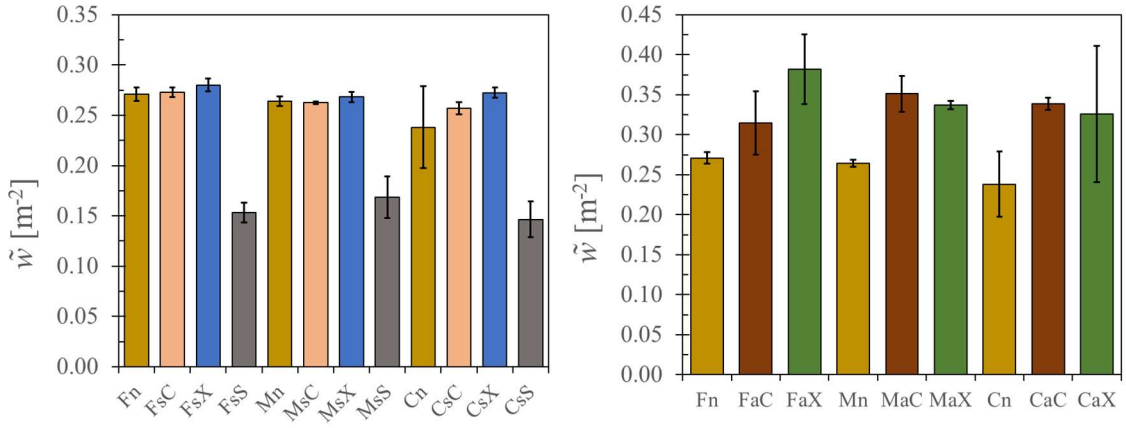

Figure 10 : Quantité maximale d'eau absorbée en fonction des différentes formulations.

De plus, pour compléter cette étude, des essais de MBV modifié ont été réalisés (cycles d'absorption et relâchement d'humidité sur 24h). La aussi, l'impact des biopolymère reste très faible. Par la suite, cette étude a été modélisée afin d'obtenir un outil prédictif. Finalement, il s'avère que les résultats obtenus indiquent seulement de faibles modifications et donc que le comportement en MBV des enduits adjuvantés a été prédit correctement excepté pour la formulation d'enduit avec du chitosane en admixture, qui présente des phénomènes d'absorptions très complexes et très lents.

Conclusion

Pour conclure, cette thèse a permis une meilleure compréhension des phénomènes hydrauliques et hygroscopiques entre surface et volume dans les enduits en terre crue grâce à un travail approfondi sur les formulations d'enduits en terre crue, permettant de maitriser les propriétés volumiques et de surface. Des techniques d'imagerie inédites sur le matériau terre ont été développées et ont montré l'influence de la topographie de surface sur les paramètres : étalement, pénétration initiale, forme de la goutte, séchage. D'un autre côté, l'influence du volume sur les paramètres diffusion et séchage a été mise en évidence. De plus, l'amélioration de la procédure de wet-cup, notamment par l'utilisation de tunnels de ventilation a permis de

déterminer avec précision le film de résistance de surface, et de voir son lien étroit avec la topographie de surface des échantillons.

Ce travail de thèse a aussi permis de proposer une optimisation très satisfaisante du comportement hydraulique et hygroscopique des enduits par l'ajout de biopolymères. En effet, l'utilisation de biopolymères en traitement de surface ou en admixture, a montré une très grande amélioration de la résistance à l'eau liquide avec peu ou pas d'impact sur le potentiel hygroscopique du matériau, voire même une amélioration dans certains cas. Toutefois, l'impact de la combinaison entre la maîtrise de la topographie de surface et de l'ajout des biopolymère est reste limité, jouant majoritairement sur la qualité du traitement de surface. Enfin, en tenant compte de la très faible quantité de biopolymères chitosane et xanthane nécessaire en admixture par rapport à la très grande amélioration de la résistance à l'eau liquide, cette solution serait la plus recommandable.

Références

[1] Tera. *Guide des bonnes pratiques des enduits en terre crue.* 2018.

[2] R. Ecobâtir. *Règles professionnelles: Enduits sur supports composés en terre crue.* 2013.

[3] DIN. *18947:2018-12: Earth plasters - Requirements, test and labelling.* 2018.

[4] AFNOR. *NF EN ISO 1015-18 : Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 18 : détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité du mortier durci French Standard.* 2003.

[5] AFNOR. *NF P94-068 : 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 tâche.* 1998.

[6] DIN. *18945:2013-08 : Blocs de terre – Exigences, essai et étiquetage.* 2013.