



HAL
open science

Analyse physique et modélisation dynamique de l'impact du gel-dégel sur la durabilité des matériaux en terre cru compactée pour la construction

Lassana, Bakary Traoré

► To cite this version:

Lassana, Bakary Traoré. Analyse physique et modélisation dynamique de l'impact du gel-dégel sur la durabilité des matériaux en terre crue compactée pour la construction. Construction durable. École Nationale des Travaux Publics de l'État [ENTPE], 2022. Français. NNT : 2022ENTP0004 . tel-04190568

HAL Id: tel-04190568

<https://theses.hal.science/tel-04190568>

Submitted on 29 Aug 2023

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.



N°d'ordre NNT : 2022ENTP0004

THÈSE de DOCTORAT DE L'ENTPE

Membre de l'Université de Lyon

LTDS UMR 5513

École Doctorale N°162

MEGA (Mécanique, Énergétique, Génie Civil, Acoustique)

Spécialité : Génie Civil

Soutenue publiquement le 22/11/2022, par :

Lassana Bakary TRAORÉ

Analyse physique et modélisation dynamique de l'impact du gel-dégel sur la durabilité des matériaux en terre crue compactée pour la construction

Devant le jury composé de :

Jean-Emmanuel AUBERT	Professeur	Université Paul Sabatier	<i>Président</i>
Myriam DUC	Chargée de recherche, HDR	Université Gustave Eiffel	<i>Rapporteuse</i>
Domenico GALLIPOLI	Professeur	Università di Genova	<i>Rapporteur</i>
Teddy FEN-CHONG	Directeur de recherche	Université Gustave Eiffel	<i>Examinateur</i>
Céline PERLOT	Professeure	UPPA	<i>Examinatrice</i>
Antonin FABBRI	Directeur de recherche	ENTPE	<i>Co-directeur</i>
Fionn MCGREGOR	Chargé de recherche	UPPA	<i>Co-directeur</i>
Fabrice ROJAT	ICTPE, chercheur	CEREMA	<i>Co-encadrant</i>

Remerciements

Je souhaite tout d'abord exprimer ma reconnaissance envers les membres du jury pour l'intérêt porté à mon travail de recherche. J'adresse, premièrement, mes remerciements aux deux rapporteurs Myriam DUC et Domenico GALLIPOLI pour leurs nombreux commentaires et suggestions à la lecture de mon manuscrit. Je remercie ensuite Jean-Emmanuel AUBERT, Teddy FEN-CHONG et Céline PERLOT pour les riches discussions que nous avons eues sur mes travaux lors de ma soutenance.

Cette thèse de doctorat s'est déroulée aux laboratoires du LTDS à l'ENTPE et du CEREMA Centre-Est. Loin d'être une activité solitaire, elle n'aurait sûrement jamais abouti à ce manuscrit sans le soutien de tant de personnes méritant toutes des remerciements.

Mes plus vifs remerciements s'adressent bien sûr à mes encadrants qui m'ont donné le privilège de découvrir et de mener ce travail de recherche sur la terre crue. Merci d'abord à Antonin qui a su me donner le goût de la recherche depuis mon stage de Master et être à l'écoute de la moindre question. Je remercie également Fabrice qui m'a tant guidé dans mes activités et octroyé des conseils avisés. Enfin, un grand merci à Fionn pour avoir toujours apporté son soutien ; et cela même malgré la distance. Je ne pourrai jamais vous remercier assez pour les nombreuses discussions faisant ressortir, à chaque fois, de nouvelles pistes à explorer. Merci pour tout le plaisir d'avoir travaillé avec vous au cours de ces trois années.

Ces travaux sont aussi le fruit de nombreuses et diverses collaborations. Je remercie particulièrement Céline PERLOT ayant permis d'orienter ma thèse vers une approche microstructurale. Un grand merci aussi à Jean-Pierre BEDECARRATS pour nos nombreuses discussions sur les mécanismes de formation de glace et sur l'essai calorimétrique. Je tiens aussi à remercier Claudiane OUELLET-PLAMONDON pour son implication depuis mon stage de Master aboutissant ainsi à mon premier article. Je pense à toutes les personnes avec qui j'ai eu l'occasion d'échanger sur mes travaux et d'aller plus loin dans l'analyse et la compréhension de mes propres résultats.

Mes remerciements vont aussi à Stéphane COINTET et Joachim BLANC-GONNET de l'ENTPE pour leur soutien technique, leur disponibilité dans le développement des

essais dont j'aurai tant aimé voir certains aboutir. Je remercie, de même, Bernard CAR-NUS, Alain FAURE, Rémi PICOT et Loic CHAGOT du CEREMA Centre-Est pour leur aide dans la mise en place et la réalisation des activités expérimentales.

Je profite aussi de ces quelques lignes pour remercier toutes les personnes qui ont contribué à la joie et à la bonne humeur dans la vie de laboratoires à l'ENTPE et au CEREMA. Un grand merci à l'ensemble des doctorants que j'ai côtoyés et avec qui j'ai pu partager de très beaux moments de travail et discussions pendant ces trois années. Je pense notamment aux doctorants de l'*équipe terre* : Noha, Mohamed, Thibaud, Youneng, Xin, Sofia, Antoine et Marie-Sarah. Je remercie aussi Hussein qui, au cours de son stage de Master, a fortement contribué à l'essai de mesure diélectrique.

Mes derniers remerciements s'adressent à ma famille. A mes parents, mes frères et sœurs pour leur immense soutien et leurs innombrables conseils. A ma femme, Bessé, pour tout le bonheur dans notre vie de couple.

Résumé

En saison hivernale, les structures en terre crue peuvent être exposées à des cycles répétés de gel-dégel. Ce risque peut représenter une problématique majeure de durabilité de la construction en terre crue dans les régions froides. Ainsi, cette thèse a pour but d'identifier les conditions nécessaires de formation de glace et de comprendre les mécanismes conduisant à l'endommagement au gel-dégel de la terre crue compactée.

Dans un premier temps, un essai de gel-dégel avec un apport d'eau par absorption est réalisé sur des échantillons en terres crue et stabilisée au ciment. Dans ces conditions d'humidification, il a été montré que l'action couplée du gel-dégel et de l'absorption d'eau induisait de fortes dégradations du matériau terre même dans le cas de la terre stabilisée. Ainsi, dans la suite, une attention particulière est accordée au rôle de la saturation liquide initiale sur le comportement au gel-dégel du matériau terre. Pour cela, une méthode diélectrique a été mise au point pour déterminer les courbes de gel-dégel de différents matériaux en terre crue suivant leurs saturations liquides initiales. Grâce à une analyse microstructurale, il a été possible de définir un critère de seuil sur l'état hydrique de la terre crue au-delà duquel la pérennité de l'ouvrage ne serait plus garantie à une température hivernale donnée. L'impact de la formation de glace sur la terre crue a été d'abord étudié via la mesure des propriétés mécaniques suivant la saturation liquide et la température. Ensuite, un essai de gel-dégel sous charge constante de 0 ou 100 kPa a été effectué sur des échantillons en terre crue scellés (sans apport d'eau). Il a été montré que la terre crue non saturée subit des contractions au gel pouvant être significatives suivant la saturation liquide initiale et la surcharge appliquée. Finalement, les résultats de ces essais ont été analysés à la lumière d'une modélisation thermo-poromécanique adaptée aux matériaux poreux non saturés. L'approche incrémentale proposée a mis en évidence que le comportement de la terre crue au gel-dégel est principalement gouverné par le mécanisme de cryosuccion et la modification progressive ses propriétés mécaniques avec la formation de glace.

Abstract

During winter seasons, earthen structures can be exposed to repeated freezing-thawing cycles. This risk can be a major issue for the durability of earthen structures in cold regions. Then, this thesis aims at identifying the necessary conditions for ice formation and understanding the mechanisms leading to frost damage on compacted earthen materials.

First, a freezing-thawing test with water supply was carried out on both unstabilized and cement-stabilized earthen samples. Under such wetting conditions, it was shown that the coupled action of freezing-thawing and water absorption induced severe degradation of earthen material even if it was cement-stabilized. Thus, in the following, particular attention is paid to the role of initial liquid saturation on the freeze-thaw behavior of compacted raw earth. For this purpose, a dielectric method has been developed to determine the freezing-thawing curves of different earthen materials according to their initial liquid saturation. Thanks to a microstructural analysis, it was possible to define a threshold criterion on the hydric condition of earthen material beyond which the durability of the structure would not be guaranteed at a given winter temperature. The impact of ice formation on the raw earth was studied firstly by measuring the mechanical properties according to the liquid saturation and temperature. Secondly, a freeze-thaw test under a constant load of 0 or 100 kPa was performed on sealed raw earth samples (without water supply). It has been shown that unsaturated compacted earth materials are submitted to significant freezing-shrinkage depending on the initial liquid saturation and the applied loading. Finally, the results of these experimental tests were analyzed in the light of a thermo-poromechanical model adapted to unsaturated porous materials. The proposed incremental approach revealed that the freeze-thaw behavior of raw earth is mainly governed by the mechanism of cryosuction and the progressive change in mechanical properties with ice formation.

Publications

Articles dans une revue à comité de lecture

- 2022 *Journal of Building Engineering*
Traoré, L.B., Fabbri, A., Perlot, C., Bédécarrats, J.-P., Daher, H.,
McGregor, F., Rojat, F.
Freezing-thawing curves of earthen bricks with dielectric measure-
ment : insight into the influence of pore structure and initial mois-
ture content.
DOI : <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2022.105431>
- 2022 *Cold Regions Science and Technology*
Traoré, L.B., Rojat, F., Fabbri, A., McGregor, F.
Experimental study of strain-temperature behavior of earthen ma-
terials under freezing-thawing cycles.
DOI : <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2022.103685>
- 2021 *Construction and Building Materials*
Traoré, L.B., Ouellet-Plamondon, C., Fabbri, A., McGregor, F.,
Rojat, F.
Experimental assessment of freezing-thawing resistance of rammed
earth buildings.
DOI : <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121917>

Communications avec actes dans un congrès international

- 2022 *2nd International Conference on Geomechanics and Geo-
Environmental Engineering ICGMGE-2022, Sydney, Australia*

- Traoré, L.B., Fabbri, A., Rojat, F., McGregor, F.
Change in mechanical behavior of unsaturated earthen materials under freezing-thawing.
- 2022 *1st International RILEM Conference on Earthen Construction, Paris, France*
- Traoré, L.B., Daher, H., Fabbri, A., McGregor, F., Rojat, F.
Dielectric method and numerical models to assess freezing-thawing curves for earthen blocks.

Communications avec actes dans un congrès national

- 2022 *11^e édition des Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur JNGG, Lyon, France*
- Traoré, L.B., Fabbri, A., Rojat, F., McGregor, F.
Effet de la saturation et du chargement sur le comportement au gel-dégel d'un matériau terre.
<https://jngg2022.sciencesconf.org/375270/document>
- 2019 *Canadian Society for Civil Engineering CSCE, Montreal, Canada*
- Traoré, L.B., Ouellet-Plamondon, C., McGregor, F., Fabbri, A.
Raw earth construction : first analysis of its frost resistance.
https://www.csce.ca/elf/apps/CONFERENCEVIEWER/conferences/2019/pdfs/PaperPDFVersion_161_0530124922.pdf

Communications sans actes dans des workshops nationaux

- 2022 *6^e édition des Rencontres Interdisciplinaires Doctorales de l'Architecture et de l'Aménagement Durables RIDAAD 2022, ENTPE, ENSAL, Lyon, France*
- Analyse physique et modélisation dynamique de l'impact du gel-dégel sur la durabilité des constructions en terre crue.
- 2021 *Journées Géotechniques, CEREMA, Université Gustave Eiffel, Lyon, France*
- Développement d'un essai de gel-dégel sous charge poir des échantillons de terre crue non saturés.

Nomenclature

Indices

Dans ce document, la lettre en indices (i et j) font référence aux différentes phases pouvant être la matrice solide (M), le squelette solide (S), l'eau liquide (L), le gaz (G) et les cristaux de glace (C).

Caractères latins

Symbole	Définition	Unité [SI]
A	Surface d'échange de chaleur	m^2
b	Coefficient de Biot	-
b_i	Coefficient de Biot partiel de la phase i	-
c_i	Capacité thermique spécifique de la phase i	$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
c_p	Capacité thermique spécifique globale	$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
d_c	diamètre de pore de l'interface liquide-glace	m
d_h	diamètre de pore de l'interface liquide-gaz	m
E	Module d'Young	Pa
g_i	Module de cisaillement de la phase i	Pa
G	Module de cisaillement	Pa
h	Coefficient de convection thermique	$\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$
Δh_{fus}	Enthalpie spécifique de la fusion de l'eau	J.kg^{-1}
k_i	Module d'élasticité volumique de la phase i	Pa
K	Module d'élasticité volumique	Pa
m_i	Masse de la phase i	kg

M_{H_2O}	Masse molaire de l'eau	kg.mol^{-1}
P_i	Pression de la phase i	Pa
P_{cap}	Pression capillaire	Pa
P_V^{sat}	Pression de vapeur saturante	Pa
Q	Quantité de chaleur échangée	J
r_c	rayon de pore de l'interface liquide-glace	m
r_h	rayon de pore de l'interface liquide-gaz	m
R	Constante des gaz parfaits	$\text{J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$
R_C	Résistance à la compression simple	Pa
RH	Humidité relative	-
s_i	Entropie spécifique de la phase i	$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
S_i	Degré de saturation de la phase i	-
S_{L0}	Degré de saturation liquide initiale	-
$S_{L,opm}$	Degré de saturation liquide à la fabrication	-
t	Temps	s
T	Température	K
T_0	Température de référence de fusion de l'eau	K
T_e	Température externe	K
T_i	Température interne	K
T_{nuc}	Température de nucléation de la glace	K
T_m	Température de fusion de la glace	K
T_{min}	Température minimale de l'équilibre liquide-glace	K
V	Volume	m^3

Caractères grecs

Symbole	Définition	Unité [SI]
α_{th}	Coefficient de dilatation thermique linéaire	K^{-1}
β	Constante cinétique de gel	s^{-1}
γ_{ij}	Tension de surface de l'interface ij	$N.m^{-1}$
δ_c	Épaisseur de la couche d'eau non gelable	m
δ_h	Épaisseur de la couche d'eau non évaporable	m
ε	Déformation axiale	-
ε_i	Constante diélectrique de la phase i	-
ε_r	Constante diélectrique globale	-
κ_{ij}	Courbure de l'interface ij	m^{-1}
μ_i	Potentiel chimique de la phase i	$J.mol^{-1}$
ν	Coefficient de Poisson	-
ρ_i	Masse volumique de la phase i	$kg.m^{-3}$
ρ_d	Masse volumique sèche	$kg.m^{-3}$
σ	Contrainte axiale	Pa
Σ_{fus}	Entropie volumique de fusion de l'eau	$J.m^{-3}.K^{-1}$
ϕ	Porosité apparente du matériau	-
ϕ_{inter}	Porosité inter-agrégat du matériau	-
ϕ_{intra}	Porosité intra-agrégat du matériau	-
ω_{opm}	Teneur en eau massique de fabrication	-
ω_{sat}	Teneur en eau massique à la saturation	-

Table des matières

1	Introduction générale	1
1.1	Le contexte de la construction en terre crue	2
1.2	La durabilité des constructions en terre	4
1.3	L'action combinée de l'eau et du gel-dégel sur la durabilité de la terre compactée	5
1.3.1	Situations de forte présence d'eau dans un mur en terre	5
1.3.2	Mécanismes possibles d'endommagement par le gel	6
1.4	Le projet de thèse	9
2	État de l'art	11
2.1	La terre crue : un matériau poreux non saturé	12
2.1.1	La microstructure de la terre crue compactée	12
2.1.2	L'eau dans la microstructure	15
2.1.3	L'impact de l'eau sur le comportement mécanique	20
2.1.4	Synthèse	23
2.2	Le processus de gel-dégel en milieu poreux	23
2.2.1	Observation du gel-dégel en milieu poreux	23
2.2.2	Équilibre thermodynamique liquide-glace en milieu poreux	25
2.2.3	Mécanismes de gel et de dégel en milieu poreux	27
2.2.4	Les pressions internes développées au gel-dégel	34
2.2.5	Synthèse	37
2.3	Les essais de mesure de la résistance au gel-dégel de la terre compactée	37
2.3.1	La sévérité des essais de gel-dégel des matériaux de construction usuels (béton et terre cuite)	37
2.3.2	Les méthodes expérimentales pour l'étude du gel-dégel du matériau terre	39
2.3.3	Les principaux résultats des essais au gel-dégel de la terre compactée	41
2.3.4	Synthèse	44
2.4	Définition du programme de recherche	46

2.4.1	Positionnement du sujet	46
2.4.2	Objectifs de recherche et plan d'étude	46
3	Caractérisation des terres étudiées	49
3.1	Présentation des terres	50
3.2	Caractérisation physique des terres	50
3.2.1	Analyse granulométrique	50
3.2.2	Activité des argiles et analyse minéralogique	52
3.2.3	Caractéristiques de fabrication des échantillons	52
3.3	Caractérisation de la microstructure	54
3.3.1	La porosimétrie au mercure	54
3.3.2	La sorption au diazote	55
3.3.3	Résultats de la caractérisation microstructurale	58
3.4	Caractérisation de la sorption et de la rétention d'eau	61
3.4.1	Les courbes de sorption à la vapeur d'eau	61
3.4.2	Les courbes de rétention d'eau	61
3.4.3	Résultats	62
3.5	Conclusion	63
4	La résistance au gel-dégel de la terre compactée en conditions pathologiques	65
4.1	Matériaux et méthodes	66
4.1.1	Formulation et préparation des échantillons	66
4.1.2	Mesure de la capacité d'absorption d'eau par capillarité	67
4.1.3	Méthode de mesure de la résistance au gel-dégel	69
4.2	Résultats	72
4.2.1	Inspection visuelle de l'endommagement au gel-dégel	72
4.2.2	Évolution de la masse humide au cours des cycles	74
4.2.3	Évaluation de la masse perdue par écaillage	75
4.3	Discussions	77
4.3.1	Évolution de la masse sèche au gel-dégel	77
4.3.2	Variation de la teneur en eau au cours des cycles	78
4.3.3	Estimation de la déformation et de la saturation liquide	80
4.4	Conclusion	84
5	Détermination des courbes de gel-dégel des matériaux terre non saturés	85
5.1	Les principales méthodes de mesure des courbes de gel-dégel	86
5.2	Définition des conditions hydriques initiales	89

5.3	Mise en place de la méthode diélectrique	91
5.3.1	Fabrication et préparation des briques de terre	91
5.3.2	Dispositif d'acquisition et protocole de gel-dégel	92
5.4	Calcul de la saturation liquide par la mesure de la constante diélectrique	93
5.4.1	Présentation des différents modèles de calcul	93
5.4.2	Détermination de la constante diélectrique de chaque constituant	94
5.4.3	Choix de la méthode de calcul de la saturation liquide	96
5.5	Résultats des courbes de gel-dégel	98
5.5.1	Impact de la saturation initiale sur le profil de température	98
5.5.2	Courbes de gel-dégel obtenues par la méthode TDR	99
5.5.3	Comparaison des méthodes TDR et LTC	101
5.6	Analyse du rôle de la saturation liquide initiale et de la microstructure sur le processus de gel-dégel	106
5.6.1	Identification des conditions de gel-dégel en milieu poreux non saturé	106
5.6.2	Estimation de la courbe de dégel par la thermoporométrie	109
5.7	Conclusion	114
6	Évolution du comportement mécanique au cours du gel-dégel	115
6.1	Méthode et paramètres d'essai	116
6.1.1	Présentation des échantillons	116
6.1.2	Description de la méthode expérimentale	117
6.1.3	Choix des paramètres d'essai	118
6.2	Résultats et discussions	119
6.2.1	Effet de la saturation liquide initiale	119
6.2.2	Effet de la formation de glace	122
6.3	Conclusion	127
7	Évaluation de la déformation au gel-dégel sous charge constante	129
7.1	Méthode d'essai de gel-dégel sous charge constante	130
7.1.1	Présentation du dispositif expérimental	130
7.1.2	Protocole d'essais de gel-dégel sous charge constante	133
7.1.3	Calibrage de la mesure de la déformation	135
7.2	Résultats expérimentaux	136
7.2.1	Profils de la températures internes	136
7.2.2	Coefficient de dilatation thermique	138
7.2.3	Influence de la saturation liquide initiale	139
7.2.4	Influence de la contrainte axiale	142
7.2.5	Influence de la répétition des cycles	145

7.3	Discussions	148
7.3.1	Compréhension du mécanisme de retrait au gel	148
7.3.2	Analyse de l'impact de la contrainte verticale	150
7.4	Conclusion	154
8	Modélisation du comportement au gel-dégel	157
8.1	Modélisation de la température interne	159
8.1.1	Écriture de l'équation de la chaleur	159
8.1.2	Interpolation numérique de la courbe de gel-dégel	161
8.1.3	Résolution de l'équation de chaleur et discussions	163
8.2	Modélisation de la déformation au gel-dégel	170
8.2.1	Formulation des lois de comportement poroélastique	170
8.2.2	Détermination expérimentale du coefficient de Biot	172
8.2.3	Homogénéisation des propriétés mécaniques	174
8.2.4	Simulation de la déformation axiale et discussions	180
8.3	Conclusion	182
	Conclusion générale et perspectives	183
	Annexes	188
	Bibliographie	193

Table des figures

1.1	Exemples de constructions en terre dans le monde.	3
1.2	Conditions d'humidifications normales et pathologiques dans un mur en terre.	5
1.3	Exemples de pathologies humides sur des structures en terre crue.	6
1.4	Évolution de la fissuration superficielle avec le nombre de cycles de gel-dégel appliqués sur des échantillons d'un sol argileux, d'après [210].	7
1.5	Formation de lentilles de glace (a) dans un béton au jeune âge et (b) dans un sol compacté, d'après [278, 249].	8
1.6	Exemples d'endommagement au gel-dégel sur des structures en terre.	9
2.1	Présentation des différents constituants d'un matériau poreux non saturé.	12
2.2	Illustration schématique de la microporosité (a) et de la macroporosité (b), d'après [287].	14
2.3	Schéma des structures de quelques types d'argiles, d'après [242].	15
2.4	Illustration de l'eau dans la microstructure suivant le domaine hydrique.	16
2.5	Les "t-curves" obtenues par Harkins et Jura (1944) [147], Hasley (1948) [145] et Hagymassy (1969) [142].	18
2.6	Illustration schématique de l'équilibre liquide-gaz en milieu poreux.	19
2.7	Illustration (a) d'une courbe de rétention et (b) d'une courbe de sorption d'eau obtenues pour deux sols différents.	20
2.8	Illustration de la modification de la courbe de contrainte-déformation avec la teneur en eau d'échantillons cylindriques en terre crue, d'après [173].	21
2.9	Retrait-gonflement d'un sol limoneux-argileux compacté sous cycles d'imbibition-drainage, d'après [90].	22
2.10	Retrait-gonflement d'un sol argileux sous cycles de succion contrôlée, d'après [24].	22
2.11	Illustration de l'état non gelé et de l'état gelé d'un matériau poreux non saturé.	24

2.12 Exemples de courbes de gel-dégel (a) déterminées expérimentalement et (b) numériquement, d'après [339, 280].	24
2.13 Illustration de la propagation de la glace au sein d'un réseau capillaire.	27
2.14 Courbes de gel de l'eau pure libre et d'une eau confinée dans un sol : illustration de la température de nucléation spontanée T_{sn} et du point d'équilibre au gel T_f , d'après [194].	27
2.15 Illustration de la nucléation homogène et de la nucléation hétérogène dans un pore saturé en eau.	31
2.16 Différence entre les courbures de l'interface liquide-glace entre le front de gel κ_{LC}^G et le front de dégel κ_{LC}^D , adapté de [320].	32
2.17 L'effet de l'interconnectivité des pores sur la propagation de la glace et l'évaluation du volume de glace au gel (en bleu) et au dégel (en rouge) suivant la température d'équilibre, d'après [300].	33
2.18 Illustration de la contrainte mécanique due à la cristallisation de la glace dans un pore sphérique de rayon r_p avec une entrée de pore de taille r_e	35
2.19 Le modèle de micro-lentilles de glace avec (A) une description macroscopique et (B) microscopique lors du gel (Partie I) et du dégel (Partie II), d'après [288].	36
2.20 Impact du gel-dégel sur la perte de masse par écaillage et la diminution de la résistance à la compression suivant différentes formulations de terre à pisé, d'après [241].	41
2.21 Impact de l'absorption d'eau par capillarité dans le processus de dégradations au gel-dégel de BTC stabilisés : échantillon sans absorption d'eau (à gauche) et avec absorption d'eau (à droite), d'après [212].	42
2.22 Impact du gel-dégel sur la déformation volumique et l'évolution de la teneur en eau sur des échantillons stabilisés au ciment, d'après [298].	43
2.23 Plan d'études de la campagne expérimentale 1.	47
2.24 Plan d'études de la campagne expérimentale 2.	48
3.1 Localisation de l'origine des terres étudiées.	50
3.2 Courbes granulométriques des trois terres tamisées à 2 mm.	51
3.3 Correction des résultats de la porosimétrie dans la zone de transition des deux chambres de pression.	56
3.4 Fermeture de l'hystérésis de l'isotherme de sorption (a) et pic net de la courbe de distribution de tailles de pores (b) pour la terre CFL.	57

3.5	Courbes de volume cumulé et de distribution de tailles de pores obtenues au NAD et MIP pour CFL, DAG et STA : les courbes en bleu représentent le volume cumulé lors de l'intrusion (MIP) ou de la désorption (NAD), les courbes en rouge le volume cumulé lors de l'extrusion (MIP) et les courbes en noir la distribution de tailles de pores (dV/dlogD).	59
3.6	Courbes de volume cumulé (a) et de distribution de tailles de pores normalisée (b) des terres étudiées.	60
3.7	Les courbes (a) de sorption et (b) de rétention d'eau des trois terres étudiées.	63
4.1	Illustration du dispositif de mesure de A-value.	68
4.2	Procédure d'évaluation de la perte de masse par écaillage : (a) pesage avant brossage, (b) brossage de la surface et (c) pesage après brossage.	70
4.3	Échantillons (a) avec et (b) sans processus d'humidification par absorption capillaire.	70
4.4	État des échantillons après les 12 cycles de gel-dégel ou lors de leurs effondrements. Dans ce dernier cas, le nombre de cycles atteint est indiqué en-dessous de la photo de l'échantillon.	72
4.5	Évolution progressive de l'endommagement au gel-dégel de l'échantillon non stabilisé PROC-US-MR-FT après (a) 1, (b) 2, (c) 3 et (d) 4 cycles.	73
4.6	Variation de la masse humide avec le nombre de cycles pour les échantillons (a) PRESS, (b) PROC, (c) PRESS-CEM et (d) PROC-CEM.	74
4.7	Évolution de la masse écaillée par cycle (a)-(b) et cumulée (c)-(d) au gel-dégel.	76
4.8	Évolution de la masse sèche pour les échantillons (a) non stabilisés (b) stabilisés.	77
4.9	Évolution de la teneur en eau des échantillons (a) PRESS-US, (b) PROC-US, (c) PRESS-CEM et (d) PROC-CEM au cours des cycles.	79
4.10	Évolution de la déformations volumiques des échantillons (a) PRESS-US, (b) PROC-US, (c) PRESS-CEM et (d) PROC-CEM au cours des cycles.	81
4.11	Évolution du degré de saturation liquide des échantillons (a) PRESS-US, (b) PROC-US, (c) PRESS-CEM et (d) PROC-CEM au cours des cycles.	83
5.1	Exemples de mesures en fonction de la température du flux de chaleur par LTC (a) et de l'intensité de l'aimantation par RMN (b). adaptés de [338, 71].	87
5.2	Illustration des différentes conditions hydriques et des méthodes de préparation des échantillons.	89

5.3	Illustration du moule (a), du plastique adhésif (b) et de la presse pour le compactage des briques de terre.	91
5.4	Procédure de compactage des de terre en deux couches avec insertion de sonde TDR (à l'étape c).	92
5.5	Dispositif expérimental pour la mesure de courbe de gel-dégel par TDR.	93
5.6	Évolution de la constante diélectrique de la matrice solide avec la température pour les deux terres étudiées.	96
5.7	Comparaison des constantes diélectriques globales mesurées (en points) et calculées en fonction du degré de saturation du liquide pour les trois températures fixées (0, 10 et 20 °C) avec la relation de Topp (en pointillées) et le modèle de Lichtenecker (en trait plein).	97
5.8	Profil de température interne pour chaque condition hydrique utilisée avec les détails aux points de nucléation et de fusion de glace. Les figures (a), (c) et (d) correspondent à la terre DAG et les figures (b) (e) et (f) à la terre STA.	98
5.9	Les courbes de gel (F en bleu) et de dégel (T en orange) des briques de terre (DAG et STA) pour RH75, RH95, S75, S85 et S95.	100
5.10	(a) Le flux de chaleur Q mesuré par le calorimètre et (b) l'identification de Q_B et de Q_C sur le thermogramme.	101
5.11	(a) Quelques expressions de Δh_{fus} et (b) leur influence sur le calcul de la masse de glace	104
5.12	(a) Profil de température de la cellule du calorimètre T_e et de l'échantillon T_i et (b) comparaison des courbes de gel-dégel mesurées par TDR avec celles obtenues au calorimètre sans (LTC- T_e) et avec correction thermique (LTC- T_i).	105
5.13	Évolution du degré de saturation liquide avec le diamètre maximal des pores remplis d'eau liquide pour les deux matériaux terre.	107
5.14	Calcul de l'humidité relative RH minimale pour une solidification à ΔT	108
5.15	Estimation des courbes de dégel pour différentes conditions hydriques initiales par thermoporométrie : courbes (a et b) en S_L et (c et d) en S_C	111
5.16	Illustration de l'influence de la saturation liquide initiale et de la température sur les quantités de glace et d'eau non gelée.	112
5.17	Comparaison des courbes de dégel obtenues avec la méthode TDR et par thermoporométrie (MIP+NAD).	113
6.1	Protocole de fabrication des échantillons 35x70 mm, d'après [65].	116
6.2	Illustration du dispositif d'essai de chargement variable à température contrôlée.	118

6.3	Courbes de contrainte-déformation pour les échantillons de CFL, DAG et STA à F+10.	120
6.4	Illustration de la rupture en cisaillement des échantillons non gelés.	121
6.5	Exemples de courbes de chargement-déchargement dans le plan contrainte-déformation.	121
6.6	Évolution du module d'Young E en fonction de la saturation liquide initiale S_{L0} pour CFL, DAG et STA à F+10, F+0, T+0 et T+10.	122
6.7	Courbes de contrainte-déformation à F-10 et F-20.	123
6.8	Évolution de la résistance à la compression R_c en fonction de la température à différentes saturations liquide initiales.	124
6.9	Illustration des différents modes de rupture des échantillons gelés.	124
6.10	Différence de l'état des échantillons avant et après l'essai de compression.	125
6.11	Exemples de courbes de chargement-déchargement sur des échantillons gelés.	125
6.12	Évolution du module d'Young E en fonction de la température de gel (en bleu) et de dégel (en orange) à différentes saturations liquide initiales pour CFL.	126
6.13	Évolution du module d'Young E en fonction de la température de gel (en bleu) et de dégel (en orange) à différentes saturations liquide initiales pour DAG.	126
6.14	Évolution du module d'Young E en fonction de la température de gel (en bleu) et de dégel (en orange) à différentes saturations liquide initiales pour STA.	127
7.1	Schéma du bâti de chargement permettant l'application d'une contrainte axiale de 0 ou de 100 kPa.	131
7.2	Illustration de l'ensemble du dispositif d'essai de gel-dégel sous charge constante.	133
7.3	Protocole de mise en place de la charge sur un échantillon.	133
7.4	Profils de température et d'humidité relative imposées dans l'enceinte climatique pour un cycle de gel-dégel.	134
7.5	Présentation de la barre cylindrique en Invar utilisée pour le calibrage thermique.	135
7.6	Résultats de la calibration thermique d'un bâti de chargement.	136
7.7	Profil de températures pour un cycle de gel-dégel sur la terre CFL.	137
7.8	Zoom sur les températures de nucléation de DAG et STA en conditions d'humidifications pathologiques.	137
7.9	Déformation des matériaux secs en fonction de leurs températures internes.	138

7.10	Déformations axiales en fonction de la température pour un cycle de gel-dégel sur des échantillons sans surcharge (σ_0) de CFL, DAG et STA.	140
7.11	Détail des six étapes de déformations au gel-dégel, exemple de CFL-S75- σ_0 -A.	141
7.12	Déformation en fonction de la température pour un cycle de gel-dégel sur des échantillons chargés (σ_{100}) de CFL, DAG et STA.	143
7.13	(a) Profils de déformation et de température pour CFL-S95 et (b) courbes de déformation-température lors du 1 ^{er} cycle de gel-dégel.	144
7.14	Évolution des déformations axiales au cours des 12 cycles de gel-dégel sur les échantillons à $S_{L0} = 95\%$ (a) sans surcharge et (b) sous charge de 100 kPa.	145
7.15	Déformations résiduelles au cours des 12 cycles de gel-dégel pour CFL, DAG et STA.	147
7.16	Schéma du transport d'eau liquide entre les pores inter-agrégats et intra-agrégats lors du gel et du dégel, modifié d'après [209].	149
7.17	Localisation de chaque phase à $S_{L0} = 75\%$ et $T = -20$ °C pour (a) CFL, (b) DAG et (c) STA suivant les pores inter-agrégats et les pores intra-agrégats.	150
7.18	Illustration du dispositif d'essai de fluage sous 100 kPa à $T = 20$ °C.	150
7.19	Mesure des courbes de fluage sous charge σ_{100} à $T = 20$ °C.	151
7.20	Comparaison des déformations au fluage (en pointillés) avec les déformations au gel-dégel (en trait continu) pour CFL, DAG et STA.	152
8.1	Expressions de la chaleur latente de fusion en fonction de la température.	160
8.2	Identification des températures caractéristiques T_g et T_d à partir de la dérivée de S_L suivant T lors (a) du gel et (b) du dégel. Cas de DAG-S95.	162
8.3	Résultats de l'interpolation des courbes de gel-dégel pour DAG et STA.	164
8.4	Détermination expérimentale de h avec le profil de température interne, exemple de DAG-S75.	165
8.5	Comparaison entre les données expérimentales et les résultats de simulation numérique avec le modèle équilibre, exemple de STA-S95.	166
8.6	Simulation numérique des profils de température et des courbes de gel-dégel pour DAG-S75 (en haut), DAG-S85 (en bas) et DAG-S95 (en bas).	168
8.7	Simulation numérique des profils de température et des courbes de gel-dégel pour STA-S75 (en haut), STA-S85 (en bas) et STA-S95 (en bas).	169
8.8	Profil de la pression de confinement P_{conf} et de la pression de pores P_{pore}	173
8.9	Représentation du schéma d'homogénéisation de la terre compactée gelée.	174

8.10	Données expérimentales et régression polynomiale du module d'Young E en fonction de la saturation liquide S_L à 10 et 0 °C pour (a) DAG et (b) STA.	176
8.11	Résultats numériques du module d'élasticité volumique k_S (en rouge) et du module de cisaillement g_S (en bleu) du squelette solide en fonction de la saturation liquide S_L pour DAG et STA.	176
8.12	Évaluation numérique du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν en fonction de la saturation en glace S_C , cas de DAG-S95.	179
8.13	Simulation numérique du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν en fonction de la saturation en glace S_C , cas de STA-S95.	179
8.14	Comparaison de la simulation numérique et de la mesure expérimentale des déformations axiales au cours d'un cycle de gel-dégel.	181
8.15	Ensemble des courbes de déformations au gel-dégel sous charge constante pour la terre CFL.	190
8.16	Ensemble des courbes de déformations au gel-dégel sous charge constante pour la terre DAG.	191
8.17	Ensemble des courbes de déformations au gel-dégel sous charge constante pour la terre STA.	192

Liste des tableaux

2.1	Paramètres d'essais des normes françaises sur la résistance au gel-dégel des bétons et de la terre cuite.	38
2.2	Caractéristiques des protocoles d'essais au gel-dégel de la terre compactée	40
3.1	Principales caractéristiques physiques des trois terres étudiées.	51
3.2	Caractéristiques de fabrication à l'OPM.	53
3.3	Principaux résultats de la caractérisation microstructurale.	60
4.1	Résultats de la mesure de l'absorption à l'eau pour les quatre formulations.	68
4.2	Récapitulatif des paramètres de fabrication et des conditions d'essai.	71
5.1	Différentes valeurs de α pour l'eau libre et l'eau surfondue.	96
5.2	Différentes expressions de l'enthalpie spécifique de solidification de l'eau $\Delta h_{fus}(T)$ [J.g ⁻¹] où $\Delta T = T_0 - T$	103
5.3	Comparaison de la température minimale d'équilibre T_{min} avec les températures de nucléation T_{nuc} et de fusion T_m	109
6.1	Présentation des paramètres de chargement-déchargement.	118
6.2	Présentation des points de mesure de R_C et de E pour une configuration d'essai donnée de type X-Y.	119
7.1	Description des différentes contraintes appliquées sur les échantillons cylindriques 35x70.	131
8.1	Grandeurs thermophysiques des différentes phases pour la simulation.	158
8.2	Propriétés thermophysiques de DAG et STA pour la simulation.	158
8.3	Paramètres d'interpolation des courbes de gel-dégel de DAG et STA.	163
8.4	Résultats de la mesure de b , K^{sec} et du calcul de k_S^{sec} pour chaque terre à l'état sec.	173

Chapitre 1

Introduction générale

Contents

1.1	Le contexte de la construction en terre crue	2
1.2	La durabilité des constructions en terre	4
1.3	L'action combinée de l'eau et du gel-dégel sur la durabilité de la terre compactée	5
1.3.1	Situations de forte présence d'eau dans un mur en terre	5
1.3.2	Mécanismes possibles d'endommagement par le gel	6
1.4	Le projet de thèse	9

1.1 Le contexte de la construction en terre crue

L'utilisation de la terre comme matériau de construction remonte à la période néolithique (soit plus de 9.000 années). Il existe un panel assez varié de techniques constructives en terre crue (pisé, bauge, adobe, brique de terre compactée, terre coulée, terre extrudée...) [172]. Les habitats en terre constituent, de nos jours, un riche patrimoine architectural ; près du tiers de la population mondiale occupe une maison en terre [160, 227]. Ce patrimoine comprend une large variété de monuments historiques dont plusieurs sont inscrits sur la liste du patrimoine mondial de l'UNESCO. On peut citer la grande mosquée de Djenné au Mali, la cité de Shibam au Yémen, la forteresse Jiayuguan de la grande muraille de Chine et la commune de Taos Pueblos au Nouveau-Mexique qui sont présentés sur la figure 1.1. Le territoire européen présente toujours une diversité de constructions en terre notamment en Europe centrale et sud-occidentale. La longue durée de vie de ces structures en terre crue illustre bien leur durabilité dans différentes régions climatiques. Pourtant, les constructions en terre ont fortement ralenti au sortir des deux guerres mondiales en raison de la forte demande de reconstruction et de l'essor de l'industrie du béton et de l'acier.

Néanmoins, la construction en terre crue connaît, de nos jours, un fort regain d'intérêt notamment dans les pays développés en raison de ses vertus écologiques [217, 253]. D'abord, ce mode constructif présente une faible énergie grise car la terre crue est un matériau qui peut être directement prélevé sur le site de construction ou au voisinage [231], ce qui permet de réduire significativement les coûts (économiques et environnementaux) associés au transport. En outre, la préparation et la mise en œuvre de la terre crue nécessitent peu de transformations industrialisées. En l'absence de liant hydraulique (chaux-ciment), la terre crue est aussi un matériau réutilisable. Un autre intérêt du matériau terre est sa capacité de régulation hygrothermique de l'habitat. En effet, la terre crue est un matériau hygroscopique pouvant échanger des molécules d'eau avec l'air environnant. A l'échelle d'une maison en terre, cette propriété favorise une régulation de l'humidité et donc une amélioration de la qualité de l'air intérieur [222]. La terre possède aussi une forte inertie thermique qui la rend capable de stocker et de restituer la chaleur issue du rayonnement solaire et de l'intérieur de l'habitat [297]. En fonction du climat, une bonne exploitation de toutes ces propriétés hygrothermiques contribue fortement à une réduction de la consommation d'énergie pour la ventilation et les confort d'été et d'hiver intérieurs.



(a) La grande mosquée de Djenné, Mali



(b) La ville de Shibam, Yemen



(c) Jiayuguan la grande muraille, Chine



(d) La ville de Taos Pueblo, USA



(e) La forteresse d'Alcazaba, Espagne



(f) Le "domaine de la terre", France



(g) Une ferme en pisé, Lettonie



(h) Une maison réhabilitée, Pays-Bas

FIGURE 1.1 – Exemples de constructions en terre dans le monde.

1.2 La durabilité des constructions en terre

En général, le terme "durabilité" fait l'objet de nombreuses définitions suivant le domaine d'étude. Dans le cadre des matériaux de construction, la durabilité fait référence à la capacité des structures à maintenir leurs fonctionnalités dans le temps [151]. Pour la construction en terre, la notion de durabilité est généralement associée à la question de la résistance à l'eau [230]. En effet, bien que l'affinité des argiles avec les molécules d'eau fasse de la terre un bon régulateur hygrothermique, il convient de souligner que cette affinité impacte aussi le comportement mécanique du mur. Plusieurs études ont montré qu'une forte présence d'eau dans un mur en terre crue réduit significativement sa capacité portante [60, 66]. Une humidification répétée des murs en terre due aux sollicitations climatiques (vent, pluie, neige) peut, à long terme, induire des dégradations superficielles et internes. Autrement dit, une attaque humide sur la terre crue peut engendrer des mécanismes d'endommagement comme l'érosion de surface et la perte de résistance mécanique [59, 151]. Ainsi, l'évaluation expérimentale de la durabilité du matériau terre repose principalement sur des essais de projection d'eau ("spray test", "drip test", "rainfall test"), d'absorption d'eau en continu (par immersion ou par capillarité) ou des cycles d'humidification-séchage [42, 143, 150, 224].

L'ajout d'un liant hydraulique comme le ciment est souvent suggéré pour améliorer nettement la résistance à l'eau du matériau terre [139, 177, 325]. Cependant, la stabilisation au ciment conduit à une réduction de son potentiel de réemploi et augmente l'empreinte carbone, ce qui réduit l'intérêt écologique de la construction en terre stabilisée [30]. Par ailleurs, l'ajout de ciment peut dégrader les performances hygrothermiques du matériau terre [31, 221]. Par conséquent, lorsque la conception architecturale ne permet pas d'écarter l'exposition à l'eau, de nombreuses études encouragent plutôt l'utilisation de produits à faible impact environnemental comme les géopolymères [248, 275] ou les biopolymères hydrophobes [15, 236] pour améliorer la durabilité à l'eau du matériau terre.

Néanmoins, l'action de l'eau ne représente pas la seule problématique de durabilité des structures en terre. Dans leur revue de littérature, Fabbri et al. [112] ont identifié, en plus de l'action de l'eau, divers types de sollicitations pouvant affecter la pérennité d'une structure en terre comme l'action du gel, du vent, du feu, des radiations solaires et des interactions avec l'environnement dont les agents chimiques, la biosphère (insectes, animaux, végétaux). Les auteurs ont particulièrement souligné que le matériau terre (stabilisé ou non stabilisé) est susceptible de présenter une très forte vulnérabilité face à l'action combinée de l'eau et du gel qui accélère significativement l'endommagement de la structure sous climat hivernal.

1.3 L'action combinée de l'eau et du gel-dégel sur la durabilité de la terre compactée

1.3.1 Situations de forte présence d'eau dans un mur en terre

La présence d'eau dans un mur en terre crue est d'abord très importante au jeune âge de la construction. Cette situation correspond à la période juste après la réalisation du mur durant laquelle le matériau subit une diminution progressive de sa teneur en eau. Cette phase de séchage peut durer plusieurs mois et être particulièrement longue en période hivernale [69]. De ce fait, il est généralement recommandé d'éviter de construire des éléments en terre crue en période hivernale et pré-hivernale à cause du risque de gel-dégel [96]. Après le jeune âge, une structure en terre reste normalement à un état hydrique stable (dans les conditions normales de service) grâce à la capacité de régulation hydrique du matériau. En plus, le mur de soubassement qui est formé essentiellement de pierres et de galets assure une protection de la structure en terre contre les phénomènes de remontées capillaires et de projections d'eau (voir figure 1.2.a).

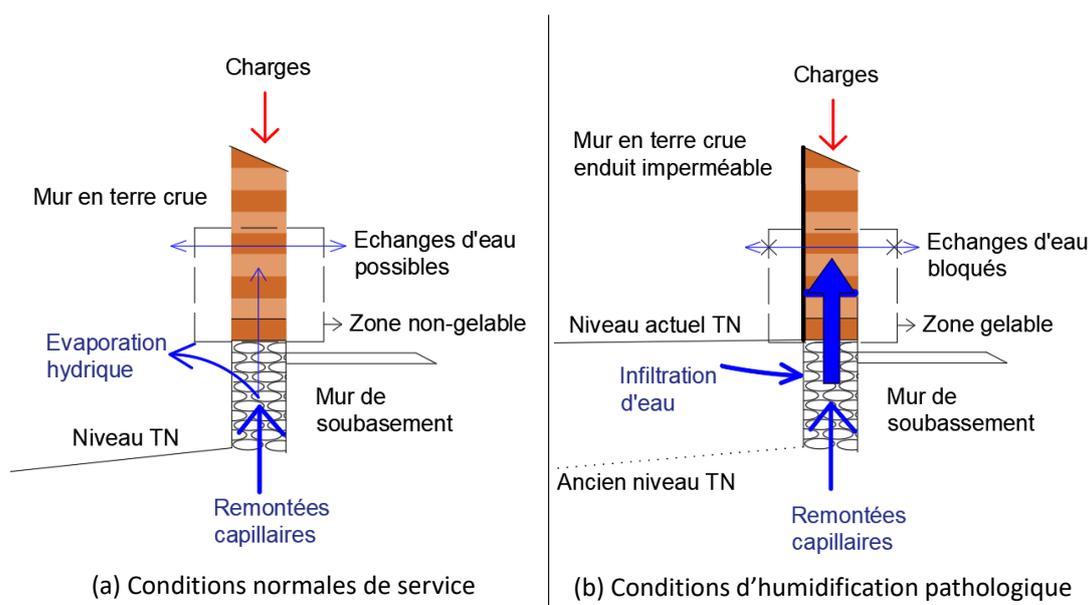


FIGURE 1.2 – Conditions d'humidifications normales et pathologiques dans un mur en terre.

Cependant, durant la période d'exploitation, un mur en terre crue peut subir une forte ré-humidification à la suite d'opérations de rénovation non adéquates. On peut citer à titre d'exemple l'ensevelissement partiel voire total du mur de soubassement à cause d'une rehausse de la voirie et l'imperméabilisation des sols en intérieur (pose de dalle béton) et/ou en extérieur (création d'un trottoir en enrobé bitumineux) [233]. Le mur en terre devient alors une zone préférentielle d'infiltration de l'eau issue des remontées

capillaires et des projections d'eaux pluviales comme illustré sur la figure 1.2.(b). De surcroît, cette eau peut rester bloquée dans le mur en terre si ce dernier est recouvert d'un enduit étanche (au ciment par exemple) supposé le protéger des attaques humides extérieures. L'infiltration et la rétention d'eau conduisent donc une augmentation anormale de la quantité d'eau dans le mur. Dans cette situation pathologique, en plus d'une forte humidification, d'importants dégâts humides peuvent avoir lieu comme la formation de salpêtre (taches blanchâtres de nitrates ou de sels), l'érosion et la déformation du mur (voir figure 1.3).



(a) Forte humidification d'un mur en terre (b) Dégâts humides d'une grange en pisé

FIGURE 1.3 – Exemples de pathologies humides sur des structures en terre crue.

1.3.2 Mécanismes possibles d'endommagement par le gel

En période hivernale, les structures sont régulièrement exposées à des températures négatives pouvant provoquer des cycles de gel-dégel de l'eau contenue dans le matériau. Dans ce cas, l'endommagement se manifeste généralement par deux mécanismes : l'écaillage de surface et la fissuration interne [169]. Bien que ces deux processus d'endommagement puissent se produire simultanément, ils sont distincts et indépendants l'un de l'autre [263]. Ces deux mécanismes de dégradations au gel-dégel, potentiellement applicables à la terre crue, ont été largement illustrés sur les bétons et les pâtes de ciment. En outre, dans le cas où des remontées d'eau par capillarité sont possibles, les géomatériaux peuvent subir de la gélifraction due à la formation de lentilles de glace¹.

1. Une courte revue sur les mécanismes de dégradations au gel-dégel des matériaux poreux est présentée ci-après. Pour plus d'informations, une analyse détaillée de l'endommagement au gel-dégel est disponible dans la revue de littérature proposée par Deprez et al. [97].

L'écaillage superficiel

L'écaillage, résultant d'un détachement progressif de fines particules et d'agrégats, représente la dégradation de la surface du matériau au cours des cycles de gel-dégel. La figure 1.4 montre que l'écaillage se produit via la propagation de fissures superficielles.

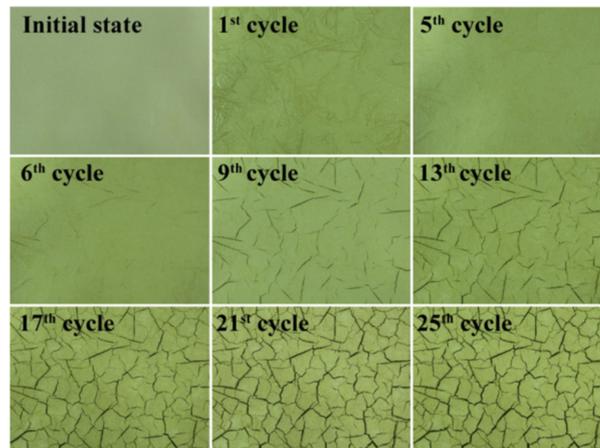


FIGURE 1.4 – Évolution de la fissuration superficielle avec le nombre de cycles de gel-dégel appliqués sur des échantillons d'un sol argileux, d'après [210].

Avec la répétition des cycles de gel-dégel, la quantité de masse écaillée augmente significativement dans le cas des bétons [101, 191] ou des sols contenant des argiles actives [210]. Depuis les premières études relatives à l'écaillage des bétons exposés au gel-dégel, plusieurs auteurs ont souligné une accentuation de l'écaillage avec l'application de sels de déverglaçage dont l'effet est critique à 3% de solution saline [120, 257, 263, 321]. La dégradation superficielle est aussi possible même en l'absence de couche de solution saline sur des échantillons peu perméables et soumis à un fort gradient thermique [108]. Dans ce cas, l'écaillage reflète un endommagement dû au gel-dégel localisé au niveau de la surface sollicitée.

La fissuration interne

L'endommagement interne d'un matériau poreux exposé au gel-dégel se manifeste par l'apparition et le développement de microfissures (c'est-à-dire de fissures internes dans la microstructure) [264]. En général, cette microfissuration provoque une modification de la distribution de tailles de pores, une réduction des performances mécaniques (résistance mécanique et module d'élasticité) et une augmentation de la perméabilité intrinsèque du matériau [333]. Expérimentalement, elle peut être quantifiée via différentes techniques comme la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction aux rayons X (DRX) ou la microtomographie [229, 247, 295]. Kaufmann [178] a aussi proposé une méthode

ultrasonique pour évaluer la variation de vitesse de propagation d'ondes et par conséquent l'ampleur de la microfissuration des matériaux exposés au gel-dégel.

A l'échelle macroscopique, l'endommagement interne au gel peut se quantifier via la mesure de déformations. Par exemple, plusieurs auteurs ont observé qu'un matériau poreux ne retrouvait pas sa position initiale à la suite d'un certain nombre de cycles de gel-dégel [48, 178, 258, 348]. De ce fait, l'existence de cette déformation résiduelle (ou permanente) est attribuée à la microfissuration interne du matériau.

Les lentilles de glace

Dans les sols et les structures exposés à de longues périodes de gel continu, une ou plusieurs couches de glace appelées lentilles de glace peuvent se former dans la direction perpendiculaire au gradient thermique. Taber [303] a observé que la durée d'exposition au gel et la vitesse de refroidissement ont un fort impact sur le développement des lentilles de glace. Les lentilles de glace sont séparées de la zone non gelée par une couche d'eau en surfusion appelée frange de gel ou film actif. Ce dernier est responsable de l'aspiration d'eau liquide par cryosuccion pour le développement des lentilles de glace [290, 304].

Généralement, trois conditions sont nécessaires pour la formation et la croissance des lentilles de glace : (1) un matériau sensible au gel, (2) une source externe d'eau disponible par remontées capillaires et (3) une température de gel en surface stable. De surcroît, une fissuration initiale est nécessaire pour favoriser le développement de lentilles de glace dans les sols [34]. Ce phénomène de lentilles de glace se produit principalement dans les sols perméables et aussi dans les bétons au jeune âge [75, 278]. Une illustration de la formation de glace dans un béton et un sol est présentée sur la figure 1.5.

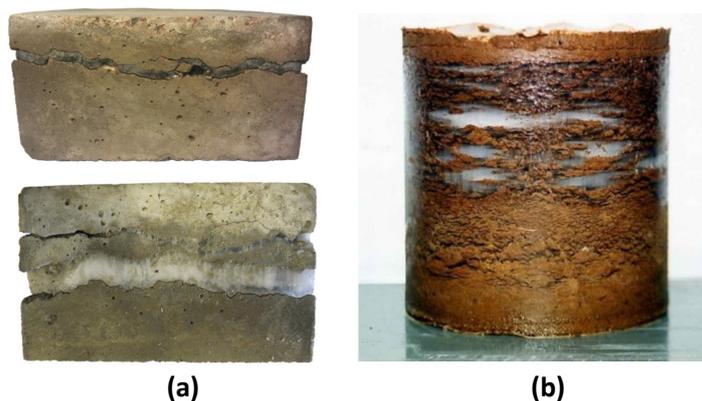


FIGURE 1.5 – Formation de lentilles de glace (a) dans un béton au jeune âge et (b) dans un sol compacté, d'après [278, 249].

Les lentilles de glace sont à l'origine d'une pression sur la matrice solide dite pression de gonflement permettant de créer de l'espace additionnel [304]. Ce phénomène de gon-

flement peut aussi s’accompagner d’importantes fissures et fractures dans le matériau : on parle alors de gélifraction [188, 299, 328].

Synthèse

Un processus répété de cycles de gel-dégel de l’eau dans le matériau terre pourrait accentuer les pathologies observées sur un mur humide via de l’endommagement en surface (écaillage), en volume (fissuration interne), voire par une gélifraction induite par un couplage avec des remontées capillaires. Les expertises réalisées par Scarato et Jeannet [283] sur des centaines de constructions en pisé dans la région Auvergne-Rhône-Alpes, montrant une augmentation significative des pathologies et des effondrements durant les mois de février à avril, semblent aller dans le sens de ce postulat. A titre d’exemple, les figures 1.6 (a) et (b) montrent des dégradations associées, après diagnostic, au gel-dégel des murs en terre. Ainsi, la durabilité au gel-dégel peut représenter une problématique majeure pour la construction en terre crue dans des pays avec des périodes hivernales rudes.



(a) Perte de masse par écaillage



(b) Effondrement par perte de stabilité

FIGURE 1.6 – Exemples d’endommagement au gel-dégel sur des structures en terre.

1.4 Le projet de thèse

L’étude de la durabilité au gel-dégel des constructions en terre se heurte principalement à un manque de connaissances sur les conditions et les mécanismes à l’origine de l’endommagement du matériau. Bien qu’un certain nombre d’études expérimentales aient déjà été effectuées pour évaluer la résistance au gel-dégel des éléments constructifs en terre crue, il n’existe toujours pas de protocoles faisant consensus. Pour contribuer à palier ce manque, ce projet de recherche a pour objectif de proposer :

- une quantification de l’endommagement au gel-dégel de la terre compactée dans le cas de teneurs en eau pathologiques,

- une identification des conditions de formation de glace dans un matériau terre non saturé,
- une évaluation de l'impact du gel-dégel sur le comportement hydromécanique de la terre crue et
- une compréhension des processus physiques associés au phénomène de gel-dégel sur le matériau terre en condition non saturée.

Pour cela, une étude bibliographique est présentée dans le chapitre 2 de ce manuscrit. Cette revue de la littérature a pour vocation de fournir un certain nombre d'informations sur le comportement hydromécanique du matériau terre et sur les processus physiques et mécaniques associés à la formation de glace en milieux poreux. Ce chapitre apporte aussi une discussion sur différentes méthodes expérimentales proposées pour évaluer la résistance au gel-dégel du matériau terre. L'état de l'art permet de conclure sur la problématique de recherche et sur la méthodologie d'étude. Le chapitre 3 fournit une caractérisation des différents matériaux terre utilisés dans cette étude. Ensuite, une évaluation de la résistance au gel-dégel en conditions d'humidification pathologiques est proposée dans le chapitre 4. Le chapitre 5 présente la méthode de mesure des courbes de gel-dégel mise au point pour l'identification des conditions nécessaires de formation de glace dans un matériau poreux non saturé. En s'appuyant sur les courbes de gel-dégel, le chapitre 6 traite de l'influence de la formation de glace sur la modification du comportement mécanique. Le chapitre 7 est consacré à l'étude des déformations axiales des échantillons soumis à des cycles de gel-dégel sous différentes charges mécaniques. Enfin, dans le chapitre 8, un modèle thermo-poromécanique est développé afin de fournir une compréhension des mécanismes majeurs associés à l'endommagement au gel-dégel de la terre crue compactée pour la construction.

Chapitre 2

État de l'art

Contents

2.1	La terre crue : un matériau poreux non saturé	12
2.1.1	La microstructure de la terre crue compactée	12
2.1.2	L'eau dans la microstructure	15
2.1.3	L'impact de l'eau sur le comportement mécanique	20
2.1.4	Synthèse	23
2.2	Le processus de gel-dégel en milieu poreux	23
2.2.1	Observation du gel-dégel en milieu poreux	23
2.2.2	Équilibre thermodynamique liquide-glace en milieu poreux . . .	25
2.2.3	Mécanismes de gel et de dégel en milieu poreux	27
2.2.4	Les pressions internes développées au gel-dégel	34
2.2.5	Synthèse	37
2.3	Les essais de mesure de la résistance au gel-dégel de la terre compactée	37
2.3.1	La sévérité des essais de gel-dégel des matériaux de construction usuels (béton et terre cuite)	37
2.3.2	Les méthodes expérimentales pour l'étude du gel-dégel du matériau terre	39
2.3.3	Les principaux résultats des essais au gel-dégel de la terre compactée	41
2.3.4	Synthèse	44
2.4	Définition du programme de recherche	46
2.4.1	Positionnement du sujet	46
2.4.2	Objectifs de recherche et plan d'étude	46

2.1 La terre crue : un matériau poreux non saturé

2.1.1 La microstructure de la terre crue compactée

La terre crue est un matériau composé d'un ensemble d'agrégats (sable et limons) liés entre eux par une matrice argileuse continue. Elle peut aussi contenir des graviers dans le cas du pisé ou des fibres végétales pour la bauge et l'adobe. Dans l'ensemble de ce document, nous adopterons la définition suivante pour le terme "terre crue" :

Terre crue : Matériau de construction naturel issu du sol et du sous-sol, utilisé cru, et dont la cohésion est assurée par la présence d'argiles.

Dans le cas du pisé et des briques de terre compactée, qui sont les systèmes constructifs abordés dans cette thèse, la terre crue est mélangée avec une certaine quantité d'eau pour un comptage optimal [252]. L'élément formé constitue alors un matériau poreux avec une matrice solide et des pores contenant une ou plusieurs phases suivant l'état hydrique du matériau (figure 2.1).

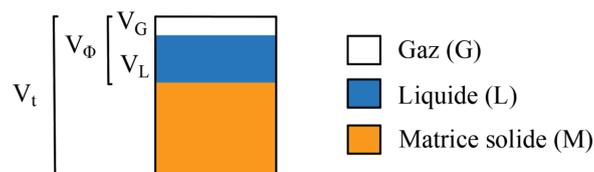


FIGURE 2.1 – Présentation des différents constituants d'un matériau poreux non saturé.

A l'état sec, les pores ne contiennent qu'une seule phase gazeuse composée de vapeur d'eau et d'air sec. L'état partiellement saturé est caractérisé par la coexistence de l'eau liquide (L) et du gaz (G). La porosité inclut des pores ouverts qui constituent un réseau connecté et des pores isolés qui sont inaccessibles depuis la surface extérieure du matériau. Ces pores isolés ne participant pas aux phénomènes de percolation sont généralement considérés comme faisant partie de la matrice solide. Ainsi, on considère uniquement le réseau des pores inter-connectés comme espace poreux. En ce sens, la porosité est associée à une porosité apparente notée ϕ qui est le rapport entre le volume de pores connectés V_ϕ et le volume total V_t du matériau.

$$\phi = \frac{V_\phi}{V_t} \quad (2.1)$$

Pour chaque phase i présente dans le milieu poreux, il est possible de définir le degré de saturation S_i défini comme suit :

$$S_i = \frac{V_i}{V_\phi} \quad (2.2)$$

où V_i représente le volume des pores occupés par la phase i ($i = L, G$).

Cette définition impose que la somme des degrés de saturation de toutes les phases est égale à 1.

$$\sum_{i=L,G} S_i = 1 \quad (2.3)$$

Pour une sollicitation donnée, la valeur respective de ces différents degrés de saturation dépend d'un certain nombre de caractéristiques de la microstructure comme la taille, la morphologie et l'interconnectivité des pores.

Dans la littérature, il existe plusieurs systèmes de classification des tailles de pores suivant les phénomènes étudiés. Par exemple, pour l'étude des phénomènes de physisorption, les pores sont répartis en trois catégories suivant la classification IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) [279] :

- les micropores (pores de taille inférieure à 2 nm),
- les mésopores (pores de taille comprise entre 2 - 50 nm),
- les macropores (pores de taille supérieure à 50 nm).

La classification IUPAC est bien adaptée pour étudier les différents mécanismes physiques de sorption de gaz comme l'adsorption multi-couche et la condensation capillaire [196, 346]. Cependant, un inconvénient majeur de cette classification est de ne pas proposer une subdivision des pores de taille supérieure à 50 nm. Aussi, elle ne permet pas une étude des phénomènes de percolation dans un réseau capillaire.

Dans le cas des sols compactés, plusieurs auteurs [127, 269, 308, 318] ont proposé une classification à double échelle de la microstructure caractérisée par une microporosité (porosité interfoliaire) et une macroporosité (avec une porosité intra-agrégat et une porosité inter-agrégat). La figure 2.2 donne une illustration de la microporosité et de la macroporosité. Contrairement à la classification IUPAC, la classification de la microstructure par double échelle ne propose pas de limite fixe de tailles des pores entre les différentes catégories de pores. En effet, les valeurs limites dépendent majoritairement de la nature des argiles ou du mode de compactage.

Cette classification à double échelle de la microstructure est très intéressante pour l'étude du gonflement hydrique des sols argileux [220, 287]. Tang et al. [305] ont montré que le choix de la classification micro-macro de la microstructure des sols compactés permet de comprendre plusieurs mécanismes hydromécaniques comme la rétention, la diffusion d'eau et la déformation des sols compactés sous cycles de séchage-humidification. De ce fait, nous retiendrons, pour la suite, cette classification à double échelle (micropo-

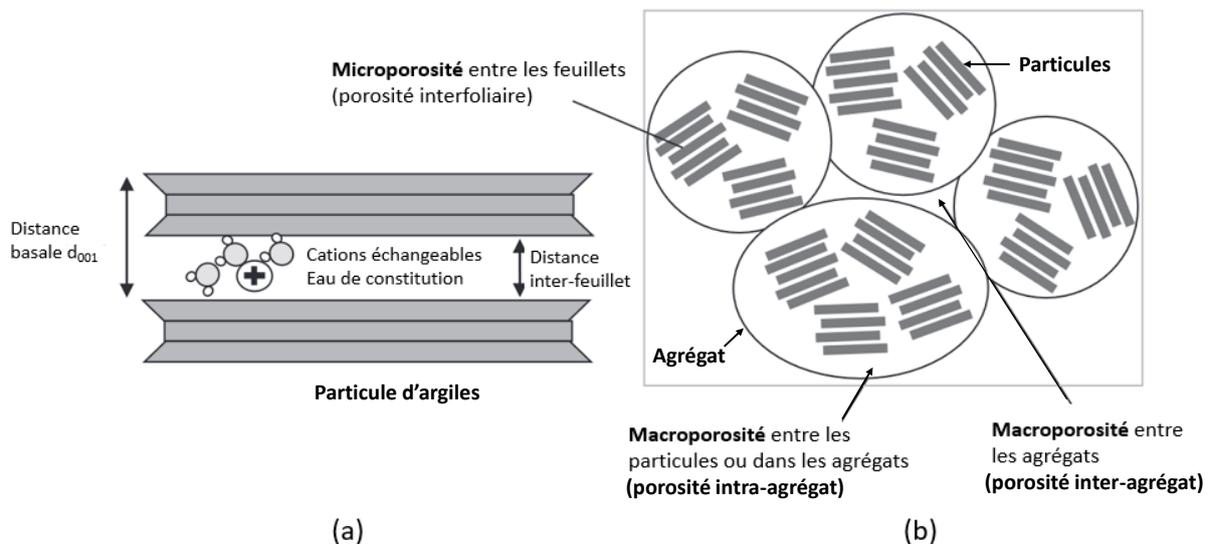


FIGURE 2.2 – Illustration sch matique de la microporosit  (a) et de la macroporosit  (b), d'apr s [287].

rosit  et macroporosit ) pour caract riser la microstructure du mat riau terre.

La microporosit  : porosit  interfoliaire

D'un point de vue min ralogique, les argiles forment des feuillets de phyllosilicates compos s de silice (SiO_4) sous forme de t tra dre (T) et d'alumine (Al_2O_3) de forme octa drique (O) [136]. La combinaison t tra drique et octa drique est possible gr ce   une mise en commun des atomes d'oxyg ne provenant du t tra dre et des ions hydroxydes de l'octa dre. Les travaux de Tessier [308] ont permis d'identifier deux types de structures d'argiles selon l'empilement des couches de feuillets. Une structure TO typique de la kaolinite est compos e d'une couche t tra drique et d'une couche octa drique. Dans ce type d'argile, les feuillets sont  lectriquement neutres et empil s directement les uns sur les autres pour former des cristallites. Ainsi, la kaolinite ne pr sente pas d'espace interfoliaire. Dans le cas des autres argiles comme l'illite, la chlorite ou la smectite, les feuillets comprennent deux t tra dres et un octa dre pour former une structure TOT. Ces feuillets pr sentent alors un d ficit de charge positive compens  par la pr sence de cations comme les ions calcium (Ca^{2+}), magn sium (Mg^{2+}), sodium (Na^+). De ce fait, les forces d'hydratation des cations peuvent induire une intrusion d'eau dans l'espace interfoliaire. Des mesures   la DRX ont montr  une variation de la distance basale (voir figure 2.2.a) de 0.9   2.0 nm suivant la nature des argiles et des cations  changeables [118, 156]. Cela correspond   la formation d'une   quatre couches de mol cules d'eau dans l'espace interfoliaire satur  en permanence [287]. Cette eau dite de constitution est g n ralement consid r e comme une partie intrins que des particules d'argile. Une illustration de diff rents types d'argiles est pr sent e sur la figure 2.3.

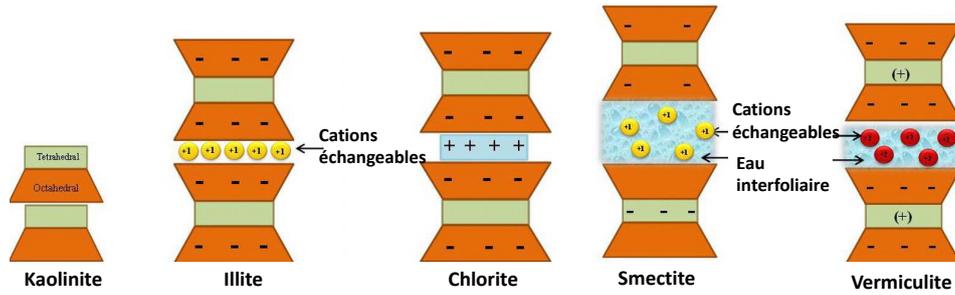


FIGURE 2.3 – Schéma des structures de quelques types d'argiles, d'après [242].

La macroporosité : porosités intra et inter-agrégat

Plusieurs études expérimentales ont montré que les sols compactés présentent une distribution de tailles de pores soit bimodale soit unimodale. Delage et al. [94] ont souligné que la microstructure d'un sol compacté dépend fortement de sa teneur en eau lors du compactage. Cette dépendance a aussi été observée par plusieurs études expérimentales sur des sols argileux [72, 277], limono-argileux [94] et limono-sableux [154]. Il est conclu que la microstructure présente une distribution bimodale lorsque le sol est compacté du côté sec ou proche de l'optimum Proctor alors que le compactage du côté humide de l'optimum conduit à une distribution unimodale de la microstructure. De même, les travaux de Beckett [43] ont mis en évidence une microstructure bimodale pour la terre crue compactée. Dans le cas d'une distribution de tailles de pores bimodale, il est possible de définir une porosité intra-agrégat ϕ_{intra} (porosité au sein des agrégats) et une porosité inter-agrégat ϕ_{inter} (porosité entre les agrégats) [23, 199]. Cette subdivision de la macroporosité est présentée sur la figure 2.2.(b). A partir des courbes de distribution de tailles de pores de plusieurs sols, Al-Mukhtar et al. [237] ont montré que le diamètre intermédiaire entre les pores intra-agrégats et inter-agrégats se situe généralement entre 0.15 et 0.2 μm . Bruno [57] et Li et al. [200] ont aussi montré que le compactage affecte principalement la porosité inter-agrégat : une augmentation de l'énergie de compactage tend à réduire le volume des pores inter-agrégat sans pour autant affecter la porosité intra-agrégat.

2.1.2 L'eau dans la microstructure

En raison de la forte affinité des minéraux argileux avec les molécules d'eau, la terre crue est un matériau hygroscopique, ce qui se traduit par sa capacité à échanger des molécules d'eau avec l'air ambiant. L'interaction de l'eau avec la terre dépend de plusieurs facteurs tels que le type d'argiles, la nature des cations échangeables [213, 219]. Ainsi, on peut distinguer quatre états de l'eau dans la microstructure :

- l'eau de constitution : contenue dans la microporosité, elle est considérée intrin-

sèque aux particules d'argiles,

- l'eau adsorbée : il s'agit des molécules d'eau fixées en couches sur les parois des pores,
- l'eau capillaire : elle correspond à la phase liquide remplissant les pores par condensation capillaire. Cette eau est retenue dans les pores par les forces capillaires,
- l'eau gravitaire : dans le domaine quasi saturé voire saturé, cette eau peut s'écouler librement sous l'effet de la gravitation. Il s'agit d'un cas particulier de l'eau capillaire présente dans les macropores mais qui n'est plus soumise aux forces capillaires.

Dans le cas d'un milieu poreux non saturé comme la terre crue, les variations hydriques dans la macroporosité affectent principalement l'eau adsorbée et l'eau capillaire. La figure 2.4 donne une illustration, à l'échelle de la microstructure, de la coexistence de l'eau liquide et de l'air suivant l'état hydrique du matériau.

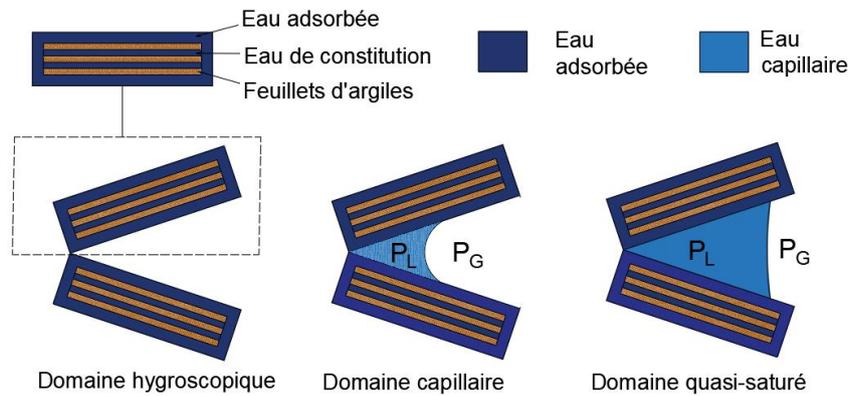


FIGURE 2.4 – Illustration de l'eau dans la microstructure suivant le domaine hydrique.

L'équilibre thermodynamique, à chaque instant, entre les phases "liquide" (c'est-à-dire condensées ou adsorbées) et gazeuse (c'est-à-dire la vapeur d'eau) se traduit par l'égalité de leurs potentiels chimiques :

$$\mu_L(P_L, T) = \mu_V(P_V, T) ; d\mu_L(P_L, T) = d\mu_V(P_V, T) \quad (2.4)$$

avec μ_L le potentiel chimique de l'eau liquide et μ_V celui de la vapeur d'eau. T [K] est la température absolue du système. Dans cette expression, P_V représente la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air et P_L la pression dite thermodynamique de l'eau liquide. En d'autres termes, P_L ne correspond pas à la pression mécanique réelle de l'eau dans le milieu poreux, mais plutôt la pression à laquelle devrait être de l'eau libre (en dehors du milieu poreux) pour avoir un potentiel chimique identique à celui de l'eau confinée dans le milieu poreux.

Le développement de ces égalités (présenté dans [296] par exemple) conduit à la relation de Kelvin qui relie la pression capillaire à l'humidité relative d'équilibre du système :

$$P_{cap} = P_G - P_L = -\frac{\rho_L R T}{M_{H_2O}} \ln(RH) \quad (2.5)$$

Dans cette équation, ρ_L est la masse volumique de l'eau liquide. P_G représente la pression totale des gaz (air sec + vapeur d'eau). $M_{H_2O} = 18 \times 10^{-3} \text{ kg.mol}^{-1}$ correspond à la masse molaire de l'eau. $R = 8.314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ représente la constante des gaz parfaits et RH l'humidité relative d'équilibre, égale au rapport entre P_V et P_V^{sat} . Le terme P_V^{sat} représente la pression partielle de vapeur à saturation qui dépend principalement de la température :

$$RH = \frac{P_V}{P_V^{sat}(T)} \quad (2.6)$$

Parmi les différentes expressions classiquement utilisées pour estimer $P_V^{sat}(T)$, nous retiendrons celle proposée dans [79] car elle repose sur des hypothèses dans l'expression de l'entropie spécifique similaires à celles qui seront effectuées dans la section suivante pour l'étude de la solidification en milieu poreux. Ainsi, $P_V^{sat}(T)$ peut s'exprimer comme suit :

$$P_V^{sat}(T) = P_V^{sat}(T_{ref}) \exp \left\{ \frac{M_{H_2O}}{RT} \left[\frac{L_{ref}}{T_{ref}} \Delta T + (c_V - c_L) \left(T \ln \left(\frac{T}{T_{ref}} \right) - \Delta T \right) \right] \right\} \quad (2.7)$$

avec $\Delta T = T - T_{ref}$. $T_{ref} = 373 \text{ K}$ représente la température de référence de la vaporisation de l'eau. $L_{ref} = 2,26 \times 10^6 \text{ J.kg}^{-1}$ est l'enthalpie spécifique de vaporisation à T_{ref} . $P_V^{sat}(T_{ref}) = 1 \text{ bar}$ est la pression de vapeur saturante à T_{ref} . c_L et c_V [$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$] représentent respectivement les capacités thermiques spécifiques de l'eau liquide et de la vapeur d'eau (supposées constantes).

L'eau adsorbée

Dans le cas de l'adsorption, les molécules d'eau se fixent sur la surface des pores qui est principalement la surface externe des feuillets d'argiles. Dans leurs études expérimentales, Keenan et al. [181] et Hatch et al. [149] ont observé que l'eau adsorbée peut se disposer sur une ou plusieurs couches d'eau suivant son affinité avec les particules d'argiles. A titre d'exemple, la smectite est susceptible d'être recouverte par 5 couches de molécules d'eau alors que la kaolinite présente en moyenne 3 couches d'eau absorbée.

La quantité d'eau adsorbée évolue principalement avec l'humidité relative RH d'équilibre du système définie par la relation (2.6) et dans une moindre mesure avec la tempé-

rature. Une manière simplifiée de quantifier l'eau adsorbée est de considérer son épaisseur moyenne sur la surface des pores. Au premier ordre, elle peut s'écrire sous la forme :

$$\delta_h(RH) = \frac{V_{ads}(RH)}{S_{SA}} \quad (2.8)$$

où $V_{ads}(RH)$ représente le volume d'eau spécifique adsorbée sur les parois des pores et S_{SA} l'aire de la surface spécifique du matériau. La surface spécifique caractérise la surface des parois solide disponible aux molécules de gaz par unité de masse d'un matériau.

Plusieurs études [35, 50, 84] ont montré que δ_h évolue de manière univoque avec l'humidité relative d'équilibre du système à une température donnée. Ces études ont donné lieu au développement de plusieurs expressions empiriques de $\delta_h(RH)$, communément appelées les "t-curves". Les plus utilisées pour les matériaux cimentaires et les sols compactés sont celles de Harkins et Jura [147], Hasley [145] et Hagymassy [142] qui sont représentées sur la figure 2.5.

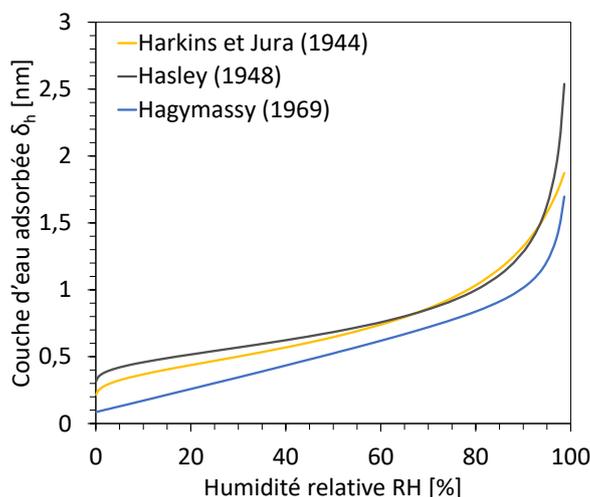


FIGURE 2.5 – Les "t-curves" obtenues par Harkins et Jura (1944) [147], Hasley (1948) [145] et Hagymassy (1969) [142].

L'eau capillaire

En plus de l'eau adsorbée au niveau de la surface des pores, l'eau peut aussi occuper le volume des pores par condensation capillaire. Cependant, en raison du confinement, l'interface liquide-gaz présente des forces intermoléculaires qui génèrent une énergie (ou tension) de surface et une courbure de l'interface pour assurer un équilibre mécanique (voir figure 2.6). Il en résulte une différence entre la pression de gaz P_G et celle du liquide P_L . Cette pression appelée pression capillaire P_{cap} est reliée à la courbure de l'interface via la relation de Young-Laplace :

$$P_{cap} = P_G - P_L = \gamma_{LG}\kappa_{LG} \quad (2.9)$$

où γ_{LG} [mN.m⁻¹] et κ_{LG} [m⁻¹] sont respectivement la tension de surface et la courbure moyenne de l'interface liquide-gaz.

La tension de surface air/eau décroît linéairement avec l'augmentation de la température suivant la relation : $\gamma_{LG} = 75.68 - 0.14(T_0 - T)$ [mN.m⁻¹] [324] où $T_0 = 273.15$ K est la température de référence de fusion de la glace. La courbure moyenne du ménisque κ_{LG} dépend de la forme géométrique de l'interface. En considérant une interface de forme cylindrique, la courbure κ_{LG} vaut $\frac{1}{r}$ alors qu'elle correspond à $\frac{2}{r}$ dans le cas d'une interface de type sphérique où r représente le rayon de courbure de l'interface. Nous ferons, pour la suite des développements, l'hypothèse classique d'une interface sphérique dans un pore cylindrique. Dans ce cas, la combinaison des eqs.(2.5) et (2.9) donne l'expression du rayon de l'interface r_K aussi appelé le rayon de Kelvin en fonction de l'humidité relative du système :

$$r_K = -\frac{2\gamma_{LG}M_{H_2O}}{\rho_L RT \ln(RH)} \quad (2.10)$$

Dans le cas général, l'eau capillaire et l'eau adsorbée coexistent au sein du réseau poreux (voir figure 2.6).

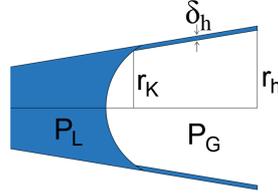


FIGURE 2.6 – Illustration schématique de l'équilibre liquide-gaz en milieu poreux.

Ainsi, en supposant qu'une épaisseur d'eau adsorbée égale à δ_h recouvre toute la surface du pore et que l'interface entre l'eau capillaire et l'air est une demi-sphère de rayon r_K (cas du mouillage total), le rayon r_h du pore cylindrique correspondant s'écrit :

$$r_h(RH) = r_K(RH) + \delta_h(RH) \quad (2.11)$$

La relation (2.11) montre que la condensation capillaire s'effectue initialement dans les petits pores. A une humidité relative RH donnée, l'eau liquide est présente dans les pores de taille inférieure à $r_h(RH)$ et les pores plus gros sont vides (i.e. remplis d'air). Avec l'augmentation de RH , la phase liquide se propage dans les larges pores accessibles.

Dans le domaine hygroscopique, l'adsorption et la désorption d'eau dans la micro-structure sont identifiables par la courbe de sorption qui représente l'évolution du degré

de saturation liquide avec l'humidité relative de l'air. Avec la relation (2.5), il est possible de représenter la courbe de sorption comme la variation de la saturation liquide avec la pression capillaire dans le domaine hygroscopique. Pour des fortes saturations en eau, la présence d'eau est principalement gouvernée par les phénomènes capillaires caractérisés par la courbe de rétention d'eau qui montre l'évolution du degré de saturation d'eau liquide avec la pression capillaire (aussi appelée succion matricielle). La figure 2.7 montre la variation de la saturation liquide suivant la pression capillaire dans les domaines quasi-saturé, capillaire et hygroscopique. On note généralement, pour les géomatériaux, que la relation entre la saturation et la pression capillaire n'est pas univoque car elle présente une hystérésis liée au chemin hydrique (adsorption-imbibition ou désorption-drainage).

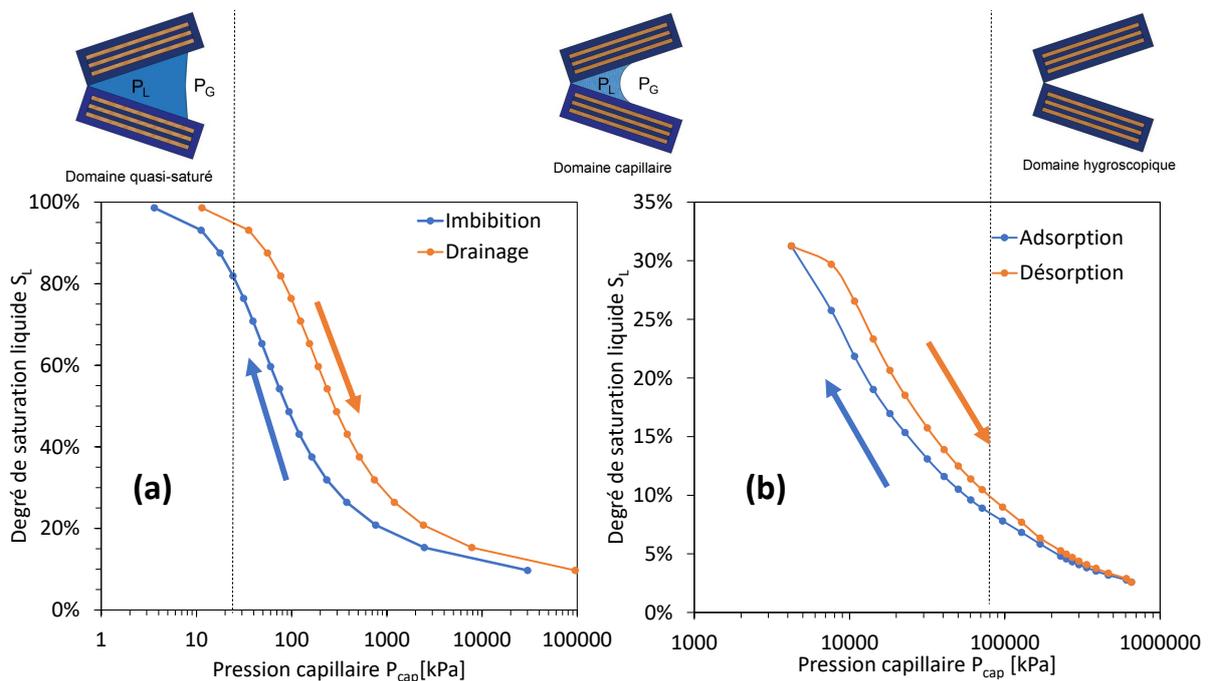


FIGURE 2.7 – Illustration (a) d'une courbe de rétention et (b) d'une courbe de sorption d'eau obtenues pour deux sols différents.

2.1.3 L'impact de l'eau sur le comportement mécanique

Modification du comportement hydromécanique

La présence d'eau dans la microstructure impacte significativement les propriétés mécaniques du matériau terre. La variation des propriétés mécaniques avec la saturation en eau liquide a largement été abordée dans le cadre général des sols non saturés [18, 92]. Dans la littérature sur la terre crue compactée, plusieurs études ont montré une chute des performances mécaniques avec l'augmentation de la teneur en eau du matériau. A titre d'exemple, Bui et al. [60] ont noté une augmentation par un facteur 4 de la résistance

à la compression simple et du module d'Young de blocs de terre compactée lors de la réduction de la teneur en eau de l'état hydrique à la fabrication (11% - 13%) à l'humidité ambiante (1% - 2%). Dans le domaine hygroscopique, les études expérimentales menées par Champiré et al. [66] et François et al. [121] ont aussi montré une réduction des performances mécaniques (résistance à la compression, module d'Young) avec l'augmentation de l'humidité relative. Également, une variation du coefficient de Poisson de la terre crue compactée avec la teneur en eau avec des valeurs allant de 0.37 (à l'état humide) à 0.2 (à l'état sec) a aussi été soulignée dans [60, 66]. Ces modifications des propriétés mécaniques de la terre sont principalement attribuées à la variation de la succion dans le matériau [130, 173]. En effet, l'augmentation de la saturation liquide provoque une diminution de la succion induisant une réduction de la force de cohésion capillaire des grains dans le matériau.

L'augmentation de la teneur en eau s'accompagne aussi d'une transition d'un comportement fragile vers une ductilité du matériau terre non saturé [121, 173]. La figure 2.8 montre un exemple de modification de la courbe contrainte-déformation d'un sol à différentes teneurs en eau.

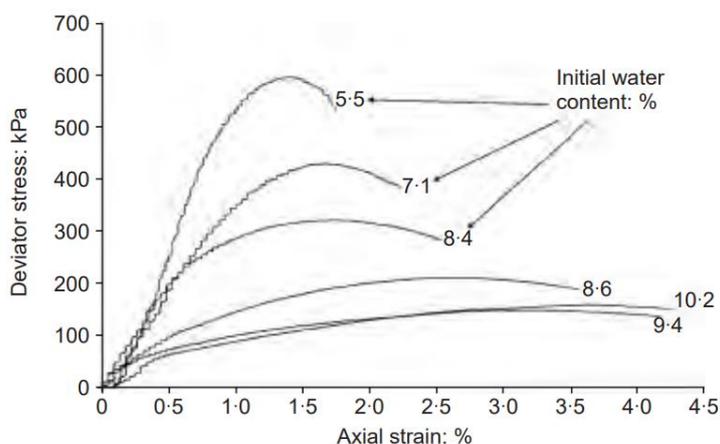


FIGURE 2.8 – Illustration de la modification de la courbe de contrainte-déformation avec la teneur en eau d'échantillons cylindriques en terre crue, d'après [173].

Dans les domaines hygroscopiques, Xu [341] a noté que cette transition de comportement entre 23%RH et 97%RH se produisait uniquement pour une terre crue avec une forte teneur en argile. Cette dépendance à la teneur en argile est aussi confirmée dans [214]. Ces observations expérimentales montrent donc un fort couplage entre l'état hydrique et le comportement mécanique d'un sol non saturé.

Influence des sollicitations hydriques sur le comportement volumique

Plusieurs études expérimentales ont mis en évidence un comportement dynamique des sols exposés à des sollicitations cycliques de séchage-humidification [17, 40, 90, 100, 251]. Les figures 2.9 et 2.10 montrent des exemples de mesure de déformations volumiques des sols soumis à plusieurs cycles d'imbibition-drainage ou de succion contrôlée.

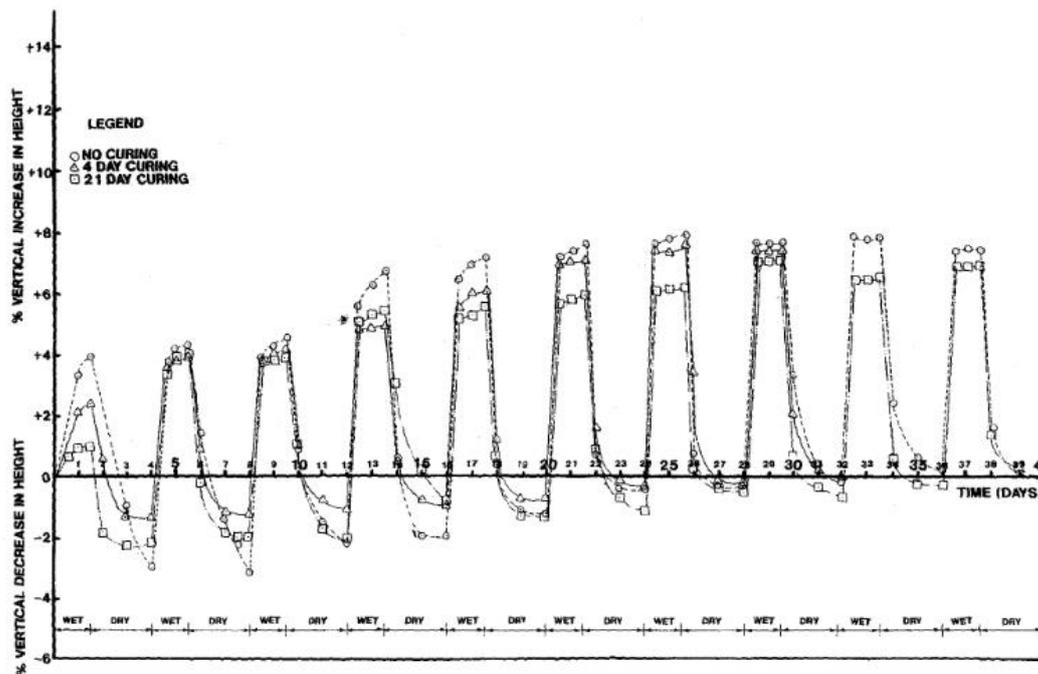


FIGURE 2.9 – Retrait-gonflement d'un sol limoneux-argileux compacté sous cycles d'imbibition-drainage, d'après [90].

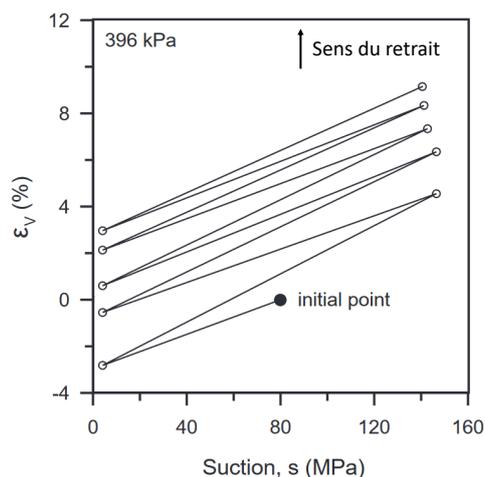


FIGURE 2.10 – Retrait-gonflement d'un sol argileux sous cycles de succion contrôlée, d'après [24].

On constate des mécanismes de retrait-gonflement des sols sous cycles d'humidification-séchage avec toutefois un certain nombre de complexités. D'abord, les courbes montrent

que la relation entre les déformations et la teneur en eau ou la succion n'est pas univoque. En effet, les déformations au cours des cycles d'humidification-séchage présentent une partie de déformation réversible (élastique) gouvernée par les variations hydriques ou de succion et une seconde partie de déformation irréversible (plastique) résultant de la modification de la microstructure [305].

On remarque aussi que la répétition de sollicitations hydriques induit une accumulation de déformation dite déformation résiduelle ou permanente. Certaines études expérimentales [26, 100] ont souligné une accumulation de retrait alors que d'autres (comme [90]) ont montré un gonflement résiduel avec les cycles. Day [89] a trouvé, pour un sol limoneux-argileux (riche en quartz et en montmorillonite), une accumulation de retrait pour un compactage du côté sec de l'optimum Proctor alors qu'une expansion permanente a été observée sur des échantillons compactés du côté humide. De manière générale, les déformations résiduelles se développent principalement lors des premiers cycles et au-delà d'un certain nombre, le comportement des sols tend vers un comportement élastique [17].

2.1.4 Synthèse

La terre crue peut être décrite comme un sol compacté non saturé présentant une microstructure à double échelle (microporosité et macroporosité). Dans ce cadre, la co-existence de l'eau liquide et de l'air dans les pores est gouvernée par les lois d'équilibres thermodynamique et mécanique entre ces deux phases. En plus de la modification du comportement mécanique avec la quantité d'eau liquide, les variations hydriques dans un matériau terre peuvent induire des déformations résiduelles via des cycles de retrait-gonflement. En températures hivernales, il est possible que ces sollicitations hydriques s'accompagnent d'une formation de glace dans un mur en terre crue.

2.2 Le processus de gel-dégel en milieu poreux

2.2.1 Observation du gel-dégel en milieu poreux

Le changement de phase de l'eau est possible sous certaines conditions de température et de pression. Par exemple, sous pression atmosphérique ($P_{atm} = 1$ bar), la fusion de la glace se produit à une température $T_0 = 273.15$ K = 0 °C. L'eau confinée dans un matériau poreux peut aussi subir une transition de phase liquide-glace à différentes températures négatives. En effet, dans les matériaux poreux, l'intégralité de l'eau ne se solidifie pas à la même température. Par exemple, pour les sols, Kozłowski [194] a souligné que l'eau capillaire (confinée dans les pores) a une température de changement de phase qui varie avec la taille des pores. Cependant, une partie de l'eau adsorbée ne peut pas geler en

raison de forces de liaison avec les minéraux argileux. Cette eau toujours à l'état liquide représente la couche d'eau non gelable. Ainsi, un matériau poreux non saturé comme la terre crue peut contenir les trois phases de l'eau (liquide, glace, gaz) dès lors qu'il est exposé à des températures négatives. Une illustration des états "gelé" et "dégelé" d'un matériau poreux non saturé est donnée sur la figure 2.11.

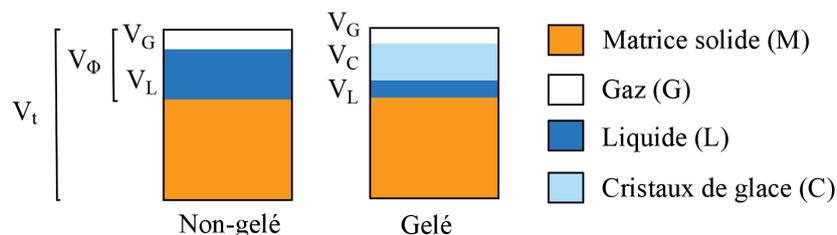


FIGURE 2.11 – Illustration de l'état non gelé et de l'état gelé d'un matériau poreux non saturé.

La compréhension du comportement au gel-dégel des matériaux poreux repose ainsi sur une fonction caractéristique appelée courbe de gel-dégel. Cette courbe traduit la variation de la saturation en glace (S_C) ou la saturation liquide (S_L) avec la température T . Il s'agit d'une fonction clé dans la modélisation des transferts d'eau et de chaleur [289, 337] ou des déformations mécaniques [77, 117] des matériaux poreux au gel-dégel. La figure 2.12 présente deux exemples de courbes de gel-dégel obtenues expérimentalement pour une pâte de ciment (figure 2.12.a) et déterminées via un modèle numérique (figure 2.12.b).

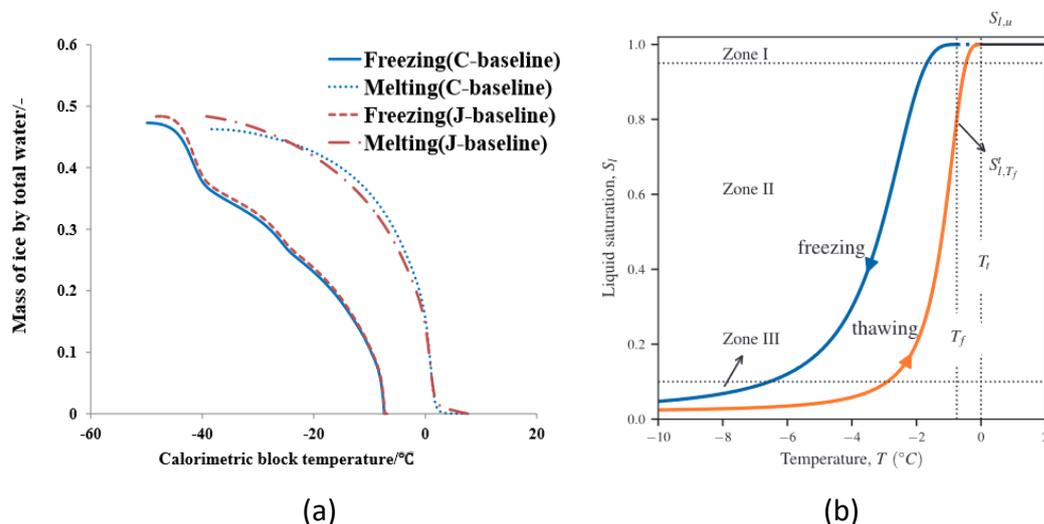


FIGURE 2.12 – Exemples de courbes de gel-dégel (a) déterminées expérimentalement et (b) numériquement, d'après [339, 280].

Ces courbes de gel-dégel présentent une forme de sigmoïde caractérisée par une formation de glace initialement très importante puis modérée au cours du refroidissement.

Quelques points marquants sont observés sur les courbes de gel-dégel :

- le changement de phase de l'eau est un phénomène progressif avec la baisse en température,
- la formation de glace ne se produit pas nécessairement à la température d'équilibre liquide/glace (i.e. 0 °C),
- la courbe de gel-dégel présente une hystérésis.

Pour les matériaux poreux, Wang et al. [329] ont indiqué que le processus de gel-dégel dépend principalement d'un certain nombre de propriétés microstructurales comme la distribution de tailles de pores et l'interconnectivité du réseau capillaire. La même conclusion est émise dans de nombreuses études [109, 260, 300]. Par exemple, Fabbri et al. [109] ont observé qu'une distribution de tailles des pores dispersée (étalée) engendre une hystérésis au gel-dégel plus marquée.

A la vue de ces éléments, cette partie abordera les principes du changement phase liquide-glace et de la cristallisation de la glace en milieu poreux. Il sera alors possible de montrer le rôle de la microstructure sur les mécanismes de gel-dégel et l'impact de la solidification de l'eau sur les pressions développées au sein de la microstructure.

2.2.2 Équilibre thermodynamique liquide-glace en milieu poreux

L'équilibre thermodynamique entre l'eau liquide (notée L) et les cristaux de glace (notée C) impose l'égalité de leurs potentiels chimiques :

$$\mu_L(T, P_L) = \mu_C(T, P_C); d\mu_L(T, P_L) = d\mu_C(T, P_C) \quad (2.12)$$

Pour toute phase i ($i = L, C$), le potentiel chimique μ_i se définit comme suit :

$$d\mu_i(T, P_i) = M_{H_2O} \left(\frac{1}{\rho_i} dP_i - s_i dT \right) \quad (2.13)$$

Avec M_{H_2O} la masse molaire de l'eau, ρ_i la masse volumique et s_i l'entropie spécifique de la phase i . Cette dernière peut s'exprimer en fonction de la température du milieu T :

$$s_i = s_i^0 + c_i \ln \left(\frac{T}{T_0} \right) \quad (2.14)$$

où s_i^0 représente l'entropie spécifique de référence et c_i est la capacité thermique spécifique de la phase i considérée. Ainsi, en négligeant la variation de masse volumique dans le domaine d'intégration, le développement de l'égalité des potentiels chimiques donne la relation ci-dessous :

$$\frac{\rho_L}{\rho_C} P_C - P_L = \Sigma_{fus} \Delta T + C_{fus} \left[T \ln \left(\frac{T_0}{T} \right) - \Delta T \right] \quad (2.15)$$

Où $\Sigma_{fus} = \rho_L(s_L^0 - s_C^0) = 1.2 \text{ MJ.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ caractérise l'entropie de fusion par unité de volume d'eau à T_0 . $C_{fus} = \rho_L(c_L - c_C)$. On définit $\Delta T = T_0 - T$ comme la variation en température entre l'état de référence et l'état actuel du système. Dans le cas de faibles variations relatives de température (i.e. $\Delta T/T_0 \ll 1$), le terme de second ordre dans la relation (2.15) peut être négligé.

Ainsi, l'équilibre thermodynamique permet de définir la pression capillaire liquide-glace $P_{cap} = P_C - P_L$ comme fonction de la pression liquide et de la température.

$$P_{cap} + \left(\frac{\rho_L}{\rho_C} - 1 \right) P_C = \Sigma_{fus} \Delta T \quad (2.16)$$

D'autre part, de manière analogue au système liquide-gaz, l'équilibre mécanique local de l'eau liquide avec la glace dans un matériau poreux génère une interface courbée. Lorsque la glace se forme dans un pore cylindrique, l'interface liquide-glace présente une forme hémisphérique. Dans ce cas, la relation de Young-Laplace permet de relier le rayon de pore r_c à la pression capillaire liquide-glace :

$$P_{cap} = P_C - P_L = \frac{2\gamma_{LC}}{r_c - \delta_c} \quad (2.17)$$

où $\gamma_{LC} = 36 - 0.25\Delta T$ [mN.m⁻¹] correspond à la tension de surface de l'interface liquide-glace. δ_c représente l'épaisseur de la couche d'eau non gelable. Selon Fagerlund [114], elle peut s'exprimer comme une fonction de la température suivant la relation suivante :

$$\delta_c(T) = 1.97 \left(\frac{1}{\Delta T} \right)^{\frac{1}{3}} \text{ [nm]} \quad (2.18)$$

La combinaison des eqs.(2.16) et (2.17) permet d'établir la relation de Gibbs-Thomson qui s'exprime comme suit :

$$r_c(T) = \frac{2\gamma_{LC}(T)}{\Sigma_{fus}(T_0 - T) - \left(\frac{\rho_L}{\rho_C} - 1 \right) P_C} + \delta_c(T) \quad (2.19)$$

Dans la relation ci-dessus, $T_0 - T$ représente l'abaissement de la température pour le changement de phase liquide-glace de l'eau à une pression P_L confinée dans un pore de rayon r_c . Il apparaît ainsi que la température de changement de phase de l'eau contenue dans un matériau poreux est abaissée en raison de son confinement dans la microstructure [74] : la formation de glace débute dans les pores les plus larges puis la propagation s'effectue progressivement, lors du refroidissement, vers les pores connectés de taille inférieure (voir figure 2.13).

Cette propriété a notamment été exploitée par Brun et al. [54] dans les années 1970

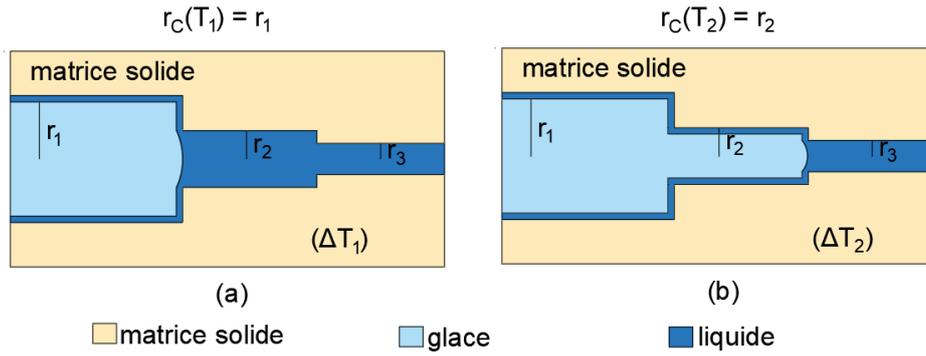


FIGURE 2.13 – Illustration de la propagation de la glace au sein d'un réseau capillaire.

afin de relier la courbe de gel-dégel d'un matériau poreux saturé à sa distribution de tailles de pores. Cependant, bien que la relation de Gibbs-Thomson fournisse une compréhension du caractère progressif du gel-dégel en milieu poreux, elle ne permet pas de reproduire le retard à la solidification et l'hystérésis observables sur la figure 2.12. Pour ce faire, il est nécessaire d'analyser, plus en détail, les processus de formation et de fonte de la glace en milieu poreux.

2.2.3 Mécanismes de gel et de dégel en milieu poreux

Plusieurs auteurs [29, 51, 319] ont montré qu'atteindre l'abaissement de température calculé avec la relation de Gibbs-Thomson n'est pas une condition suffisante pour la solidification de l'eau dans un matériau poreux. En effet, la formation de la glace est un processus qui ne se produit pas instantanément à la température d'équilibre de gel. Les travaux d'Akyurt et de ses coauteurs [19] ont permis d'identifier cinq étapes lors de la solidification de l'eau. Kozlowski [194] a, en plus, souligné les différences (illustrées sur la figure 2.14) entre l'eau libre pure et l'eau confinée dans un sol.

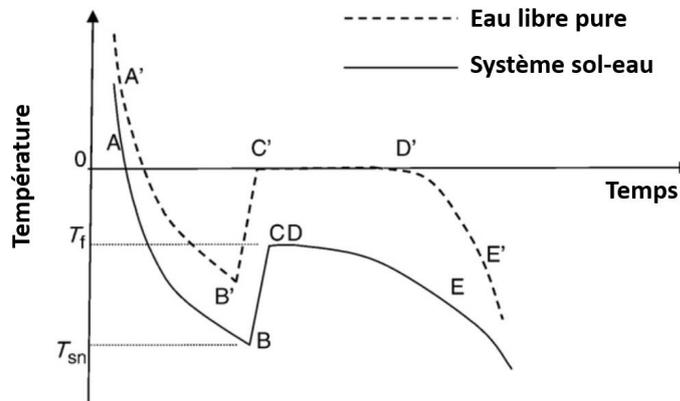


FIGURE 2.14 – Courbes de gel de l'eau pure libre et d'une eau confinée dans un sol : illustration de la température de nucléation spontanée T_{sn} et du point d'équilibre au gel T_f , d'après [194].

Initialement, les chemins AB (pour l'eau confinée) et A'B' (pour l'eau libre) montrent un refroidissement de l'eau jusqu'au-dessous de 0 °C sans changement de phase. Cela correspond à la surfusion de l'eau. La nucléation de la glace ne se produit qu'à partir d'une certaine température négative (au point B ou B'). Dans le cas de l'eau libre, la chaleur dégagée induit une augmentation de la température suivie d'un plateau à 0 °C correspondant à la cristallisation de la totalité de l'eau. Dans le cas de l'eau confinée, la chaleur dégagée lors de la nucléation produit une remontée en température à $T_f \leq 0$ °C et conduit à un plateau de température moins marqué. Après la cristallisation de glace, le refroidissement du solide de glace se produit sur D'E' pour l'eau libre alors que pour l'eau confinée, cette étape correspond à la propagation du front de gel à travers le réseau poreux.

La surfusion de l'eau lors du gel

Lors du gel, la formation des premiers cristaux de glace nécessite généralement un refroidissement supplémentaire au-dessous de T_0 au cours duquel l'eau est toujours sous forme liquide. L'eau se trouve alors dans un état métastable appelé surfusion. Le concept de surfusion de l'eau a été initialement développé dans les études de l'écoulement d'eau dans des tuyaux [53, 102, 135]. Des études expérimentales ont observé que, sous conditions atmosphériques, la surfusion de l'eau pure peut se produire jusqu'à des températures proches de -40 °C [119, 171, 235]. Cependant, pour une solution aqueuse, Gilpin [134] a constaté que la présence d'impuretés pouvait réduire le degré de surfusion à des températures allant de -7 à -4 °C. Plusieurs études expérimentales ont aussi mis en évidence le phénomène de surfusion jusqu'à -5 °C pour l'eau confinée dans les matériaux poreux saturés comme les sols et les ciments, [45, 109, 138]. Pour les sols, les travaux de Pruppacher [267], d'Anderson [29] et de Kozłowski [194] ont permis d'identifier un certain nombre de facteurs pouvant affecter la surfusion de l'eau comme la teneur en eau du matériau, sa nature des argiles (et des cations échangeables), son volume et la vitesse de refroidissement.

La surfusion est un phénomène qui résulte de la vitesse de formation des premiers cristaux de glace puisqu'il est nécessaire d'apporter au système une certaine énergie (dite énergie d'activation) pour la nucléation de la glace. Lors d'un refroidissement au-dessous de T_0 , des petits embryons de glace commencent à germer. La solidification de l'eau étant un processus exothermique, elle produit un dégagement de chaleur qui se traduit par une remontée de la température du milieu. Les embryons de cristaux formés doivent donc constituer un amas ayant une énergie libre suffisante pour se développer, autrement ils retournent à l'état liquide. La théorie classique de la nucléation initialement établie par Volmer et Weber [326] puis développée par Becker et Döring [41] et Frenkel [122] permet

d'expliquer le processus de germination de cristaux de glace. La théorie de nucléation d'un cristal repose essentiellement sur une approche combinant la thermodynamique, la cinétique et la statistique. On distingue deux processus de nucléation : la nucléation homogène et la nucléation hétérogène.

La nucléation homogène des cristaux de glace

La théorie classique de la nucléation est abordée dans de nombreux travaux consacrés à la compréhension des mécanismes du gel de l'eau [176, 216, 243]. La formation d'un embryon de glace est liée à la variation de son énergie libre de Gibbs [183, 239]. En considérant un cristal de glace de forme sphérique de rayon r , la variation de son énergie libre de Gibbs ΔG peut s'exprimer comme suit :

$$\Delta G(r) = \frac{4}{3}\pi r^3 \Delta g_f + 4\pi r^2 \gamma_{LC} \quad (2.20)$$

avec $\Delta g_f = \Sigma_{fus}(T - T_0) < 0$ l'énergie libre de cristallisation par unité de volume.

Le premier terme constitue la variation de l'énergie libre associée à la chaleur latente dégagée pour la formation de l'embryon de glace sphérique de volume $\frac{4}{3}\pi r^3$. Cette énergie de volume réduit l'énergie libre du système et par conséquent elle favorise la formation du cristal de glace. Le second terme représente l'énergie de surface (tension de surface) associée à la formation de l'interface de surface $4\pi r^2$ entre l'embryon et la phase liquide. Ce second terme augmente l'énergie libre de l'embryon ; il constitue ainsi une barrière d'énergie à surmonter pour la nucléation du cristal.

La variation de l'énergie libre exprime une condition thermodynamique nécessaire sur la taille critique de l'embryon pour favoriser sa stabilité et sa croissance. Cette taille critique notée r_{cr} représente le rayon permettant de minimiser l'énergie libre du système. Cela se traduit par la condition suivante :

$$\frac{\partial G}{\partial r}(r_{cr}) = 0 \quad (2.21)$$

Ainsi, le développement de cette condition, à partir de l'eq.(2.20), donne l'expression suivante de r_{cr} :

$$r_{cr} = -\frac{2\gamma_{LC}}{\Delta g_f} \quad (2.22)$$

La croissance d'un embryon de rayon $r < r_{cr}$ engendre une augmentation de son énergie libre $\Delta G(r)$. De ce fait, cet embryon n'est pas stable et il se dissout immédiatement pour réduire son énergie libre. Dans le cas où l'embryon présente une taille supérieure à la taille critique, il continue à grossir instantanément pour minimiser son énergie libre et dans

ce cas, l'embryon est stable. La nucléation correspond donc au processus durant lequel l'embryon doit surmonter une certaine énergie dite énergie de barrière pour pouvoir se développer. Cette énergie de barrière notée ΔG_{cr} à la formation d'un embryon sphérique s'obtient en combinant les expressions de l'énergie libre de Gibbs (eq.2.20) et du rayon critique (eq.2.22) :

$$\Delta G_{cr}^{hom} = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma_{CL}^3}{\Delta g_f^2} \quad (2.23)$$

Cette expression (2.23) montre bien qu'un degré de surfusion Δg_f important ou une tension de surface γ_{LC} faible réduit la barrière d'énergie et par conséquent favorise la nucléation. Cette forme d'énergie libre est notamment utilisée pour exprimer la cinétique et le taux de nucléation homogène [163, 239].

La nucléation homogène est de type aléatoire car la probabilité de la formation d'un cristal de glace est considérée identique dans tout le volume de l'élément représentatif. Ce type de nucléation dépend principalement de l'activité de l'eau [189]. De ce fait, plusieurs auteurs ont montré que la solidification de l'eau libre et pure nécessite un refroidissement jusqu'à des températures proches de -30 °C à -40 °C afin de se déclencher par nucléation homogène [119, 171, 190, 271]. Cependant, pour l'eau confinée ou impure, la formation de cristal de glace se produit préférentiellement par nucléation hétérogène.

La nucléation hétérogène des cristaux de glace

Dans la littérature, plusieurs études portant sur les mécanismes de nucléation ont montré que l'existence de sites préférés de germination comme des surfaces rugueuses, des impuretés, des solutés ou des bulles, favorise une nucléation hétérogène [186, 327, 353, 354]. Ces sites sont souvent appelés catalyseurs ou agents de nucléation. Dans le cas des matériaux poreux, les travaux de Scherer [284, 285] ont montré que les parois des pores peuvent agir comme des zones de nucléation. Pour cette situation, plusieurs auteurs (par exemple [180]) ont exprimé la barrière énergétique de la nucléation hétérogène ΔG_{cr}^{het} comme suit :

$$\Delta G_{cr}^{het} = f(\Theta) \Delta G_{cr}^{hom} \quad (2.24)$$

Avec ΔG_{cr}^{hom} la barrière d'énergie de la nucléation homogène exprimée dans l'eq.(2.23) et Θ l'angle de contact entre le cristal et les parois des pores.

La fonction $f(\Theta)$ est un facteur inférieur ou égal à 1.

$$f(\Theta) = \frac{\cos^3(\Theta) - 3 \cos(\Theta) + 2}{4} \quad (2.25)$$

On constate donc que la barrière d'énergie peut être plus faible dans le cas d'une nucléation hétérogène par rapport à la nucléation homogène. Cette réduction de l'énergie de surface dépend principalement de l'angle de mouillage des catalyseurs. La figure 2.15 montre les différentes possibilités de nucléation dans un pore. Par exemple, la nucléation de cristaux de glace est davantage favorable à la surface des parois qu'à l'intérieur du pore pour de faibles valeurs d'angle de mouillage de la surface des parois des pores.

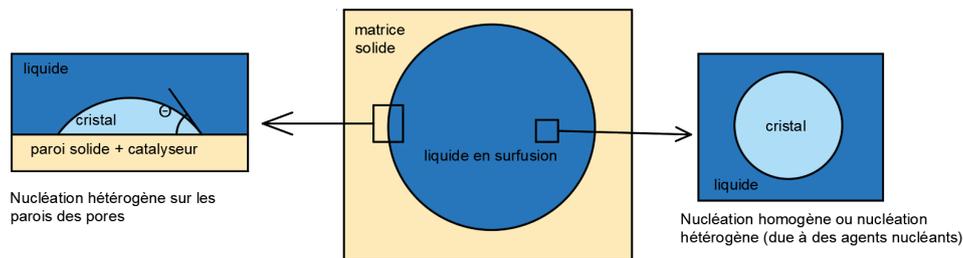


FIGURE 2.15 – Illustration de la nucléation homogène et de la nucléation hétérogène dans un pore saturé en eau.

Le degré de surfusion est donc abaissée dans le cas d'une nucléation hétérogène suivant la nature des minéraux et du matériau poreux. Les travaux de Zimmermann et al. [352] ont permis d'identifier la température minimale de gel de l'eau pour différents minéraux présents dans les sols comme le quartz, la kaolinite, l'illite et la montmorillonite. Une observation au MEB a montré que cette température varie de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $-16\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dans le cas des argiles peu actives comme la kaolinite, les travaux de Welti et Kanji [336] et de Murray et al. [238] ont prouvé que la température de nucléation peut dépendre de la surface spécifique ; alors qu'aucune tendance claire de l'influence de la surface spécifique sur la température de nucléation n'a été observée pour la montmorillonite [240].

Finalement, on peut comprendre que la formation de glace dans un matériau poreux suit un processus de nucléation qui nécessite un abaissement de la température du milieu au-dessous de la température d'équilibre de changement de phase liquide-glace. D'un autre côté, la fusion de la glace respecte la loi thermodynamique de Gibbs-Thomson eq.(2.19) puisqu'elle ne s'accompagne d'aucune barrière cinétique. Ainsi, cette différence dans les processus de solidification et de fusion de l'eau induit un premier écart non négligeable entre la courbe de gel et la courbe de dégel des matériaux poreux. Cette différence représente alors une des causes de l'hystérésis observée expérimentalement. Néanmoins, il en existe d'autres qui seront abordées ci-dessous.

Effet de la courbure de l'interface liquide-glace entre le gel et le dégel

Selon plusieurs études ([261] par exemple), l'hystérésis de la courbe de gel-dégel d'un matériau poreux peut être attribuée à la différence de la courbure d'interface entre le

front de gel et le front de dégel dans un pore. En effet, l'utilisation de la relation de Gibbs-Thomson permet d'exprimer, au premier ordre, l'abaissement de température de changement de phase ΔT en fonction de la courbure de l'interface liquide-glace κ_{LC} au travers de l'expression :

$$\Delta T \approx \frac{\gamma_{LC}\kappa_{LC}}{\Sigma_{fus}} \quad (2.26)$$

Diverses études [54, 157, 259] ont souligné que l'eau se solidifie à partir de l'entrée du pore et le front de gel se propage le long du pore. Cependant, la fusion de la glace est amorcée au niveau du film liquide présent entre la glace et les parois du pore et le front de dégel se propage depuis la surface latérale des parois vers l'intérieur du pore. En ce sens, dans le cas d'un pore cylindrique de rayon r présentant une couche d'eau non gelable d'épaisseur δ_c , l'interface au gel est de forme hémisphérique alors qu'au dégel l'interface liquide-glace est de forme cylindrique [44, 234]. On peut donc exprimer les courbures d'interface au gel κ_{LC}^G et au dégel κ_{LC}^D pour un pore de forme cylindrique comme ci-dessous :

$$\kappa_{LC}^G = \frac{2}{r - \delta_c} \quad (2.27a)$$

$$\kappa_{LC}^D = \frac{1}{r - \delta_c} \quad (2.27b)$$

Un facteur de forme λ_{courb} associé à cette différence de courbure entre le front de gel et de dégel peut se définir comme suit :

$$\lambda_{courb} = \frac{\Delta T^D}{\Delta T^G} = \frac{\kappa_{LC}^D}{\kappa_{LC}^G} = \frac{1}{2} \quad (2.28)$$

La figure 2.16 illustre la différence de courbure des interfaces liquide-glace entre le gel (G) et le dégel (D).

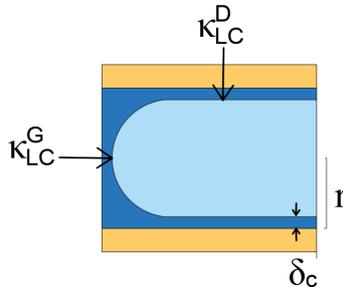


FIGURE 2.16 – Différence entre les courbures de l'interface liquide-glace entre le front de gel κ_{LC}^G et le front de dégel κ_{LC}^D , adapté de [320].

L'effet de l'interconnectivité des pores

Les travaux de Sun et Scherer [300] ont montré que l'interconnectivité des pores impacte différemment la propagation du front de gel et de dégel dans un matériau poreux. Cette différence peut alors être une autre source de l'hystérésis au gel-dégel dans un matériau poreux. Une illustration détaillée est présentée sur la figure 2.17.

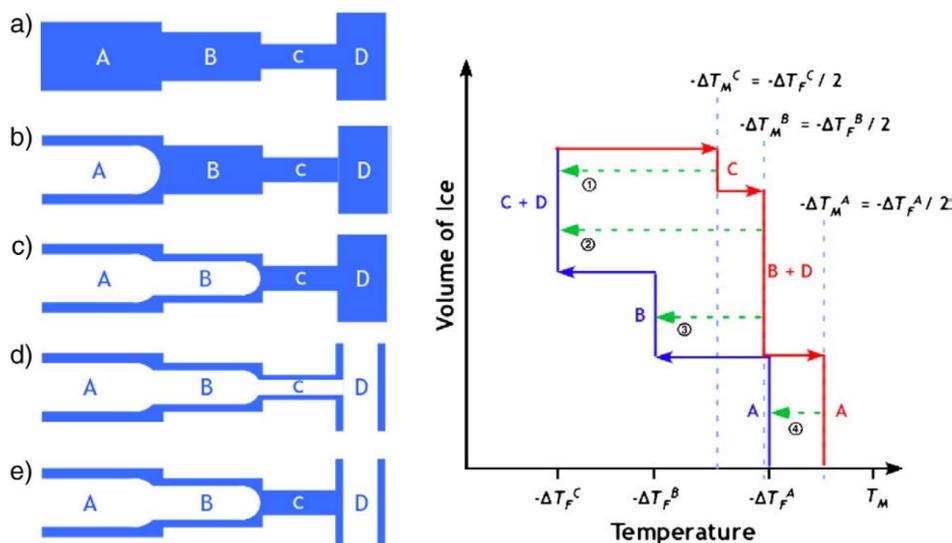


FIGURE 2.17 – L'effet de l'interconnectivité des pores sur la propagation de la glace et l'évaluation du volume de glace au gel (en bleu) et au dégel (en rouge) suivant la température d'équilibre, d'après [300].

Sur cette illustration, en plus de l'effet de courbure de l'interface liquide-glace, l'hystérésis au gel-dégel est due à la restriction de la géométrie des pores connue sous le nom de l'effet de bouteille d'encre "ink-bottle effect" [182, 272]. Dans le sens de propagation du front de gel, la taille de l'entrée du pore B qui vaut r_B est plus large que celle de l'entrée du pore D étant égale à r_C . Étant donné que la propagation du front de gel est contrôlée par le rayon d'entrée de pore, la glace se forme d'abord dans le pore B ($-\Delta T_F^B$) puis dans un second temps dans le pore D ($-\Delta T_F^C$). Cependant, au dégel, la fusion de la glace se produit simultanément dans les pores B et D ($-\Delta T_M^B = -\Delta T_M^D$) puisque la propagation du front de dégel est gouvernée par le rayon interne du pore.

En ce sens, plusieurs études ont proposé un facteur de forme pour considérer l'hystérésis due à l'interconnectivité des pores. Pour un pore cylindrique de rayon intérieur r_i et de rayon d'entrée de pore $r_e < r_i$ dont les températures de fusion à l'équilibre (T_{eq}) sont données par l'équation (2.19), le facteur de forme λ_{inter} s'exprime comme suit :

$$\lambda_{inter} = \frac{\Delta T_d}{\Delta T_g} = \frac{T_0 - T_{eq}(r_i - \delta_c)}{T_0 - T_{eq}(r_e - \delta_c)} \quad (2.29)$$

On peut noter que le modèle d'interconnectivité proposé par Sun et Scherer [300] ne tient pas compte du processus de surfusion de l'eau liquide dans un matériau poreux.

En effet, la nucléation d'un cristal de glace stable peut potentiellement se produire dans un pore avant l'entrée du front de gel [254]. A ce sujet, Campbell et Christenson [61] ont souligné qu'au-delà du premier pic de nucléation, le processus de gel dépend très peu du mécanisme de nucléation. La formation de glace est principalement pilotée par le mécanisme de propagation du front de gel dans la microstructure.

2.2.4 Les pressions internes développées au gel-dégel

La formation de la glace dans un matériau poreux s'accompagne de pressions internes (au sein de la microstructure). Le développement des pressions dans les pores peut induire des transferts d'eau et des dégradations significatives de la microstructure. Généralement, trois modèles de pressions sont associés au processus de formation de glace en milieu confiné ; pressions hydraulique, de cristallisation et de cryosuction.

La pression hydraulique

Dans les années 1950, T.C Powers [266] a introduit la théorie des pressions hydrauliques basée sur l'expansion volumique lors de la solidification de la glace dans un pore saturé. En effet, le changement de phase liquide-glace s'accompagne d'une expansion volumique de 9% due à la différence de densité entre l'eau liquide et la glace. Dès lors que l'eau liquide ne peut plus être contenue dans les pores saturés et gelés, elle est mise en pression, ce qui produit une expulsion vers les zones non gelées. De ce fait, des fissures sont susceptibles de se développer dans la microstructure. Deux expressions de pressions hydrauliques ont été proposées pour l'étude de l'endommagement au gel des matériaux poreux saturés.

D'une part, Powers et Helmuth [265] ont formulé une expression (2.30) de la pression hydraulique afin d'expliquer l'intérêt des agents entraîneurs d'air pour améliorer la résistance au gel des matériaux cimentaires.

$$P_L = \frac{1}{3} \frac{\eta_L}{\kappa_L} \left(1 + \frac{\rho_C}{\rho_L} - \frac{1}{S_L} \right) \phi_0 \frac{\partial S_C}{\partial t} \varphi \quad (2.30)$$

avec η_L la viscosité dynamique de l'eau liquide [Pa/s], κ_L la perméabilité à l'eau liquide du matériau. S_L et S_C représentent respectivement les degrés de saturation liquide et de glace. ϕ est la porosité du matériau et φ est une fonction de la distribution de pression qui tient compte du facteur d'espacement, du rayon et de la distance du pore d'air. Cette expression souligne une dépendance de la pression hydraulique avec la vitesse de refroidissement : plus cette dernière est élevée et plus importante est la pression hydraulique.

D'autre part, dans le développement du modèle poromécanique, Coussy et Monteiro [81] ont proposé une expression de la surpression liquide (eq.2.31) dans un matériau saturé :

$$P_L - P_{atm} = S_C \left(1 - \frac{\rho_C}{\rho_L} \right) \frac{k_L k_C}{S_L k_C + S_C k_L} \quad (2.31)$$

où k_i est le module de compressibilité volumique de la phase i (liquide ou glace).

Ce modèle décrit le cas d'échantillons saturés et scellés dont la matrice solide est considérée rigide (c'est-à-dire que la matrice solide présente un module de compressibilité largement supérieur à ceux de l'eau liquide et de la glace).

La pression de cristallisation

La théorie sur la pression de cristallisation est basée sur la différence de courbure de l'interface liquide-glace dans un pore. Par exemple, dans le cas d'un pore sphérique présentant un rayon intérieur r_p et une entrée cylindrique de rayon r_e (voir figure 2.18), l'interface liquide-glace présente au niveau de l'entrée du pore, une courbure $\kappa_{LC}^e = 2/r_e$ qui est différente de celle au niveau de la surface latérale à l'intérieur du pore qui vaut $\kappa_{LC}^p = 2/r_p$. Or la pression du cristal de glace étant uniforme, une contrainte radiale est exercée sur les parois de pore afin de maintenir l'équilibre mécanique liquide-glace. A partir de cette approche, Scherer [285] a proposé une expression de la contrainte radiale maximale qui est exercée par le cristal de glace sur les parois d'un pore :

$$\sigma_{r,max} = P_L + 2\gamma_{LC} \left(\frac{1}{r_e} - \frac{1}{r_p} \right) \quad (2.32)$$

où r_e représente le rayon d'entrée et r_p le rayon intérieur du pore.

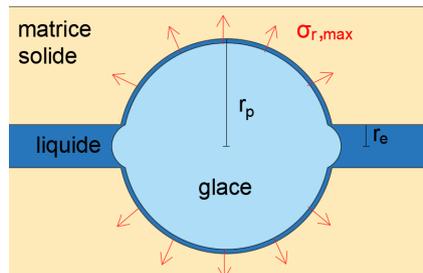


FIGURE 2.18 – Illustration de la contrainte mécanique due à la cristallisation de la glace dans un pore sphérique de rayon r_p avec une entrée de pore de taille r_e .

Cette action mécanique exercée par la glace sur les pores s'accompagne d'une contrainte orthoradiale pouvant générer des fissurations si elle excède localement la résistance en traction de la matrice solide. Une analyse détaillée de la théorie de la pression de cristallisation est fournie dans les travaux de Scherer [284, 285].

La cryosuccion ou succion cryogénique

Sur la base de l'équilibre thermodynamique liquide-glace (sous-section 2.2.2), Everett [106] propose la théorie de cryosuccion dite succion cryogénique qui traduit la dépression de l'eau liquide au contact de la glace. Autrement dit, l'équilibre thermodynamique liquide-glace réduit le potentiel chimique de l'eau liquide au voisinage de la zone gelée. Cette eau liquide présente alors une pression inférieure à celle de l'eau liquide située dans les pores non gelés. Un gradient de pression liquide (ou de potentiel chimique) est alors généré ce qui produit une migration d'eau liquide vers le front de gel.

En considérant le mécanisme de cryosuccion, Setzer [288] propose une théorie sur le développement des micro-lentilles de glace dans un matériau poreux non saturé contenant de l'eau liquide, de la vapeur d'eau et de la glace. La figure 2.19 illustre les mécanismes de transfert de masse (liquide et vapeur d'eau) et de chaleur favorisant la formation des micro-lentilles de glace.

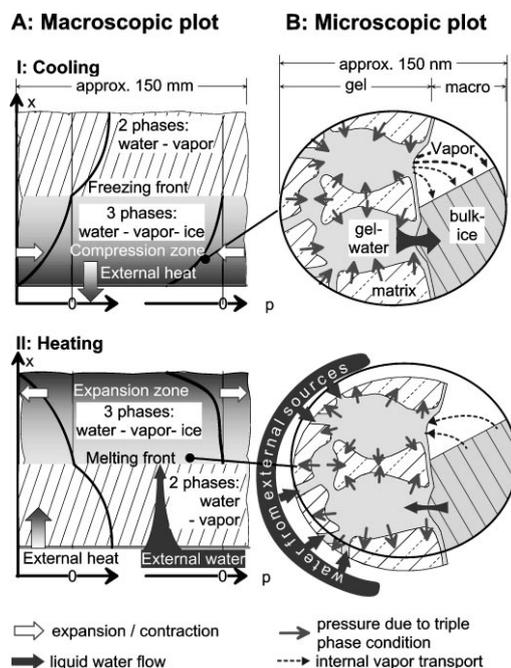


FIGURE 2.19 – Le modèle de micro-lentilles de glace avec (A) une description macroscopique et (B) microscopique lors du gel (Partie I) et du dégel (Partie II), d'après [288].

Durant le gel, l'eau liquide et la vapeur d'eau sont en dépression ; elles sont alors aspirées et emprisonnées dans les macropores pour alimenter la formation de glace. La cryosuccion est achevée dès lors que le gel pénètre dans les micropores. Au dégel, l'eau et la vapeur d'eau initialement aspirées retournent dans les micropores qui ont été désaturés lors du gel. En outre, si une source externe d'eau libre est disponible, celle-ci sera aussi aspirée par les micropores lors de la phase de dégel.

2.2.5 Synthèse

Le mécanisme de gel-dégel de l'eau dans un matériau poreux est un processus progressif dépendant fortement de la taille des pores. En plus de la barrière d'énergie associée à la nucléation de la glace, la propagation du front de gel dépend aussi d'autres éléments comme la différence de courbure de l'interface liquide-glace et l'interconnectivité des pores. Le développement de la glace dans la microstructure s'accompagne de mouvements d'eau liquide et de contraintes mécaniques exercées sur la matrice solide pouvant induire des dégradations du matériau poreux au gel. Afin d'évaluer la résistance au gel, plusieurs méthodes d'essai ont été proposées pour les différents matériaux de construction dont la terre crue.

2.3 Les essais de mesure de la résistance au gel-dégel de la terre compactée

2.3.1 La sévérité des essais de gel-dégel des matériaux de construction usuels (béton et terre cuite)

Protocoles de mesure de l'endommagement interne

Dans le cas des bétons, la résistance au gel interne est évaluée suivant la sévérité du gel. Il existe deux normes françaises permettant de simuler les sollicitations de gel-dégel. Dans le cas de gel sévère, la norme NF P18-424 2008 [11] recommande un gel et un dégel du matériau dans l'eau. Pour évaluer la résistance à un gel modéré, le béton est plutôt exposé à un gel dans l'air et un dégel dans l'eau selon la norme NF P18-425 2008 [12]. Pour ces protocoles d'essais, la résistance au gel-dégel est évaluée via la mesure de la déformation axiale des échantillons au cours de l'essai. En plus, avec les mêmes configurations d'essais, plusieurs études expérimentales ont proposé d'évaluer l'ampleur de l'endommagement interne via une méthode acoustique consistant à mesurer la vitesse de propagation d'ondes dans le matériau après un certain nombre de cycles de gel-dégel [179, 229, 302].

Protocoles de mesure de l'écaillage de surface

La norme française XP P18-420 2012 [14] propose une méthode expérimentale pour quantifier la masse de particules écaillées au gel-dégel. Cet essai requiert toutefois l'application d'une solution saline sur la surface de l'échantillon. L'évaluation visuelle et quantitative de la masse écaillée s'effectue tous les 7 cycles jusqu'à 56 cycles de gel-dégel.

Protocoles de mesure de la résistance au gel-dégel de la terre cuite

La norme NF-EN-772-22 2018 [9] présente une méthode expérimentale pour l'évaluation de la durabilité au gel-dégel des briques de terre cuite. Au cours du dégel, une projection d'eau est réalisée sur la surface de l'échantillon pendant 120 ± 5 s avec un débit moyen de 6 ± 0.5 L/min/m². A la fin des cycles de gel-dégel, une inspection visuelle est réalisée pour apprécier l'endommagement de surface des briques. Dans leurs études expérimentales, Netinger et ses coauteurs ont également proposé des méthodes indirectes pour évaluer l'endommagement au gel-dégel comme la modification des propriétés mécaniques, de la microstructure, du coefficient d'absorption d'eau et de la teneur en eau [244, 245].

Synthèse

Le tableau 2.1 récapitule les conditions d'essais recommandées dans les normes françaises. De manière générale, on remarque que les essais de gel-dégel sur les bétons et les briques de terre cuite proposent des cycles accélérés de gel-dégel avec une forte humidification par immersion dans l'eau ou projection d'eau sur l'échantillon. En raison de la forte vulnérabilité du matériau terre à l'eau, une application de ces essais serait trop sévère d'autant plus que de telles attaques humides (immersion ou projection) ne sont pas représentatives des sollicitations hydriques d'un mur en terre.

TABLE 2.1 – Paramètres d'essais des normes françaises sur la résistance au gel-dégel des bétons et de la terre cuite.

Norme	NF P18-424/425 [11, 12]	XP P18-420 [14]	NF EN 772-22 [9]
Matériau	Béton	Béton	Terre cuite
Température minimale	-18 ± 2 °C	-20 ± 2 °C	-20 ± 3 °C
Vitesse de refroidissement	-6 ± 1 °C/h	-4 °C/h	-1.3 ± 0.2 °C/min
Durée du palier au gel	≥ 30 min	4 h	24 h 1 ^{er} cycle puis 120 ± 5 min
Température maximale	9 ± 3 °C	20 ± 2 °C	20 ± 3 °C
Vitesse de réchauffement	≤ 36 °C/h	8 °C/h	2.0 ± 0.3 °C/min
Durée du palier au dégel	≥ 30 min	5 h	20 ± 1 min
Durée d'un cycle	10 h	24 h	-
Nombre de cycles	300	56	100
Conditions particulières	Immersion dans l'eau au dégel	Application d'une solution saline	Projection d'eau au dégel

2.3.2 Les méthodes expérimentales pour l'étude du gel-dégel du matériau terre

Proposition d'essais de gel-dégel adaptés à la terre compactée

Nous avons vu que les essais de gel-dégel des matériaux usuels pour la construction (les bétons et les terres cuites) ne sont pas adaptés pour évaluer la durabilité au gel-dégel du matériau de construction en terre crue compactée. De ce fait, les essais proposés pour la terre compactée sont principalement inspirés des méthodes géotechniques dont particulièrement la norme américaine ASTM D560 [166]. En effet, il s'agit de la méthode expérimentale la plus utilisée pour les matériaux de construction en terre compactée. Cet essai permet d'évaluer la modification de la déformation volumique, de la teneur en eau et de la perte de masse par écaillage d'échantillons de sols compactés soumis à un total de 12 cycles de gel-dégel entre +23 et -23 °C. Pour cet essai, en période de dégel, l'échantillon est placé dans une ambiance humide (avec une humidité relative $RH = 100\%$) et sur un dispositif d'absorption d'eau par capillarité durant toute la période de dégel.

Dans la version révisée en mars 2022, la norme française XP P13-901 [13] propose une méthode expérimentale pour évaluer la résistance au gel-dégel des briques et des blocs de terre crue. Cet essai permet d'apprécier qualitativement la formation de fissures, le gonflement permanent et la perte de matières par écaillage. Suivant la classe d'utilisation du matériau terre, un nombre minimal de 5 ou 15 cycles de gel-dégel entre +23 °C et -15 °C est recommandé pour évaluer sa bonne tenue au gel. Cette norme exige aussi une imbibition uniforme de 0.5 g d'eau par cm^2 de la surface supérieure de la brique lors du dégel après chaque paire de cycles.

Les paramètres de ces deux méthodes expérimentales sont précisés dans le tableau 2.2.

Méthodes d'évaluation de la durabilité au gel-dégel du matériau terre

Dans la littérature, plusieurs méthodes expérimentales ont été proposées pour évaluer la durabilité au gel-dégel des matériaux de construction en terre compactée. Le tableau 2.2 présente les paramètres de quelques études expérimentales.

Il en ressort une très grande variabilité dans les conditions de gel-dégel et les méthodes d'évaluation de la résistance au gel. D'une part, les protocoles d'essai varient suivant la méthode de cure humide, les températures et les durées de gel et de dégel, le nombre de cycles et les conditions d'humidification au dégel. D'autre part, les méthodes d'évaluation sont assez diverses avec des méthodes directes (inspection visuelle, mesure des déformations, de la teneur en eau, de la perte de masse par écaillage) et des méthodes indirectes (mesure de la résistance mécanique, de la vitesse de propagation d'ondes).

On remarque que ces essais reproduisent divers scénarios d'humidification et de gel-

TABLE 2.2 – Caractéristiques des protocoles d'essais au gel-dégel de la terre compactée

Références	Formulation	Cure	Gel	Dégel	Nombre de cycles	Méthode d'évaluation
ASTM D560 [166]	terre stabilisée	$T = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH = 100\%$, $\Delta t = 7\text{ jr}$	$T = -23\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta t = 24\text{ h}$	$T = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH = 100\%$, absorption d'eau, $\Delta t = 23\text{ h}$	12	Déformation volumique - teneur en eau - masse écaillée
XP P13-901 [13]	terre crue	$T = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH = 50\%$	$T = -15\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta t = 34\text{ h}$, rampe = 6 h	$T = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta t = 24\text{ h}$, imbibition au sommet, rampe = 8 h	5 ou 15	Formation de fissures - Gonflement permanent - perte de masse
Narloch et Woyciechowski [241]	terre stabilisée	$T = 18\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH > 90\%$, $\Delta t = 28\text{ jr}$, saturation à 100%	$T = -18\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta t = 4\text{ h}$	$T = 18\text{ }^{\circ}\text{C}$, dégel dans l'eau, $\Delta t = 2\text{-}4\text{ h}$	25	Masse écaillée - Résistance mécanique
Shihata et Baghdadi [291]	terre stabilisée	$T = 21\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH = 100\%$, $\Delta t = 7\text{ jr}$	$T = -10\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta t = 22\text{ h}$	température ambiante laboratoire + absorption d'eau $\Delta t = 22\text{ h}$	12	Masse écaillée - résistance mécanique
Anbert et Gasc-Barbie [33]	terre crue	$T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH = 95\%$, $\Delta t = 7\text{ jr}$	$T = -4\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta t = 2\text{ h}$ + $T = -10\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta t = 4\text{ h}$	$T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH = 95\%$ $\Delta t = 3\text{ h}$	7 - 8 - 11	Résistance mécanique - module d'Young - vitesse d'ondes P
Richards et al. [273]	terre crue	$T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH = 90\%$, $\Delta t = 16\text{ h}$	$T = -15\text{ }^{\circ}\text{C}$, $dT/dt = -6.3\text{ }^{\circ}\text{C/h}$	$T = 7\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH = 70\text{-}75\%$, $dT/dt = 6.3\text{ }^{\circ}\text{C/h}$	80	Rugosité de surface - vitesse d'ondes P - masse écaillée - teneur en sel
Bruno et al. [58]	terre crue terre+fibres terre cuite	$T = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$, $RH = 95\%$, $\Delta t > 14\text{ jr}$	$T = -23\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta t = 24\text{ h}$	$T = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta t = 24\text{ h}$	12	Déformation volumique - densité - porosité apparente - teneur en eau - résistance mécanique - module d'Young

dégel d'un mur en terre. Cette hétérogénéité dans les protocoles d'essais peut alors induire différents résultats sur la durabilité au gel-dégel du matériau terre.

2.3.3 Les principaux résultats des essais au gel-dégel de la terre compactée

Certaines études ont conclu à une faible résistance au gel-dégel d'éléments en terre qui présentaient de sévères dégradations superficielles et internes. D'autres études ont, au contraire, montré une bonne tenue du matériau exposé au gel-dégel sans endommagement voire avec une amélioration des performances mécaniques. Nous pouvons constater que ces résultats dépendent principalement de la méthode d'humidification appliquée au cours du dégel des échantillons en terre.

Essais de gel-dégel en conditions d'humidification pathologiques

Dans le cas du pisé stabilisé, Narloch et Woyciechowski [241] ont évalué l'influence de la stabilisation (ajout de 6 et de 9% en ciment CEM I) sur la résistance au gel-dégel d'échantillons de terre compactée. Ces derniers ont été préalablement saturés par une immersion complète dans l'eau. Une mesure de la perte de masse par écaillage et de la résistance mécanique a été réalisée après 25 cycles de gel-dégel. Les résultats sur les pertes de masse et de résistance à la compression sont présentés sur la figure 2.20.

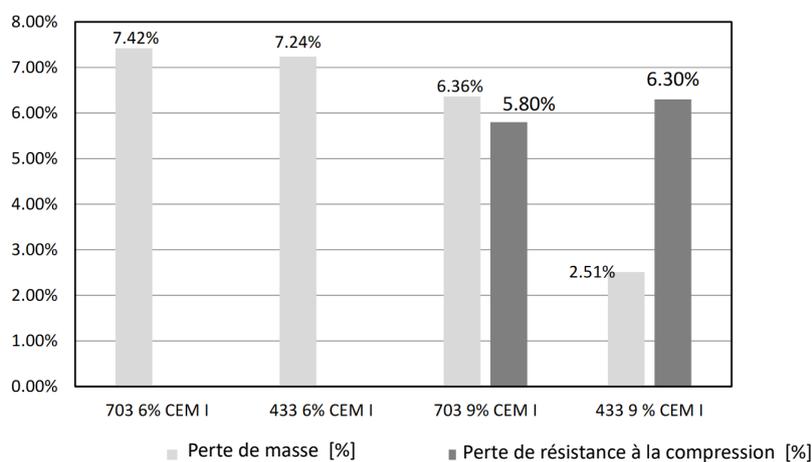


FIGURE 2.20 – Impact du gel-dégel sur la perte de masse par écaillage et la diminution de la résistance à la compression suivant différentes formulations de terre à pisé, d'après [241].

On remarque que les échantillons avec 6% de ciment ont subi une importante perte de masse par écaillage de l'ordre de 7.3% en masse, ce qui n'a pas permis d'évaluer ultérieurement leur résistance mécanique. Les auteurs ont conclu que la formulation avec

9% de ciment et 30% de graviers (notée 433) favorise un endommagement acceptable du pisé au gel-dégel.

Avec un essai de gel-dégel sous gradient thermique avec une absorption d'eau liquide en continu, George et Davidson [129] ont conclu qu'une formulation avec 7% de ciment était suffisante pour limiter les dégradations (fissuration, perte de résistance) des échantillons de sols stabilisés soumis à 10 cycles de gel-dégel. Seco et al. [286] ont aussi montré que des briques de terre stabilisée à la chaux présentaient un endommagement significatif après 25 cycles de gel-dégel avec immersion dans l'eau au dégel alors que les mesures sur site n'ont montré que de légères dégradations superficielles des blocs de terre traitée à la chaux. Les auteurs ont conclu que la méthode d'humidification d'eau par absorption capillaire au dégel est plus représentative des sollicitations réelles des éléments en terre.

Mak et al. [212] ont montré que l'absorption d'eau par capillarité lors du dégel accentuait significativement la dégradation des performances des briques de terre compressée (BTC). L'observation de l'état des échantillons après essai est donnée sur la figure 2.21.



FIGURE 2.21 – Impact de l'absorption d'eau par capillarité dans le processus de dégradations au gel-dégel de BTC stabilisés : échantillon sans absorption d'eau (à gauche) et avec absorption d'eau (à droite), d'après [212].

En exposant des échantillons stabilisés au ciment à 12 cycles de gel-dégel suivant la norme ASTM D560 [166], aucune dégradation n'a été observée sur les BTC soumis à aucun apport d'eau lors du dégel. Cependant, avec le dispositif d'absorption d'eau par capillarité préconisé dans la norme, les auteurs ont observé que les échantillons stabilisés avec 5% de ciment présentaient une dégradation significative de la surface et une perte en résistance mécanique. Une formulation de 7.5% à 10% de ciment était recommandée pour limiter ces endommagements sous des sollicitations cycliques de gel-dégel en conditions humides.

Essais de gel-dégel en conditions de service normales

Des sollicitations cycliques de gel-dégel sans absorption d'eau au dégel sont généralement appliquées pour évaluer la durabilité de la terre crue en conditions de service normales. Pour cela, lors des essais, les échantillons sont soit scellés dans un film plastique

hermétique soit exposés à une ambiance d’humidité normale ($RH \leq 95\%$).

En appliquant la méthode de la norme ASTM D560 [166] mais sans apport d’eau par capillarité au dégel, Guettala et al. [139] ont montré que des échantillons de terre stabilisée (ciment - chaux - ciment+chaux - ciment+résine) présentaient très peu d’écaillage avec une perte en masse inférieure à 4%. De même, Strypsteen et al. [298] ont observé une faible augmentation de la déformation volumique et une diminution de la teneur en eau avec le nombre de cycles de gel-dégel. Leurs résultats sur la figure 2.22 montrent aussi, au-delà de 9 cycles de gel-dégel, que la déformation volumique et la teneur en eau restent constantes avec une perte de masse par écaillage inférieure à 3% et une chute de la résistance à la compression de 10% environ mais avec des valeurs toujours supérieures à 2.5 MPa.

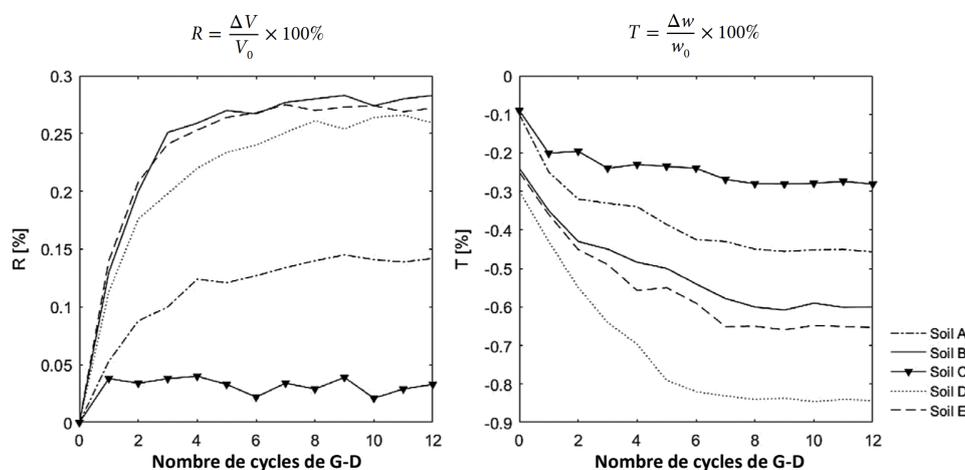


FIGURE 2.22 – Impact du gel-dégel sur la déformation volumique et l’évolution de la teneur en eau sur des échantillons stabilisés au ciment, d’après [298].

Pour des blocs de terre crue, Aubert et Gasc Barbier [33] ont étudié l’impact de cycles de gel-dégel sur la modification des propriétés mécaniques (résistance mécanique, module d’élasticité) et sur l’endommagement interne via une mesure de vitesse de propagation d’ondes P. Dans cette étude, les échantillons ont été initialement conditionnés à une humidité relative $RH = 95\%$ avant d’être soumis à des cycles de gel-dégel entre -10 et 20 °C. Les auteurs ont observé une réduction de la teneur en eau et un durcissement des échantillons non scellés dans du film plastique. Ces résultats ont été confirmés par une augmentation de la résistance à la compression et du module d’élasticité à la fin des cycles. Aussi, une ré-humification des échantillons après les cycles de gel-dégel sous un $RH = 95\%$ a montré des teneurs en eau supérieures à celles obtenues avant gel-dégel. Cela a été attribué à la formation de micro-fissurations internes prouvée par la réduction de la vitesse de propagations d’ondes P.

Pour des cycles de gel-dégel plus sévères (± 23 °C) mais toujours sous conditions d'humidité ambiante, Bruno et al. [58] ont aussi obtenu ces mêmes tendances sur le comportement mécanique. En plus, les auteurs ont observé une réduction de la teneur en eau et de la porosité au cours des 12 cycles de gel-dégel avec une variation significative au premier cycle. Leur étude expérimentale a aussi permis d'identifier l'influence de la porosité initiale sur le comportement au gel-dégel de la terre crue. En effet, la modification des propriétés physiques est davantage marquée pour les briques de terre compactée à une porosité initiale plus importante (de 30.5% pour un compactage à l'optimum Proctor) par rapport aux échantillons avec une faible porosité (de 13.7% avec une fabrication par hypercompactage à 100 MPa).

Richards et al. [273] ont proposé une étude expérimentale sur l'influence de différentes densités sèches (1.65 et 1.75) et teneurs en eau massiques (0, 2, 4, 6 et 8%) sur l'endommagement d'échantillons de pisé non stabilisé soumis à 80 cycles de gel-dégel entre -15 °C et 7 °C. Les auteurs ont montré que pour des teneurs en eau inférieures à 2%, le gel-dégel ne produisait quasiment aucun endommagement si ce n'est de très faibles dégradations (négligeables). Cependant, l'endommagement de surface était plus sévère pour des teneurs en eau importantes (supérieures à 6%). La perte de masse par écaillage et la dégradation de la surface étaient davantage précoces et importantes pour les échantillons plus denses (donc avec une faible porosité). Néanmoins, ces endommagements ne se produisaient qu'à une faible profondeur depuis la surface. L'ensemble des échantillons testés ont tenu aux 80 cycles de gel-dégel. Les auteurs ont aussi noté une réduction de la teneur en eau des échantillons au cours de l'essai et ont mesuré une humidité relative de 70%RH à 75%RH pendant les périodes de dégel des échantillons dans l'enceinte climatique.

2.3.4 Synthèse

Il ressort de cette revue relative aux essais de gel-dégel sur le matériau terre que la méthode d'humidification lors du dégel joue un rôle significatif sur la conclusion donnée vis-à-vis de la durabilité des constructions en terre. En effet, la dégradation des performances au gel-dégel est principalement due à l'infiltration d'eau dans l'échantillon [340]. Ainsi, la méthode d'absorption d'eau par capillarité est souvent employée pour simuler les phénomènes de remontées d'eau sur une structure en terre dans des conditions d'humidification pathologiques. La combinaison de l'absorption d'eau par capillarité et des cycles de gel-dégel a montré des dégradations importantes dans le matériau terre suivant le traitement appliqué. La stabilisation avec une certaine quantité de ciment ou de chaux est généralement suggérée pour limiter les dégradations au gel-dégel en cas d'une forte humidification.

D'autres études expérimentales ont proposé des essais de gel-dégel sans apport d'eau

pour évaluer la durabilité des constructions en terre en conditions normales de service. Dans un tel cas, les auteurs ont mis en évidence une absence d'endommagement et une réduction progressive de la teneur en eau au cours des cycles de gel-dégel pour la terre stabilisée et la terre crue. Cette dessiccation engendre même un durcissement du matériau terre au cours des essais de gel-dégel se traduisant par une augmentation des performances mécaniques (résistance à la compression, raideur).

2.4 Définition du programme de recherche

2.4.1 Positionnement du sujet

La revue de littérature a permis de décrire la terre crue compactée comme un milieu poreux non saturé avec une microstructure à double échelle (microporosité et macroporosité). En raison de l'affinité des argiles avec les molécules d'eau, une forte humidification (en continu ou cyclique) d'un mur en terre peut dégrader significativement ses performances mécaniques. La durabilité d'une structure en terre peut être davantage menacée dès lors que l'eau confinée dans la microstructure subit des cycles de gel-dégel en période hivernale. Cependant, les mécanismes de gel et de dégel de l'eau en milieu confiné sont fortement complexes. La formation de glace peut aussi induire un développement de plusieurs pressions internes (hydraulique, cristallisation, cryosuccion) à l'origine de l'endommagement au gel-dégel par fissuration ou par écaillage.

Dans des conditions normales de service, les études expérimentales ont mis en évidence l'absence de dégradations des propriétés physiques et mécaniques des blocs de terre crue. Cependant, aucune étude de la durabilité de la terre crue n'a été réalisée dans le cas d'humidification pathologique où d'importantes infiltrations d'eau peuvent avoir lieu par remontées capillaires ou projections d'eaux pluviales. Dans de telles conditions d'humidification, la littérature ne relate que des études expérimentales sur la terre stabilisée qui fournissent systématiquement des recommandations sur le dosage nécessaire en ciment ou en chaux pour limiter les dégradations au gel-dégel des matériaux terre. En revanche, ces études n'apportent pas de précisions sur les conditions et les mécanismes induisant l'endommagement au gel-dégel des constructions en terre. En outre, peu d'attention a été accordée à l'influence de sollicitations mécaniques sur les endommagements au gel-dégel. En effet, les murs de terre compactés étant porteurs, l'état de chargement mécanique au niveau du soubassement pourrait induire un fort couplage avec les sollicitations climatiques à long terme. D'autant plus que dans cette zone basse de la structure, la terre crue peut présenter de fortes teneurs en eau et par conséquent de faibles performances mécaniques dans une situation d'humidification pathologique.

2.4.2 Objectifs de recherche et plan d'étude

Étude de la résistance au gel-dégel de la terre crue en conditions pathologiques

Une première campagne expérimentale sera mise au point pour évaluer la durabilité au gel-dégel de la terre crue dans les conditions d'humidification pathologiques. Pour cela, les essais de cette campagne fourniront une quantification de l'endommagement au gel-dégel du matériau terre via des mesures de perte de masse par écaillage,

d'absorption d'eau et de variations dimensionnelles. Plusieurs formulations (avec/sans ajout de ciment), modes de compactage (dynamique ou statique) et configurations d'essai ($RH = 100\%$ avec/sans absorption d'eau par remontées capillaires) seront reproduites expérimentalement sur des échantillons soumis à des cycles de gel-dégel suivant la norme ASTM D560 [166]. L'ensemble des paramètres fixes et variables de cette campagne expérimentale est présenté sur la figure 2.23. L'analyse des résultats sera essentielle pour formuler un certain nombre d'hypothèses relatives aux conditions et aux mécanismes d'endommagement au gel-dégel d'échantillons en terre crue compactée.

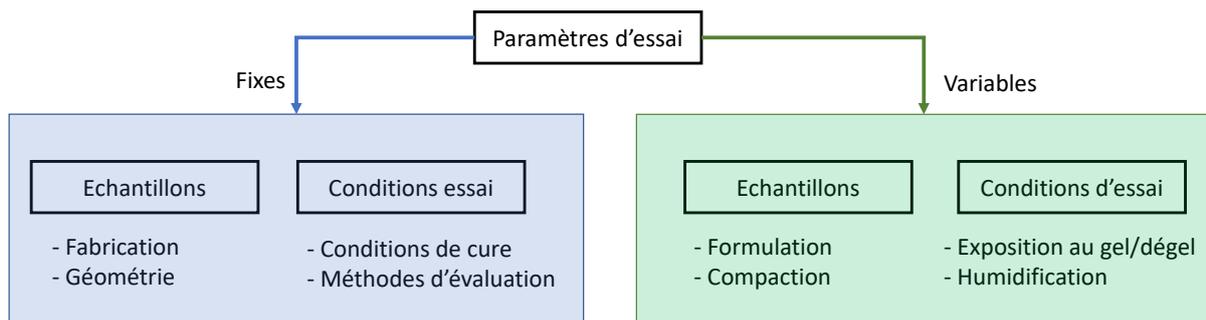


FIGURE 2.23 – Plan d'études de la campagne expérimentale 1.

Analyse et modélisation du comportement au gel-dégel de la terre compactée dans le domaine non saturé

Bien qu'elles proposent une quantification de l'endommagement, les études expérimentales de la résistance au gel-dégel ont très peu contribué à des recommandations sur les paramètres-clé et les critères seuils de vulnérabilité au gel-dégel de la terre crue. Par exemple, dans le cas d'un bâti existant, il y a un manque d'indicateurs pour aider au diagnostic des risques de pathologies au gel-dégel.

Dans ce contexte, à la suite de cette première campagne d'essais, notre étude sera consacrée à une analyse des processus physiques et des mécanismes d'endommagement de la terre crue exposée au gel-dégel. Ainsi, les activités de recherche permettront d'identifier l'influence d'un certain nombre de paramètres du matériau (la nature de la terre, la microstructure...), des conditions initiales (la teneur en eau, le chargement mécanique...) sur le comportement au gel-dégel de la terre crue compactée. Le point central de cette thèse sera la mise au point d'une méthode expérimentale permettant la mesure de la courbe de gel-dégel d'échantillons de terre crue à différentes conditions hydriques. Les résultats de cette caractérisation expérimentale seront analysés à travers le prisme de la microstructure afin d'identifier les conditions de formation de glace et les processus physiques associés au gel-dégel dans un matériau non saturé. En effet, la revue de littérature

a montré que la microstructure joue un rôle capital dans le processus de gel-dégel en milieu poreux. La connaissance de la courbe de gel-dégel permettra ensuite de comprendre l'évolution des propriétés mécaniques du matériau terre avec la quantité de glace formée. Un dispositif de mesure de la déformation axiale et de la température interne au cours des cycles sera finalement développé pour identifier les mécanismes induits par le gel-dégel de l'eau confinée suivant des paramètres clé (nature du matériau, saturation liquide initiale, chargement mécanique).

Ainsi, les paramètres et les mécanismes associés au gel-dégel de la terre crue non saturée seront intégrés dans un modèle thermo-poromécanique permettant la simulation de la température interne et la déformation axiale au cours du gel-dégel. Cette modélisation aura pour objectif de fournir une compréhension des processus physiques, de la modification des propriétés mécaniques de la terre compactée et des mécanismes d'endommagement induits par un cycle de gel-dégel. Cette approche couplée entre l'expérimentation et la modélisation permettra alors de vérifier la pertinence des mécanismes identifiés expérimentalement. L'organisation des différentes activités expérimentales et numériques de cette campagne est représentée sur la figure 2.24.

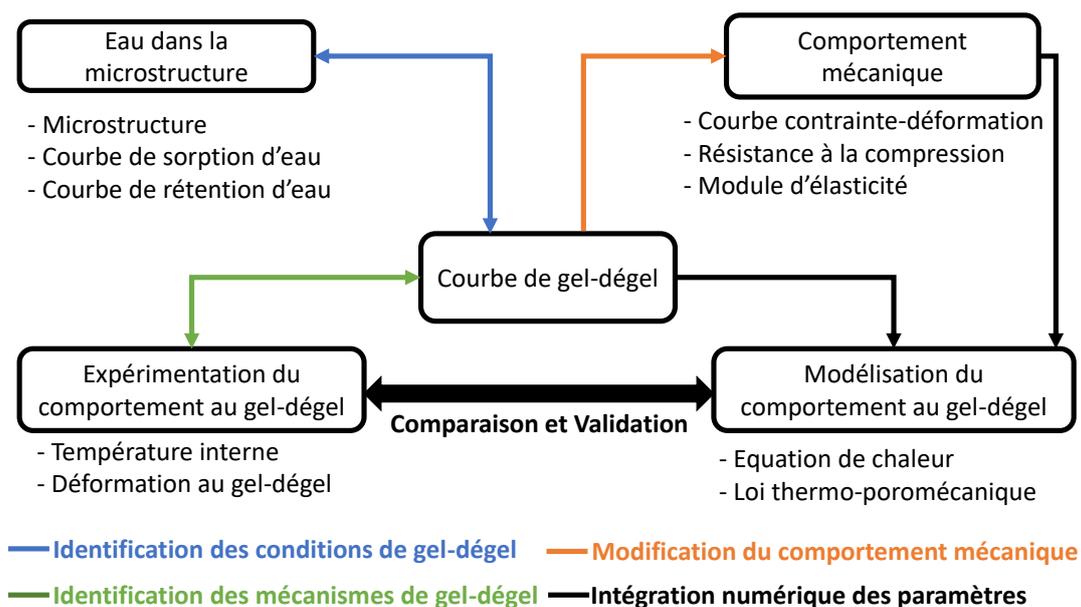


FIGURE 2.24 – Plan d'études de la campagne expérimentale 2.

Chapitre 3

Caractérisation des terres étudiées

Contents

3.1	Présentation des terres	50
3.2	Caractérisation physique des terres	50
3.2.1	Analyse granulométrique	50
3.2.2	Activité des argiles et analyse minéralogique	52
3.2.3	Caractéristiques de fabrication des échantillons	52
3.3	Caractérisation de la microstructure	54
3.3.1	La porosimétrie au mercure	54
3.3.2	La sorption au diazote	55
3.3.3	Résultats de la caractérisation microstructurale	58
3.4	Caractérisation de la sorption et de la rétention d'eau	61
3.4.1	Les courbes de sorption à la vapeur d'eau	61
3.4.2	Les courbes de rétention d'eau	61
3.4.3	Résultats	62
3.5	Conclusion	63

3.1 Présentation des terres

Dans cette thèse, les activités de recherche portent sur trois matériaux terre provenant de différentes constructions en pisé dans la région Auvergne-Rhône-Alpes. La première terre nommée CFL est issue du projet de construction de l'Orangerie dans le quartier de Confluence (Lyon). Cette terre a été prélevée dans la commune de Saint-Quentin-Fallavier se situant à moins de 40 km du site de construction. Le deuxième matériau référencé DAG a été collecté sur les ruines d'une ancienne structure en pisé dans la commune de Dagneux. La troisième terre nommée STA provient du site d'excavation utilisé pour une construction en pisé (La Chabeaudière) dans le village de Saint-Antoine l'Abbaye. La localisation de l'origine de ces trois terres est présentée sur la figure 3.1.



FIGURE 3.1 – Localisation de l'origine des terres étudiées.

3.2 Caractérisation physique des terres

3.2.1 Analyse granulométrique

Les trois terres brutes ont été initialement tamisées à 2 mm pour en retirer les graviers (particules de taille supérieure à 2 mm). Ce tamisage était aussi nécessaire pour réaliser les essais de caractérisation microstructurale et pour confectionner des échantillons centimétriques. Pour assurer l'homogénéité de ces échantillons, leur taille minimale doit être supérieure à 10 fois le diamètre maximal des particules. La distribution de la taille des

particules de chaque terre tamisée à 2 mm a été déterminée suivant la norme NF EN ISO 17892-4 [5]. Les résultats sont reportés sur la figure 3.2.

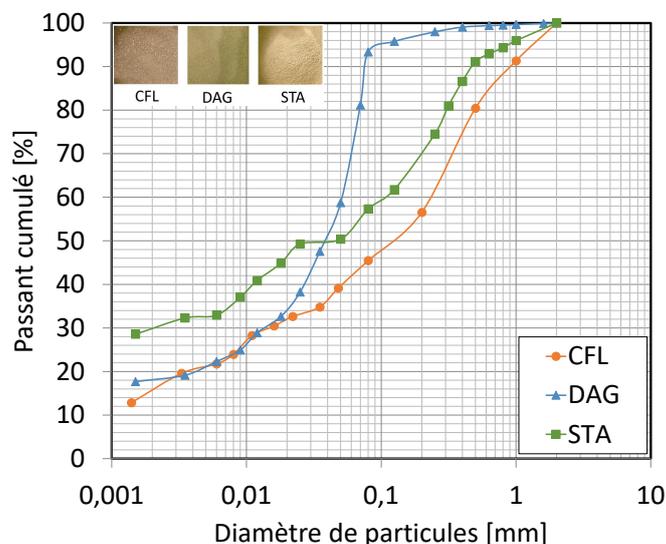


FIGURE 3.2 – Courbes granulométriques des trois terres tamisées à 2 mm.

L'analyse granulométrique permet d'identifier les différentes fractions granulaires (argiles, limons et sables) présentes dans les terres étudiées. Il existe différentes valeurs de limites de ces fractions granulaires suivant les normes et les guides utilisés. Dans cette étude, nous adoptons la classification proposée dans la norme NF EN ISO 14688-1 [3] qui considère les particules d'argiles (≤ 0.002 mm), de limons (de 0.002 à 0.063 mm) et de sables (de 0.063 à 2 mm). Les résultats de la répartition granulométrique sont présentés dans le tableau 3.1.

TABLE 3.1 – Principales caractéristiques physiques des trois terres étudiées.

Propriétés	Caractéristiques	CFL	DAG	STA
Granulométrie	Argile (< 0.002 mm) [%]	16	18	30
	Limon (0.002 à 0.063 mm) [%]	28	52	23
	Sable (0.063 à 2 mm) [%]	56	30	47
	Valeur au bleu méthylène	0.54	1.16	0.71
Minéralogie	Argile gonflante [%]	-	18.0	5.2
	Kaolinite [%]	-	10.0	28.1
	Quartz [%]	-	47.3	49.6
	Mica+illite [%]	-	8.3	8.7
	Chlorite [%]	-	1.0	0.2
	Autres minéraux [%]	-	15.4	8.2

On remarque que la terre DAG est fine et riche en limons alors que CFL et STA présentent une granulométrie bien étalée. Néanmoins, au sens granulométrique, la terre

STA contient plus de particules d'argile et les terres DAG et CFL ont une teneur en argile très similaire. Cependant, cette quantification granulométrique de la teneur en argile ne permet pas, à elle seule, d'identifier l'affinité du sol à l'eau. En effet, le critère granulométrique à 0.002 mm peut conduire d'une part à comptabiliser comme "argile" des particules non argileuses de petite taille et d'autre part à ignorer la diversité minéralogique des argiles qui influence grandement leur activité.

3.2.2 Activité des argiles et analyse minéralogique

Pour déterminer l'activité argileuse, deux méthodes expérimentales sont couramment utilisées en mécanique des sols : la détermination des limites de consistance (d'Atterberg) et de la valeur au bleu de méthylène. Néanmoins, Rojat et al. [276] ont souligné que la mesure des limites d'Atterberg est peu pertinente pour les matériaux de construction en terre en raison de leur faible teneur en argile. Ainsi, les auteurs recommandent de retenir la méthode du bleu de méthylène qui, de surcroît, est un essai plus simple et robuste. La valeur au bleu constitue alors un bon indicateur de la capacité de la fraction fine à adsorber les molécules d'eau. L'essai au bleu a été réalisé sur la fraction 0/2 mm suivant le protocole de la norme NF P94-068 [6]. Les résultats dans le tableau 3.1 montrent que la terre DAG possède l'activité argileuse la plus importante. Les valeurs au bleu étant comprises entre 0.2 et 1.5 indiquent que les trois terres sont des sols de nature limono-sableuse suivant la norme NF P11-300 [10], ce qui est cohérent avec la caractérisation granulométrique.

Une analyse de la diffraction aux rayons X (DRX) est aussi réalisée pour identifier les phases minérales cristallisées étant présentes dans la fraction 0/80 μm des terres DAG et STA. Les résultats sont synthétisés dans le tableau 3.1. La DRX a révélé une présence d'argiles gonflantes à 18,0% pour DAG et 5,2% pour STA. La teneur en kaolinite est de 10.0% pour DAG et 28.1% pour STA. Ces résultats sont cohérents avec les valeurs au bleu de méthylène. Les mesures à la DRX ont aussi montré, pour les deux terres, une composition majoritaire en quartz, une présence de mica + illites et des traces de chlorites. Une analyse minéralogique plus approfondie de ces deux matériaux est présentée dans la thèse d'Al Haffar [20].

3.2.3 Caractéristiques de fabrication des échantillons

Pour la fabrication des échantillons au laboratoire, plusieurs études déjà effectuées dans le laboratoire LTDS à l'ENTPE ont proposé une évaluation des deux paramètres de compactage (teneur en eau et masse volumique sèche) via des mesures sur des blocs de terres de CFL et de STA fabriqués sur les sites de construction. Pour CFL, une teneur

en eau de fabrication de $8\pm 1.1\%$ et une masse volumique sèche de $1.9\pm 0.07 \text{ g.cm}^{-3}$ ont été mesurées sur 18 blocs de terres compactés sur site [255]. Pour STA, une teneur en eau de $18,3\pm 0.9\%$ et une masse volumique sèche de $1.73\pm 0.04 \text{ g.cm}^{-3}$ ont été retrouvées pour 12 échantillons prélevés d'un mur test [64].

Au laboratoire, l'essai de compactage au Proctor suivant la norme NF P94-093 [7] est effectué pour déterminer la teneur en eau de fabrication (ω_{opm}) donnant la masse volumique sèche (ρ_d) maximale pour une énergie de compactage donnée. Dans notre étude, l'état sec d'un matériau utilisé comme référence est l'état hydrique issu d'un séchage à $105\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ dans une étuve jusqu'à masse constante. Les paramètres de compactage à l'optimum Proctor modifié (OPM) sont finalement retenus car son énergie de compactage permettait d'obtenir des masses volumiques similaires à celles mesurées sur les échantillons réalisés sur site pour CFL et STA. La masse volumique sèche et la teneur en eau de fabrication à l'OPM de chaque terre étudiée sont présentées dans le tableau 3.2.

TABLE 3.2 – Caractéristiques de fabrication à l'OPM.

Caractéristiques	CFL	DAG	STA
Masse volumique sèche de fabrication ρ_d [g.cm^{-3}]	2.03	1.85	1.73
Teneur en eau de fabrication ω_{opm} [%]	10	14	18
Masse volumique des grains ρ_s [g.cm^{-3}]	2.67	2.69	2.71
Porosité apparente ϕ [%]	24.0	31.2	36.2
Teneur en eau maximale ω_{sat} [%]	12	17	21
Saturation liquide à la fabrication $S_{L,opm}$ [%]	85	83	86

La masse volumique des grains solides (ρ_s) est déterminée via la méthode du pycnomètre à l'eau suivant la norme NF EN ISO 17982-3 [4]. Dans le tableau 3.2, les résultats obtenus sont bien conformes aux valeurs classiques pour des sols (entre 2.6 et 2.8). A partir de ces données, il est possible de déterminer les valeurs théoriques de la porosité apparente du matériau compacté (ϕ), de la teneur en eau maximale correspondant à une saturation totale (ω_{sat}) et du degré de saturation liquide du matériau à la fabrication à l'OPM ($S_{L,opm}$). Les relations utilisées sont données ci-dessous :

$$\phi = 1 - \frac{\rho_d}{\rho_s} \quad (3.1)$$

$$\omega_{sat} = \rho_L \left(\frac{1}{\rho_d} - \frac{1}{\rho_s} \right) \quad (3.2)$$

$$S_{L,opm} = \frac{\omega_{opm}}{\omega_{sat}} \quad (3.3)$$

Avec $\rho_L=0.999 \text{ g.cm}^{-3}$ la masse volumique de l'eau liquide à $20 \text{ }^\circ\text{C}$.

Les résultats sont synthétisés dans le tableau 3.2. Il est fort intéressant de remarquer que les trois terres étudiées présentent toutes un degré de saturation liquide à la fabrication de $S_{L,opm} \approx 85\%$.

3.3 Caractérisation de la microstructure

Il existe différentes techniques de caractérisation de la microstructure suivant la gamme de tailles de pores étudiés. Par exemple, l'intrusion de mercure permet de caractériser les pores de taille supérieure à 50 μm alors que la sorption de diazote et la thermoporométrie sont plus adaptées pour l'étude des pores dont le diamètre est inférieur à 50 μm . Ainsi, une combinaison de deux techniques est recommandée pour obtenir la caractérisation complète de la distribution de tailles de pores et du volume cumulé des pores d'un matériau poreux [196]. Dans notre étude, la caractérisation microstructurale des trois matériaux terre est effectuée au laboratoire de SIAME à l'UPPA (Université de Pau et des Pays de l'Adour) grâce à la porosimétrie au mercure et la sorption au diazote.

3.3.1 La porosimétrie au mercure

Principe de l'essai

De l'anglais "Mercury Intrusion Porosimetry" (MIP), la porosimétrie au mercure consiste à introduire du mercure sous pression dans l'espace poreux accessible du matériau pour en déterminer les propriétés microstructurales. En effet, le mercure étant un fluide non mouillant, il est alors nécessaire d'appliquer une pression externe afin qu'il puisse accéder et se propager au sein du réseau poreux depuis la surface extérieure de l'échantillon. Le principe de mesure repose sur le fait que le volume de mercure injecté dans le matériau dépend de la pression appliquée. Lors de l'essai, la pression du mercure est augmentée pas à pas et le volume de mercure introduit dans le matériau est mesuré pour chaque incrément de pression.

Sous l'hypothèse de pores cylindriques, l'équation de Washburn permet de relier la pression de mercure appliquée P_{Hg} au diamètre des pores accessibles noté D :

$$D = -\frac{4\gamma_{Hg} \cos(\Theta)}{P_{Hg}} \quad (3.4)$$

avec $\gamma_{Hg} = 0.485 \text{ N/m}$ est la tension de surface du mercure et Θ l'angle de contact du mercure sur le solide ($\Theta = 147^\circ$). Ces valeurs initialement recommandées pour la kaolinite et l'illite sont largement utilisées pour les sols compactés [57, 99].

Protocole de mesure

Pour chaque terre étudiée, la porosimétrie au mercure est réalisée sur un fragment de 3 g à 5 g issu d'un échantillon compacté et sec. Pour le séchage, les échantillons ont été placés dans une étuve ventilée à 105 °C jusqu'à masse constante puis ils ont été soumis à un dégazage sous vide à 80 °C pendant 48 h. L'appareil de mesure utilisé pour cet essai est un porosimètre de type Micromeritics Autopore IV 9500 équipé de deux chambres de pression. L'échantillon est déposé dans le pénétrromètre qui sera saturé en mercure durant l'essai de caractérisation. Pour cela, l'échantillon testé est initialement mis sous pression de 50 μmHg (correspondant à 7 kPa) pendant 30 min afin d'évacuer l'eau et l'air résiduels pouvant rester dans le réseau poreux.

Ainsi l'ensemble (échantillon et pénétrromètre) est d'abord placé dans la chambre à basses pressions (de 10 à 200 kPa) pour la mesure des larges pores (de diamètre supérieur à 10 μm). Ensuite, le pénétrromètre est translaté dans la chambre à hautes pressions pour une poursuite de l'intrusion de mercure jusqu'à des pressions de 100 MPa. Généralement, les équipements expérimentaux permettent d'atteindre des pressions de mercure jusqu'à 400 MPa mais pour de fortes pressions de mercure, il y a un risque d'endommagement de la microstructure lors de l'essai [68, 98, 196]. A la fin de l'intrusion, une étape d'extrusion de mercure est effectuée afin de quantifier la porosité intra-agrégat et la porosité inter-agrégat suivant la méthode proposée par Delage et Levebvre [95] et Tarantino et De Col [306]. Pour chaque incrément de pression de mercure, une durée d'équilibre de 10 s dans la chambre à basses pressions et de 20 s dans la chambre à hautes pressions est appliquée.

Comme la porosimétrie par intrusion de mercure a été réalisée dans deux chambres de pression (basses et hautes pressions), la mesure des volumes injectés dans les pores présente une perturbation due au transfert de l'échantillon testé d'une chambre à l'autre. Une correction des données brutes autour des pressions de transition (200 kPa) est nécessaire pour annuler cet effet. Pour cela, la méthode adoptée est celle proposée par Bruno [57] qui consiste à imposer une variation monotone de la dérivée de volume injecté par rapport au diamètre dV/dD dans la zone de transition. La figure 3.3 illustre la méthode de correction proposée.

3.3.2 La sorption au diazote

Principe de l'essai

Les phénomènes de sorption résultent des interactions entre la matrice solide et des molécules d'un fluide. Il s'agit d'un processus réversible : les atomes de gaz peuvent se fixer (adsorption) et se libérer (désorption) de la surface solide sans altération du gaz et de la matrice solide [310]. En plus, au-delà d'une certaine pression partielle, les molécules de

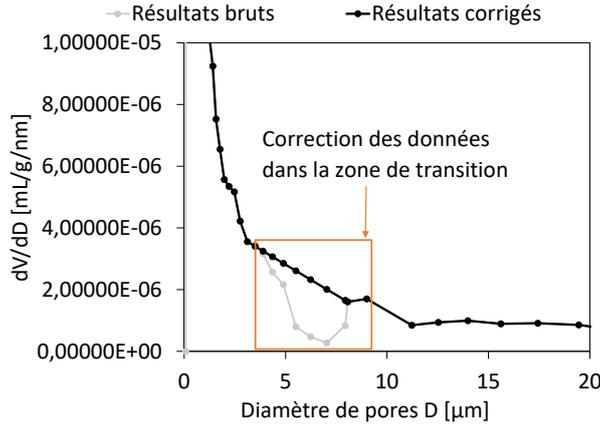


FIGURE 3.3 – Correction des résultats de la porosimétrie dans la zone de transition des deux chambres de pression.

gaz peuvent même se condenser dans une certaine gamme de tailles de pores. Le principe d’adsorption physique peut ainsi être utilisée pour caractériser la structure microporeuse et la surface spécifique des matériaux. Différents gaz comme le diazote, l’argon, le dioxyde de carbone sont généralement utilisés pour caractériser la structure des pores de tailles comprises entre 0.3 à 100 nm. Néanmoins, le diazote est le gaz le plus couramment utilisé pour les essais de sorption [293].

La méthode consiste à faire varier la pression partielle du gaz injecté et de mesurer la quantité de gaz adsorbée à l’équilibre (eq.3.5). Pour une structure poreuse, la représentation graphique de cette relation donne l’isotherme de sorption :

$$n_{\alpha}/m_s = f(P/P_V^{sat}(T))_T \quad (3.5)$$

Pour une température constante T , le terme n_{α}/m_s [mmol/g] est la quantité d’adsorbant (gaz adsorbé) par unité de masse sèche de solide. Cette quantité est une fonction de la pression partielle du gaz P et de $P_V^{sat}(T)$ qui représente la pression de vapeur saturante du gaz à la température d’équilibre T .

Pour les faibles pressions relatives ($P/P_V^{sat}(T) < 0.05$), les molécules de gaz peuvent se fixer initialement sur les parois des micropores. Ensuite, l’adsorption se poursuit dans les mésopores et les macropores dans la gamme de pressions ($0.05 \leq P/P_V^{sat}(T) \leq 0.35$). L’adsorption est dite monocouche et, de ce fait, la théorie de Brunauer-Emmett-Teller (BET) [56] permet une évaluation de la surface spécifique. Avec l’augmentation de la pression partielle, une inflexion se produit autour de 0,45; cela indique que l’adsorption s’effectue en couche multimoléculaire. Pour des pressions partielles importantes ($P/P_V^{sat}(T) \geq 0.45$), le gaz est susceptible de se condenser. La connaissance de la quantité de gaz condensé fournit une évaluation du volume de pores occupés à une pression partielle

donnée. Pour cela, le modèle de Barrett, Joyner et Halenda (BJH) [39] est utilisé pour le calcul de la distribution de tailles de pores sous l'hypothèse d'une forme cylindrique des pores. Le diamètre de pore est obtenu via la pression partielle du gaz en utilisant la relation de Kelvin-Laplace (eq.2.10) et en considérant l'évolution de l'épaisseur de la couche multimoléculaire avec la pression partielle.

Méthode expérimentale

L'essai de sorption au diazote est réalisé sur des fragments d'échantillons compactés de masses comprises entre 3 g et 6 g. La méthode de séchage employée est identique à celle utilisée pour la porosimétrie au mercure. Le fragment sec est ensuite placé dans le pénétromètre de l'appareil de marque Micromeritics triStar II qui permet une mesure de la quantité de gaz dans l'échantillon sur une plage de pression partielle de 0.001 à 0.98. Les échantillons sont initialement immergés dans du diazote gazeux à une température maintenue constante à 77 K (-196 °C). La pression du diazote est augmentée par paliers successifs jusqu'à la pression de vapeur saturante $P_V^{sat}(T = 77 \text{ K}) = 1 \text{ bar}$ pour obtenir la branche d'adsorption. Ensuite, la pression est réduite progressivement pour déterminer la courbe de désorption. A chaque palier de pression relative, la quantité de gaz adsorbé est déterminée à l'équilibre. En raison des métastabilités associées à la condensation capillaire lors de l'adsorption, plusieurs auteurs [39, 137, 311] ont préféré la branche de désorption pour la détermination des courbes de distribution de tailles de pores et de volume cumulé de pores. Parmi les différents modèles de t-curves présentées sur la figure 2.5, la relation de Hasley [148] est retenue lors de la mesure pour le calcul de la dimension des pores.

La figure 3.4 montre une courbe d'adsorption-désorption au diazote et de la distribution de tailles de pores dérivée de la branche de désorption.

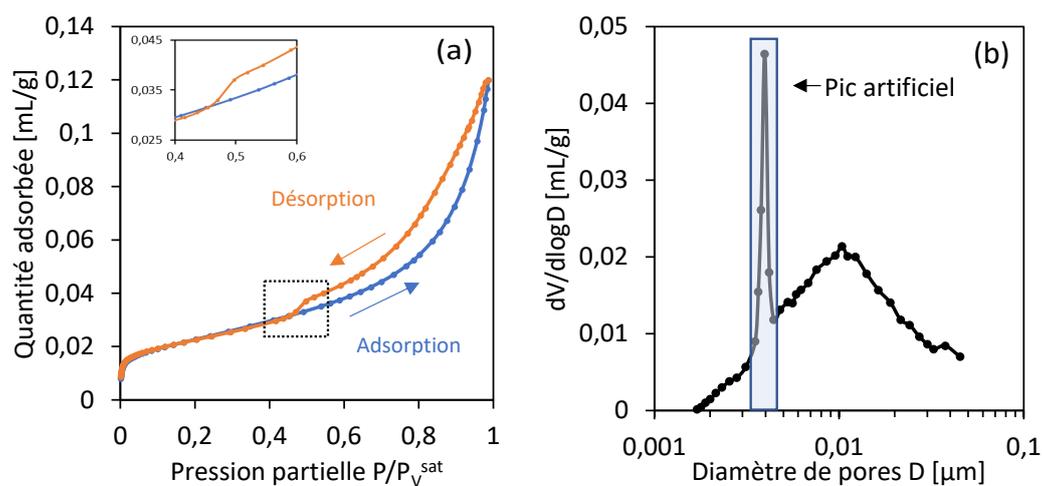


FIGURE 3.4 – Fermeture de l'hystérésis de l'isotherme de sorption (a) et pic net de la courbe de distribution de tailles de pores (b) pour la terre CFL.

On remarque une disparition de la boucle d'hystérésis des courbes d'adsorption-désorption autour des pressions relatives de 0.4 à 0.5. La distribution de tailles de pores présente un pic net autour de 4 nm pour tous les matériaux testés. Cependant, ce mode dans la courbe de distribution de tailles de pores ne reflète pas exactement une prédominance de pores de 4 nm de diamètre. Par exemple, la présence de ce pic est systématiquement observée sur les courbes de distribution de tailles de pores obtenues au diazote pour des matériaux microporeux comme les silices et les zéolites [223, 309]. Ce phénomène est généralement associé à l'effet de la résistance en traction de l'adsorbat "tensile strength effect" qui traduit l'évaporation spontanée de la phase condensée suivie de la cavitation (nucléation et croissance de bulles de gaz dans la phase liquide) [52, 137, 175, 312]. Pour corriger cet artefact, nous proposons la méthode similaire à celle adoptée pour la MIP.

3.3.3 Résultats de la caractérisation microstructurale

Pour les trois terres étudiées, les mesures de volume cumulé et de distribution de tailles de pores obtenues par sorption de diazote (NAD) et porosimétrie au mercure (MIP) sont présentées sur la figure 3.5. La porosimétrie au mercure permet de caractériser la microstructure des pores larges (de 0.01 μm à 100 μm) alors que l'analyse des pores de tailles inférieures à 0.05 μm est possible avec la courbe de désorption au diazote.

Afin d'obtenir une caractérisation complète de la microstructure, la concaténation des courbes de volume cumulé est possible à partir des valeurs de volume incrémental de la MIP jusqu'à 0.045 μm et de la NAD pour les diamètres de pores inférieurs. Les courbes de distribution de tailles de pores s'obtiennent directement par concaténation sauf pour la terre CFL pour laquelle un réajustement était nécessaire en raison de l'offset de mesure de la MIP. La figure 3.6 montre les courbes complètes de distribution de tailles de pores.

La terre STA présente une distribution unimodale avec un pic significatif pour les pores de diamètres compris entre 0.03 et 0.3 μm . Pour DAG, la distribution de tailles de pores est bimodale avec deux pics autour des pores de diamètres de 1 μm et de 10 μm . De même, la terre CFL présente deux pics continus autour des pores de diamètres proches de 0,5 μm et de 10 μm et un pic net autour de 0.01 μm .

Les figures 3.5 relatives au MIP montrent, pour chaque terre, la détermination du diamètre de pore intermédiaire entre la porosité intra-agrégat ϕ_{intra} et la porosité inter-agrégat ϕ_{inter} grâce au cycle d'intrusion-extrusion de mercure. Les valeurs de ϕ_{intra} et de ϕ_{inter} ont été déterminées en considérant la relation suivante :

$$\phi = \phi_{inter} + (1 - \phi_{inter}) \cdot \phi_{intra} \quad (3.6)$$

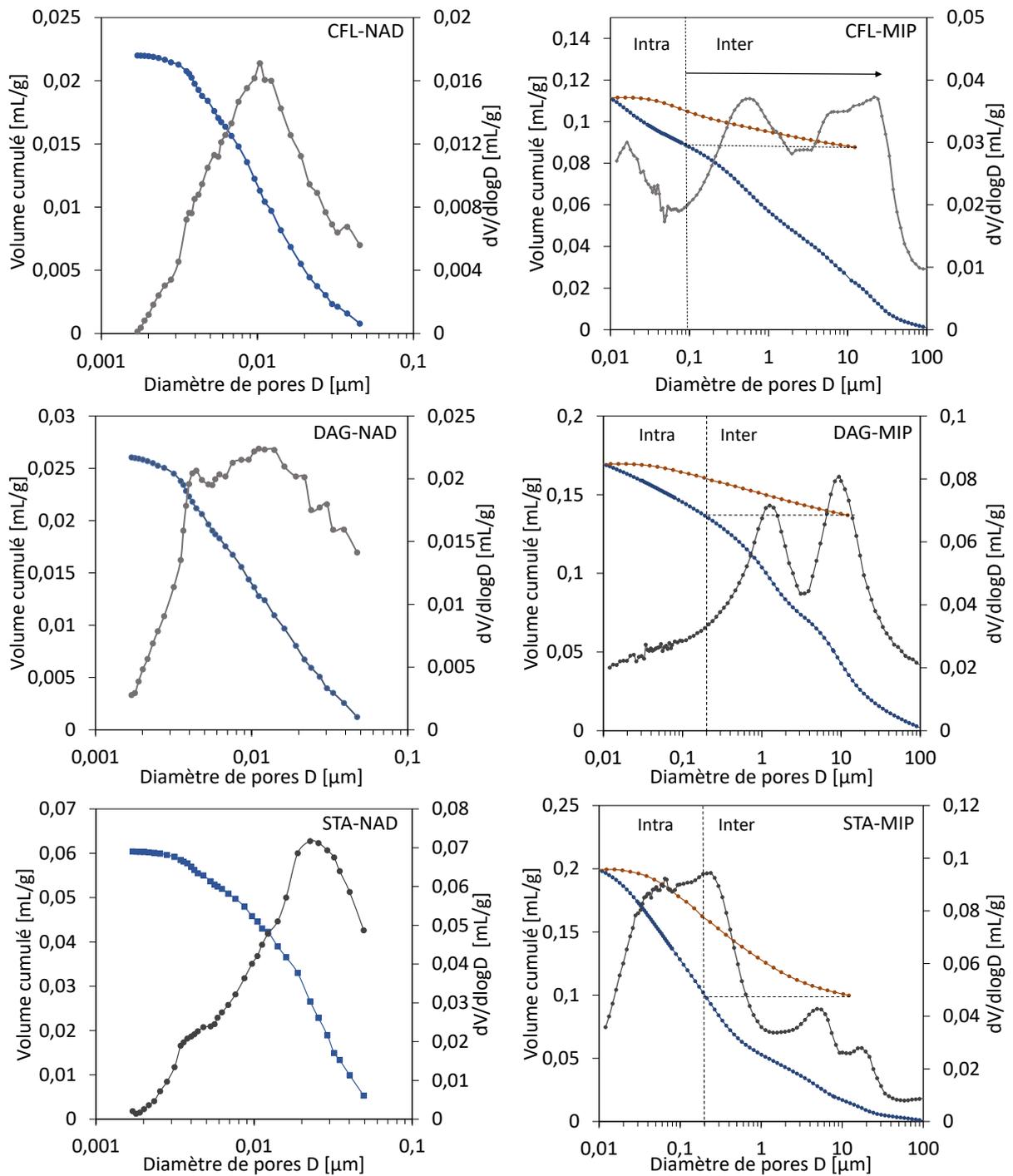


FIGURE 3.5 – Courbes de volume cumulé et de distribution de tailles de pores obtenues au NAD et MIP pour CFL, DAG et STA : les courbes en bleu représentent le volume cumulé lors de l'intrusion (MIP) ou de la désorption (NAD), les courbes en rouge le volume cumulé lors de l'extrusion (MIP) et les courbes en noir la distribution de tailles de pores ($dV/d\log D$).

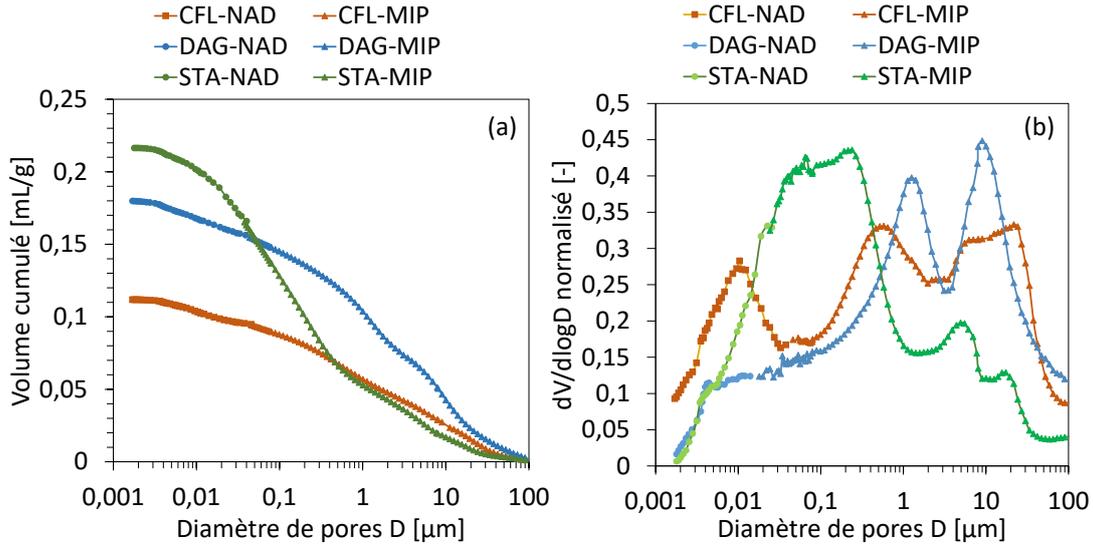


FIGURE 3.6 – Courbes de volume cumulé (a) et de distribution de tailles de pores normalisée (b) des terres étudiées.

Les résultats de la caractérisation microstructurale présentés dans le tableau 3.3 montrent que les matériaux DAG et STA possèdent une valeur similaire de diamètre intermédiaire ($0.2 \mu\text{m}$) alors que ce dernier vaut $0.1 \mu\text{m}$ pour la terre CFL. La classification de la microstructure des matériaux souligne une porosité inter-agrégat prédominante pour CFL et DAG alors que STA présente une porosité intra-agrégat plus importante.

TABLE 3.3 – Principaux résultats de la caractérisation microstructurale.

Caractéristiques	CFL	DAG	STA
Diamètre de pores intermédiaire [μm]	0.1	0.2	0.2
Porosité inter-agrégat ϕ_{inter} [%]	18	25	16
Porosité intra-agrégat ϕ_{intra} [%]	7	8	24
Surface spécifique BET S_{BET} [m^2/g]	8.0	13.6	20.4

Les isothermes d'adsorption au diazote permettent de déterminer l'aire de la surface spécifique BET S_{BET} correspondant à la surface développée par les parois des pores par unité de masse sur la gamme de pressions relatives comprises entre 0,05 et 0,35. La terre STA présente une surface spécifique BET plus importante que celle des autres matériaux. Ce résultat peut suggérer que la terre STA a plus tendance à adsorber les molécules d'eau. Il convient alors de déterminer les courbes caractéristiques des relations sol-eau.

3.4 Caractérisation de la sorption et de la rétention d'eau

3.4.1 Les courbes de sorption à la vapeur d'eau

Présentation

Les courbes d'adsorption-désorption d'eau traduisent l'évolution de la teneur en eau (ou du degré de saturation liquide) d'un matériau poreux en fonction de l'humidité relative de l'environnement à une température donnée. Il existe différentes techniques de détermination des courbes de sorption à la vapeur comme la méthode des solutions salines et la méthode de sorption dynamique de vapeur (DVS). Dans cette étude, la méthode DVS est utilisée pour déterminer les courbes de sorption à la vapeur d'eau des matériaux étudiés.

Méthode

L'essai consiste à effectuer des incréments automatiques d'humidité relative (RH) sur une plage de 0-98%RH pour une température fixée autour de 20 °C et à mesurer sur chaque palier d' RH la masse de l'échantillon à l'équilibre [126]. L'échantillon est un concassât de masse comprise entre 300 et 500 mg. Le matériau testé subit, avant le cycle d'adsorption-désorption, un séchage sous un débit d'air sec ($RH \approx 0\%$) jusqu'à l'obtention d'une masse constante considérée comme masse sèche pour l'essai. Néanmoins, le DVS ne permet pas de maintenir rigoureusement un $RH = 0\%$, donc la masse sèche au DVS notée m_s^{DVS} peut être différente de la masse sèche de référence $m_s^{105^\circ C}$ obtenue par étuvage à 105 °C. A cet effet, Fabbri et al. [111] ont proposé une méthode de correction de la teneur en eau mesurée au DVS notée ω^{DVS} pour obtenir la teneur en eau corrigée sur la base d'un séchage à 105 °C $\omega^{corrected}$:

$$\omega^{corrected} = \frac{m_s^{DVS}}{m_s^{105^\circ C}} (\omega^{DVS} + 1) - 1 \quad (3.7)$$

Pour chaque terre étudiée, le degré de saturation liquide S_L est calculé comme le rapport de la teneur en eau corrigée (eq.3.7) et de la teneur en eau à la saturation.

3.4.2 Les courbes de rétention d'eau

Présentation

Dans le domaine capillaire, la courbe de rétention d'eau représente l'évolution de la succion matricielle (pression capillaire) avec la teneur en eau (ou le degré de saturation

liquide). La succion d'un sol correspond au potentiel permettant de drainer de l'eau libre au sein du réseau capillaire du sol non saturé. En d'autres termes, la succion traduit le potentiel de l'eau capillaire retenue dans un sol [37]. Dans la littérature, Il existe différentes méthodes expérimentales pour mesurer la pression capillaire en fonction de la teneur en eau d'un échantillon de sol comme la méthode de surpression d'air par translation d'axe [207, 323], la méthode du tensiomètre [274], la méthode des papiers filtres [67]. Dans cette étude, la méthode de papiers filtres est utilisée pour caractériser la courbe de rétention.

Méthode

Le protocole de mesure de la succion matricielle via la méthode des papiers filtres est défini dans la norme ASTM D 5298 2016 [164]. Cette méthode consiste à placer un papier-filtre calibré au contact d'un échantillon jusqu'à atteindre l'équilibre hydrique. La mesure de la teneur en eau du papier-filtre et l'exploitation de la courbe de calibration du papier-filtre utilisé permettent de déterminer la valeur de succion dans l'échantillon (identique à celle du papier-filtre) à une teneur en eau donnée du matériau testé.

Pour chaque terre, six points de mesure ont été déterminés pour tracer la courbe de succion. Pour obtenir un point, deux échantillons de diamètre 10 cm et d'épaisseur 2 cm ont été compactés puis portés à la teneur en eau choisie. Une couche de trois papiers-filtres secs de type Whatman 42 est placée entre les deux échantillons. L'ensemble est recouvert d'un film plastique étanche puis stocké pendant une semaine dans une chambre maintenue à 20 ± 1 °C pour permettre l'équilibre hydrique. Ensuite, la teneur en eau du papier-filtre du milieu est mesurée par étuvage à 105 °C et grâce à la courbe de calibration du papier-filtre utilisé, la valeur de succion est finalement déterminée. En parallèle, la teneur en eau du couple d'échantillons de terre est vérifiée par séchage après l'essai. La courbe de rétention de chaque terre est donc déterminée avec les teneurs en eau moyennes des échantillons et les valeurs de succions mesurées. La courbe de rétention est déterminée avec plusieurs couples d'échantillons chacun à une teneur en eau donnée. Par conséquent, les mesures peuvent introduire des écarts dus à l'hétérogénéité des échantillons. Néanmoins, dans la littérature, plusieurs auteurs ont eu recours à ce protocole et ont montré une bonne cohérence de leurs résultats [113, 130, 173].

3.4.3 Résultats

La figure 3.7.(a) présente les courbes de sorption à la vapeur d'eau des trois terres obtenues grâce au DVS. Dans la plage d'humidités relatives étudiées, on remarque que DAG et STA peuvent atteindre un degré de saturation liquide de 32-33% et CFL atteint une saturation liquide de proche de 40%. Selon la classification IUPAC [279] des

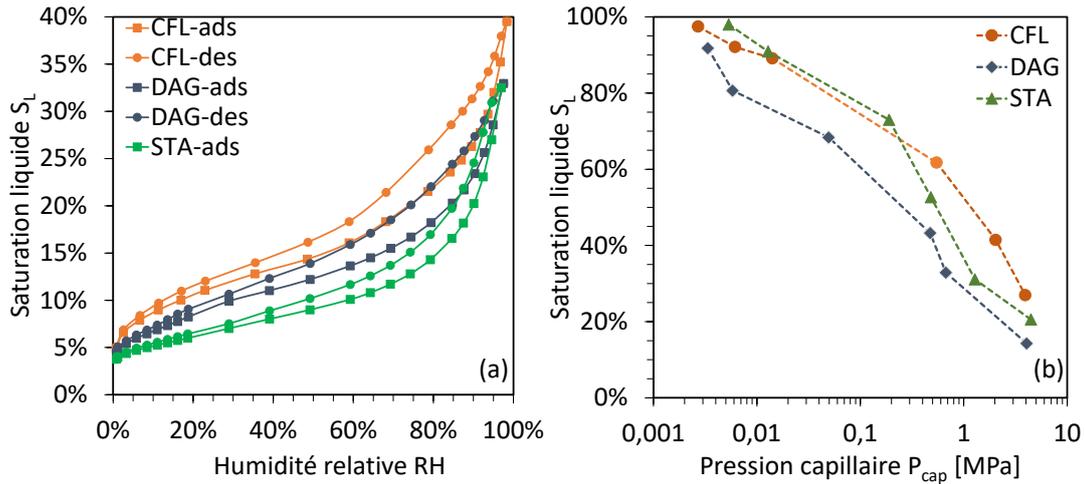


FIGURE 3.7 – Les courbes (a) de sorption et (b) de rétention d’eau des trois terres étudiées.

isothermes de sorption, les trois matériaux présentent une forme de type II caractéristique de solides macroporeux (avec une majorité de pores de taille supérieure à 50 nm) ; ce qui est cohérent avec la distribution de tailles de pores. Suivant le même système de classification, l’hystérésis entre les courbes d’adsorption et de désorption est de type H3 pour les trois terres étudiées. Ces formes d’isotherme et d’hystérésis correspondent aux matériaux poreux présentant des agrégats ou des particules en feuillets.

La figure 3.7.(b) montre les courbes de rétention d’eau des trois matériaux. On note une diminution du degré de saturation liquide avec la pression capillaire dont les valeurs n’excèdent pas 5 MPa pour la gamme de saturations en eau étudiées. Ce résultat est cohérent avec les courbes de rétention obtenues dans d’autres études sur la terre crue (comme par exemple [113]).

3.5 Conclusion

Dans ce chapitre, la caractérisation à l’échelle de la microporosité a montré que chaque matériau terre étudié présente une certaine affinité à l’eau suivant son activité argileuse ou le type de minéraux argileux présents. A l’échelle de la macroporosité, une combinaison de la porosimétrie au mercure et de la sorption au diazote a permis de déterminer la distribution de tailles de pores sur une plage de 2 nm à 100 μ m. Cette mesure confirme bien que la macroporosité de la terre crue compactée peut se subdiviser en une porosité inter-agrégat et une porosité intra-agrégat. La surface spécifique des pores de chaque matériau a aussi été évaluée grâce à la théorie BET. Finalement, la capacité de rétention d’eau de la terre crue a été caractérisée via les courbes de sorption dans le domaine hygroscopique et les courbes de succion dans le domaine capillaire. En

plus de la réduction de la succion avec la teneur en eau, il convient de souligner qu'une importante absorption d'eau peut favoriser la formation de glace dans la terre compactée en températures négatives.

Chapitre 4

La résistance au gel-dégel de la terre compactée en conditions pathologiques

Contents

4.1	Matériaux et méthodes	66
4.1.1	Formulation et préparation des échantillons	66
4.1.2	Mesure de la capacité d'absorption d'eau par capillarité	67
4.1.3	Méthode de mesure de la résistance au gel-dégel	69
4.2	Résultats	72
4.2.1	Inspection visuelle de l'endommagement au gel-dégel	72
4.2.2	Évolution de la masse humide au cours des cycles	74
4.2.3	Évaluation de la masse perdue par écaillage	75
4.3	Discussions	77
4.3.1	Évolution de la masse sèche au gel-dégel	77
4.3.2	Variation de la teneur en eau au cours des cycles	78
4.3.3	Estimation de la déformation et de la saturation liquide	80
4.4	Conclusion	84

Ce chapitre sera consacré à l'évaluation de la résistance au gel-dégel du matériau terre en conditions d'humidification pathologiques. Contrairement aux conditions hydriques normales sous lesquelles une structure en terre crue ne présente aucun endommagement au gel-dégel [33, 58, 273], il peut y avoir un fort risque de dégradations dans des situations hydriques pathologiques (jeune âge ou accumulation de l'eau issue des remontées capillaires). Cependant, très peu d'études expérimentales ont été proposées pour quantifier l'endommagement au gel-dégel de la terre crue dans le cas de fortes humidifications [273]. Bien que l'ajout d'un liant hydraulique (chaux-ciment) soit généralement recommandé pour améliorer la résistance au gel-dégel du matériau terre [139, 241], l'effet de cette stabilisation sur la résistance au gel-dégel des terres compactées n'a toujours pas été clairement analysé. De plus, les différentes méthodes de compactage des éléments en terre (dynamique ou statique) n'ont pas encore fait l'objet d'une étude comparative quant à leur influence sur le comportement au gel-dégel des échantillons de terre compactée.

Au vu de ce manque de résultats, cette étude portera sur plusieurs paramètres (formulation, méthode de compactage, processus d'humidification et expositions au gel-dégel). Ainsi, les résultats de cette campagne expérimentale permettront de formuler quelques hypothèses sur le couplage entre les processus physiques induits par le gel-dégel et les mécanismes d'endommagement du matériau.

4.1 Matériaux et méthodes

4.1.1 Formulation et préparation des échantillons

Le matériau utilisé dans cette étude expérimentale est la terre STA dont les propriétés physiques ont été présentées dans le chapitre 3. Pour la stabilisation, le liant utilisé est le ciment Portland CEM II/32.5R contenant 77% de clinker et 22% de calcaire. Ce type de ciment est largement utilisé pour améliorer le comportement mécanique et la résistance à l'eau de la terre compactée [21, 27]. Dans cette étude, une formulation avec 10% de ciment (par masse sèche de sol) est retenue pour la terre stabilisée en conformité avec les valeurs recommandées pour la stabilisation au ciment d'une construction en terre (un ajout de 5 à 12% de ciment) [30, 32, 322].

Chaque type de matériau (stabilisé et non stabilisé) est compacté à ses caractéristiques OPM qui sont de 18% de teneur en eau et 1.73 g.cm^{-3} de masse volumique sèche pour la terre non stabilisée et de 17% de teneur en eau et 1.72 g.cm^{-3} de masse volumique sèche pour le matériau stabilisé. Les teneurs en eau théoriques ω_{max}^{th} correspondantes à la saturation complète peuvent être calculées comme suit :

$$\omega_{max}^{th} = \frac{\rho_L}{\rho_d} \phi \quad (4.1)$$

où ρ_d et ϕ sont respectivement la masse volumique sèche initiale et la porosité initiale du matériau considéré.

Ainsi, on retrouve une saturation liquide initiale $S_{L0} = 86\%$ pour la terre non stabilisée et $S_{L0} = 83\%$ pour le matériau stabilisé. Cela montre bien que les matériaux en terre compactée au jeune âge (i.e. juste après fabrication) présentent un degré de saturation élevé ; ce qui correspond bien à une situation d'humidification pathologique.

Le compactage consiste à fabriquer des échantillons cylindriques de diamètre et de hauteur de 100 mm. Pour cela, deux méthodes de compactage sont utilisées dans cette étude : un compactage dynamique au Proctor en trois couches suivant le protocole décrit dans la norme ASTM D558 [165] et un compactage statique en deux couches avec une presse mécanique pilotée en déplacement avec une vitesse de 1.25 mm/min.

Ensuite, les échantillons stabilisés sont placés dans une chambre régulée à une humidité relative $RH = 99 \pm 0.5\%$ et une température $T = 22 \pm 1$ °C pour une cure humide de sept jours suivant la norme d'essai ASTM D560 [166]. A ce sujet, Al Haffar et al. [21] ont montré qu'une cure humide de sept jours était suffisante pour obtenir une amélioration significative des performances mécaniques des terres stabilisées au ciment. Les échantillons non stabilisés sont, quant à eux, maintenus dans des sacs plastiques hermétiques pour éviter une perte hydrique trop importante lors de la période de cure des échantillons stabilisés. A la fin de la cure, les dimensions (hauteur et diamètre) et la masse de chaque échantillon sont mesurées pour déterminer l'état initial avant les cycles de gel-dégel.

En définitive, cette campagne expérimentale comprend quatre type d'échantillons de terre compactée. Les échantillons avec la terre non stabilisée porteront la mention US ("UnStabilized") et la terre stabilisée sera désignée par la notation CEM ("Cement"). La notation PRESS sera utilisée pour désigner les échantillons compactés statiquement à la presse et la nomination PROC pour les échantillons compactés dynamiquement à la machine Proctor. Ainsi pour chaque formulation (PRESS-US, PROC-US, PRESS-CEM et PROC-CEM), neuf échantillons sont réalisés dont trois sont utilisés pour la mesure de la capacité d'absorption d'eau par capillarité et six pour l'essai de gel-dégel.

4.1.2 Mesure de la capacité d'absorption d'eau par capillarité

L'objectif de cet essai est de caractériser la cinétique d'absorption et de diffusion d'eau par remontées capillaires suivant la norme européenne NF EN 1015-18 [1]. Pour cela, le protocole consiste à mesurer un coefficient d'absorption d'eau noté A-value qui représente la quantité d'eau absorbée [kg] par unité de surface exposée [m²] et par racine carrée de la

durée d’immersion $[s^{1/2}]$. D’abord, les échantillons sont laissés plusieurs jours dans la salle d’essai jusqu’à atteindre une masse constante pour assurer un équilibre hydrique avec l’air ambiant au début de l’essai. Ensuite, afin de maintenir une diffusion unidirectionnelle de l’eau absorbée dans l’échantillon, ce dernier est recouvert latéralement de paraffine et d’aluminium. Un papier-filtre est aussi placé en-dessous de l’échantillon pour retenir les fines particules susceptibles de se désagréger lors de l’essai. Chaque échantillon est placé sur un support mobile en grille permettant de faciliter la mesure de la masse à 0.01 g près. Lors de l’essai d’absorption, une épaisseur de 3 mm environ de l’échantillon est immergée en continu dans une cuve contenant un niveau constant d’eau. La masse totale de l’ensemble (échantillon + papier-filtre + support mobile) est déterminée au cours de l’essai à des intervalles de temps croissants jusqu’à atteindre une masse constante marquant la fin de l’essai. Une illustration du dispositif expérimental est proposée sur la figure 4.1.

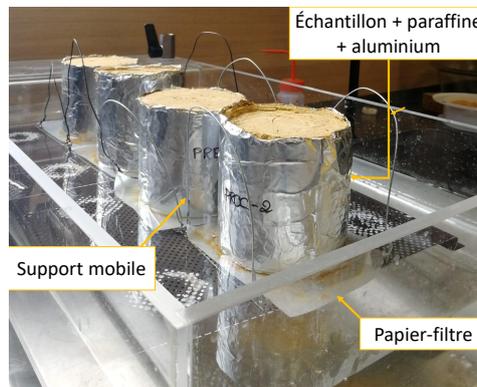


FIGURE 4.1 – Illustration du dispositif de mesure de A-value.

Les résultats de la mesure de A-value sont présentés dans le tableau 4.1.

TABLE 4.1 – Résultats de la mesure de l’absorption à l’eau pour les quatre formulations.

Formulation	A-value $[\text{kg}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1/2}]$	ω_{max}^{WA} [%]	ω_{max}^{th} [%]
PRESS-US	0.092 ± 0.001	23.8	20.9
PROC-US	0.141 ± 0.008	25.6	
PRESS-CEM	0.075 ± 0.001	21.8	20.4
PROC-CEM	0.124 ± 0.009	22.3	

On remarque un faible écart-type dans la mesure de la A-value avec trois échantillons pour chaque configuration notamment pour les échantillons PRESS. Ce résultat peut souligner une bonne répétabilité dans la fabrication des échantillons, ce qui donne aussi une certaine confiance dans les tendances observables au gel-dégel. Le compactage statique donne des valeurs de coefficients d’absorption d’eau plus faibles que celles des échantillons

compactés au Proctor. Cette différence d'A-value met en évidence une influence significative de la méthode de compactage sur le réseau capillaire. Les résultats montrent que les échantillons PRESS présenteraient une perméabilité à l'eau plus faible en considérant les correspondances établies entre la A-value et le coefficient de perméabilité à l'eau [113]. Par ailleurs, les échantillons stabilisés présentent des coefficients d'absorption plus faibles du fait de la présence de produits d'hydratation qui limitent la continuité capillaire et améliorent la protection à l'eau de la surface des échantillons.

Une comparaison de la teneur en eau théorique ω_{max}^{th} à la saturation complète exprimée à l'eq.(4.1) avec la teneur en eau finale ω_{max}^{WA} mesurée après l'essai d'absorption d'eau est aussi donnée dans le tableau 4.1. Cette comparaison montre que, pour chaque formulation, la teneur en eau maximale mesurée après essai excède significativement la valeur théorique. Ce constat peut être dû au gonflement du matériau lors de l'absorption d'eau. On remarque des valeurs de teneurs en eau plus importantes pour les échantillons non stabilisés à la fin de l'essai d'absorption d'eau. Cela souligne la sensibilité de la terre crue à l'absorption d'eau, qui est réduite significativement avec l'ajout de ciment. En plus, pour une même formulation, les échantillons de type PROC présentent aussi une teneur en eau maximale plus importante que celle des échantillons PRESS, ce qui est cohérent avec les résultats des A-value. Cet essai souligne ainsi le rôle significatif de la formulation et de la méthode de compactage sur l'absorption d'eau par capillarité.

4.1.3 Méthode de mesure de la résistance au gel-dégel

L'étude de la résistance au gel-dégel du matériau terre est réalisée dans le laboratoire de Génie Civil de l'ETS Montréal. Pour chaque formulation étudiée, des échantillons sont soumis à des cycles de gel-dégel suivant le protocole d'essai défini dans la norme ASTM D560 [166], qui constitue une référence pour les mélanges sol-ciment. Ce protocole d'essai consiste à exposer un couple d'échantillons de sols stabilisés compactés au Proctor à 12 cycles de gel-dégel. Le premier échantillon est utilisé pour calculer la variation de la teneur en eau et du volume alors que le second échantillon permet de quantifier la masse perdue par écaillage. Pour un cycle de gel-dégel, les deux échantillons sont exposés initialement à une phase de gel de 24 h dans une enceinte climatique régulée à -23 °C. Ensuite, lors de la phase de dégel de 23 h, les échantillons sont placés dans une chambre humide maintenue à une température de 23 °C et une humidité relative proche de 100%. Au cours de la période de dégel, les échantillons sont aussi soumis à une absorption d'eau par capillarité par le biais d'un dispositif comprenant une pierre poreuse et un papier absorbant.

Après chaque cycle, la teneur en eau est calculée grâce à la mesure de la masse à 0.1 g près. La déformation volumique du premier échantillon est aussi déterminée avec la mesure du diamètre et de la hauteur grâce à un pied à coulisse digital avec une précision

de 0.01 mm. Pour chaque dimension géométrique, trois différents points de mesure sont définis et maintenus sur le premier échantillon. Pour le second échantillon, la norme recommande un brossage sur toute sa surface afin de retirer minutieusement les particules désagrégés par écaillage après la période de gel et celle de dégel. Une illustration de la mesure de la masse écaillée est donnée sur la figure 4.2. La perte de masse par écaillage correspond alors à la différence de masse avant et après le brossage. Les cycles de gel-dégel et les mesures sont ainsi répétés soit jusqu'à l'effondrement de l'échantillon soit jusqu'à la réalisation des 12 cycles recommandés.

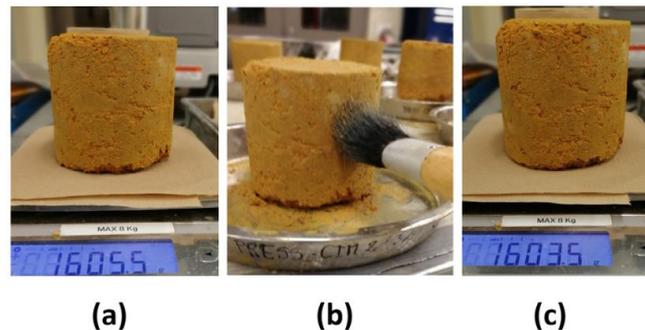


FIGURE 4.2 – Procédure d'évaluation de la perte de masse par écaillage : (a) pesage avant brossage, (b) brossage de la surface et (c) pesage après brossage.

Le processus d'humidification par absorption capillaire proposé dans la norme ASTM D560 est bien adapté pour étudier la durabilité contre l'effet combiné des remontées capillaires et des cycles de gel-dégel (figure 4.3.a). Cependant, il apparaît que cette combinaison est trop sévère pour analyser le seul effet des cycles de gel-dégel sur des murs en terre au jeune âge par exemple. En effet, au jeune âge correspondant au début de la période de séchage d'une structure neuve en terre, le degré de saturation liquide de la structure peut être suffisamment élevé pour permettre le gel de l'eau interstitielle. Pour analyser ce scénario, un protocole alternatif sans système d'absorption d'eau a été mis en place pour cette étude (figure 4.3.b).

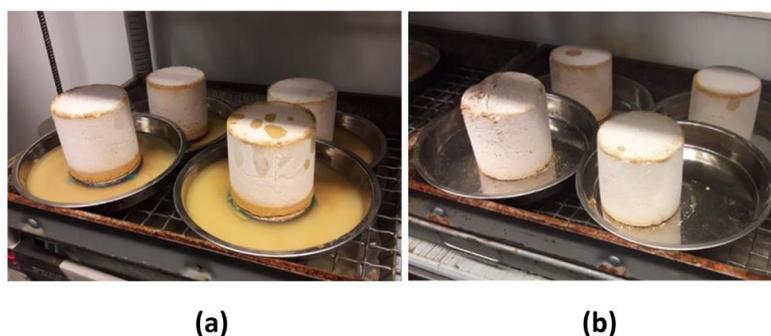


FIGURE 4.3 – Échantillons (a) avec et (b) sans processus d'humidification par absorption capillaire.

En addition, un échantillon de référence (non soumis à l'étape de gel) a été utilisé

pour chaque type de formulation (avec ou sans ciment), chaque méthode de compactage (statique ou dynamique) et chaque mode d'humidification (avec ou sans absorption capillaire). Durant toute la période de l'essai, ces échantillons de référence sont laissés dans la chambre humide régulée à 100%RH. Lorsqu'un échantillon pour le gel-dégel était placé dans la chambre humide lors du dégel, l'échantillon de référence correspondant était aussi exposé au même processus d'humidification. Lorsque l'échantillon d'essai était déplacé dans la enceinte climatique pour la période de gel, l'échantillon de référence était scellé et stocké dans un sac hermétique pour maintenir son état hydrique constant. Toutes les mesures sur les échantillons de référence étaient cependant effectuées après la phase d'humidification. Le but de ces échantillons de référence était de distinguer la partie des dégradations causées par le processus d'humidification de celle induite par le processus de gel-dégel.

En conclusion, quatre conditions d'essai sur quatre types d'échantillons ont été réalisées. Ces 16 configurations d'essai sont résumées dans le tableau 4.2. La mention "FT" désigne les échantillons soumis à des cycles de gel-dégel tandis que "ref" désigne les échantillons de référence qui ne sont pas soumis aux cycles de gel-dégel. D'autre part, "MR" et "WA" désignent respectivement les échantillons sans et avec absorption d'eau par capillarité. Par exemple, la désignation "PRESS-CEM-WA-FT" fait référence à un échantillon de terre stabilisée compactée à la presse et soumis à des cycles de gel-dégel avec absorption d'eau par capillarité.

TABLE 4.2 – Récapitulatif des paramètres de fabrication et des conditions d'essai.

Dénomination	Matériau	Compactage	Humidification	Gel-dégel
PRESS-US-MR-ref	terre	statique	RH=100%	Non
PRESS-US-MR-FT	terre	statique	RH=100%	Oui
PRESS-US-WA-ref	terre	statique	RH=100% + absorption d'eau	Non
PRESS-US-WA-FT	terre	statique	RH=100% + absorption d'eau	Oui
PROC-US-MR-ref	terre	dynamique	RH=100%	Non
PROC-US-MR-FT	terre	dynamique	RH=100%	Oui
PROC-US-WA-ref	terre	dynamique	RH=100% + absorption d'eau	Non
PROC-US-WA-FT	terre	dynamique	RH=100% + absorption d'eau	Oui
PRESS-CEM-MR-ref	terre + ciment	statique	RH=100%	Non
PRESS-CEM-MR-FT	terre + ciment	statique	RH=100%	Oui
PRESS-CEM-WA-ref	terre + ciment	statique	RH=100% + absorption d'eau	Non
PRESS-CEM-WA-FT	terre + ciment	statique	RH=100% + absorption d'eau	Oui
PROC-CEM-MR-ref	terre + ciment	dynamique	RH=100%	Non
PROC-CEM-MR-FT	terre + ciment	dynamique	RH=100%	Oui
PROC-CEM-WA-ref	terre + ciment	dynamique	RH=100% + absorption d'eau	Non
PROC-CEM-WA-FT	terre + ciment	dynamique	RH=100% + absorption d'eau	Oui

4.2 Résultats

4.2.1 Inspection visuelle de l'endommagement au gel-dégel

Comme mentionné dans le chapitre 1, les dégradations au gel-dégel se manifestent généralement par des fissurations internes et de l'écaillage de surface. Ce dernier est visible dès lors qu'une quantité significative de particules se détachent de la surface du matériau. L'inspection visuelle des échantillons permet ainsi d'évaluer qualitativement leur résistance au gel-dégel. L'état des échantillons à la fin de l'essai de gel-dégel est présenté sur la figure 4.4.

	MR-ref	MR-FT	WA-ref	WA-FT
PRESS-US		 2 cycles		 2 cycles
PRESS-CEM		 5 cycles		
PROC-US		 5 cycles		 3 cycles
PROC-CEM		 11 cycles		

FIGURE 4.4 – État des échantillons après les 12 cycles de gel-dégel ou lors de leurs effondrements. Dans ce dernier cas, le nombre de cycles atteint est indiqué en-dessous de la photo de l'échantillon.

On remarque qu'aucun endommagement significatif n'a été observé sur les échantillons de référence au cours des cycles quels que soient leur type (PRESS-US, PROC-US, PRESS-CEM et PROC-CEM) et leurs conditions d'humidification (avec ou sans absorp-

tion d'eau). Au contraire, d'importantes dégradations ont été détectées sur les échantillons soumis à des cycles de gel-dégel. Par conséquent, la méthode expérimentale mise au point permet effectivement d'évaluer l'endommagement au gel-dégel des échantillons de terre.

Dans le cas des échantillons non stabilisés, les dégradations au gel-dégel conduisent rapidement à un effondrement après seulement quelques cycles (moins de 5 cycles). Pour illustrer ce point, l'évolution progressive de l'endommagement au gel-dégel de l'échantillon PROC-US-MR-FT entre le 1^{er} et le 4^e cycles est présentée sur la figure 4.5. Cet endommagement s'est tout d'abord manifesté par une fissuration horizontale au niveau de l'interface de compactage des couches. Avec la répétition des cycles de gel-dégel, la fissuration se développe verticalement avec un gonflement et un écaillage importants.

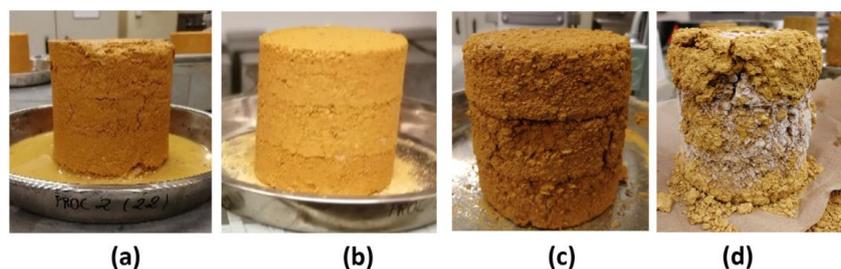


FIGURE 4.5 – Évolution progressive de l'endommagement au gel-dégel de l'échantillon non stabilisé PROC-US-MR-FT après (a) 1, (b) 2, (c) 3 et (d) 4 cycles.

Pour la terre stabilisée, il n'y a eu aucun effondrement au terme des 12 cycles recommandés, sauf pour les échantillons PRESS-CEM-MR-FT et PROC-CEM-MR-FT. Néanmoins, des dégradations superficielles se sont produites de manière significative pour les échantillons exposés au gel-dégel couplé à l'absorption d'eau par capillarité (PRESS-CEM-WA-FT et PROC-CEM-WA-FT). Cette forte détérioration par écaillage a également été observée dans d'autres études expérimentales de la résistance au gel-dégel des sols et des blocs de terre comprimée traités au ciment en utilisant le même protocole d'essai [212, 225]. Cependant, ces travaux n'ont pas mentionné de détérioration pour les échantillons stabilisés sans absorption d'eau, alors que dans cette étude nous avons aussi observé un écaillage de surface même pour les échantillons stabilisés sans apport d'eau par capillarité. Même si la compréhension de ce phénomène nécessite une étude approfondie, l'une des raisons possible pourrait être la présence d'interfaces entre les couches où la fissuration débute.

Globalement, l'effondrement des échantillons exposés au gel-dégel se produit toujours après la phase de dégel. Deux mécanismes d'endommagement au gel-dégel ont pu être identifiés. D'une part, pour les échantillons non stabilisés avec absorption d'eau (PRESS-US-WA-FT et PROC-US-WA-FT), l'effondrement au gel-dégel se manifestait par l'ouverture d'une large fissure verticale et pour PRESS-US-MR-FT, la fissure se propageait horizontalement au niveau de l'interface des 2 couches. Ce type d'endommagement est

apparu rapidement au cours des cycles de gel-dégel (avant le 3^e cycle). D'autre part, pour les échantillons stabilisés et pour PROC-US-MR-FT, aucune fissure majeure n'a été observée, mais l'endommagement au gel-dégel était visible avec un écaillage important et également une érosion de la partie basse des échantillons exposés à l'absorption d'eau (PRESS-CEM-WA-FT et PROC-CEM-WA-FT). L'intensité de ces dégradations augmentait progressivement avec les cycles répétés de gel-dégel.

4.2.2 Évolution de la masse humide au cours des cycles

L'évolution de la masse totale (humide) des échantillons au cours des cycles est présentée sur la figure 4.6.

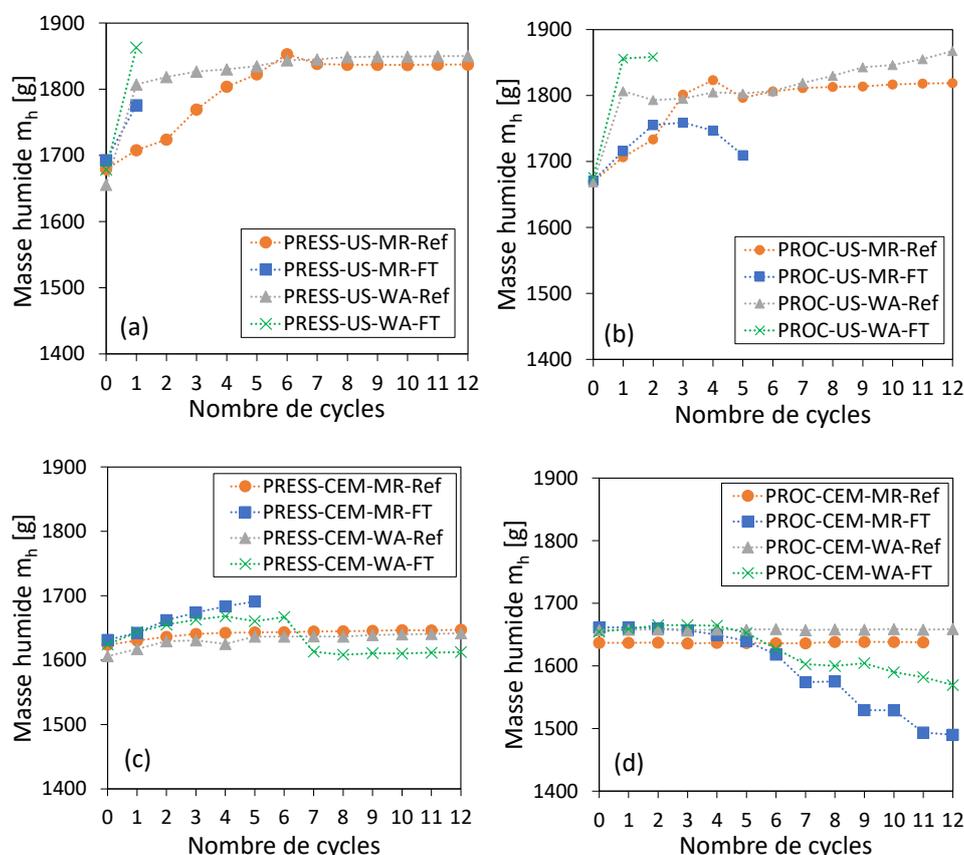


FIGURE 4.6 – Variation de la masse humide avec le nombre de cycles pour les échantillons (a) PRESS, (b) PROC, (c) PRESS-CEM et (d) PROC-CEM.

Dans le cas des échantillons de référence non stabilisés, une augmentation significative de la masse humide (entre 9 et 12%) a été observée. L'absorption d'eau par capillarité accélère l'augmentation de la masse humide pendant les premiers cycles. Cependant, les échantillons stabilisés de référence n'ont présenté qu'une faible augmentation de la masse totale (environ 2%) avec ou sans absorption d'eau.

Pour les échantillons soumis à des cycles de gel-dégel, leur variation de masse humide se produisait en deux étapes. La masse humide augmentait durant les premiers cycles (jusqu'au 4^e - 5^e cycle) puis elle diminuait progressivement jusqu'à la fin de l'essai. Cette perte de masse était très importante pour les échantillons stabilisés, particulièrement pour ceux compactés par Proctor. Cette double tendance s'est aussi observée pour PROC-US-MR-FT. Néanmoins, aucune diminution de masse n'a pu être détectée pour les échantillons PRESS-US et PRESS-CEM-WA-FT à cause de leur effondrement précoce (avant cette deuxième étape). Pour les échantillons stabilisés, les résultats n'ont pas permis d'identifier clairement la différence de comportement due aux méthodes de compactage et d'humidification.

Sur la seule base de ces premiers résultats, aucune analyse précise ne peut être effectuée sur l'évolution de la teneur en eau et sur la perte de masse par écaillage. En effet, la variation de la masse humide mesurée résulte de la combinaison de l'augmentation de masse due à l'absorption d'eau et de la diminution de masse due à l'écaillage sous les cycles de gel-dégel. Dans certains cas, il est probable que ces deux phénomènes (humidification et écaillage) se compensent, comme pour PRESS-CEM-WA-FT qui montre une masse humide constante au-delà du 7^e cycle. Ainsi, pour évaluer la résistance au gel du matériau, il est nécessaire de distinguer l'évolution de la teneur en eau et de la perte de masse par écaillage de surface. Pour cela, sous un certain nombre d'hypothèses, l'évolution de la masse humide sera divisée en deux variables : la masse sèche pour évaluer l'écaillage et la teneur en eau massique pour observer l'évolution de l'état hydrique sous les cycles de gel-dégel.

4.2.3 Évaluation de la masse perdue par écaillage

Après chaque cycle de gel-dégel, la quantité de masse écaillée m_{ec} est évaluée par broyage de la surface de l'échantillon. Ainsi, il est possible de calculer la perte de masse par unité de surface exposée au gel-dégel notée π comme suit :

$$\pi = \frac{m_{ec}}{S} \quad (4.2)$$

Dans l'éq.(4.2), la surface considérée S est la surface initiale de l'échantillon et non sa surface actuelle. En effet, il serait assez compliqué d'évaluer précisément cette dernière au vu de la forme générale des matériaux écaillés (voir figure 4.2). Cette simplification doit cependant être gardée à l'esprit pour analyser correctement l'évolution de π entre deux cycles pour les échantillons profondément écaillés.

La figure 4.7.(a) montre une forte augmentation de la masse écaillée avec le nombre de cycles répétés de gel-dégel sur des échantillons non stabilisés. Pour les échantillons

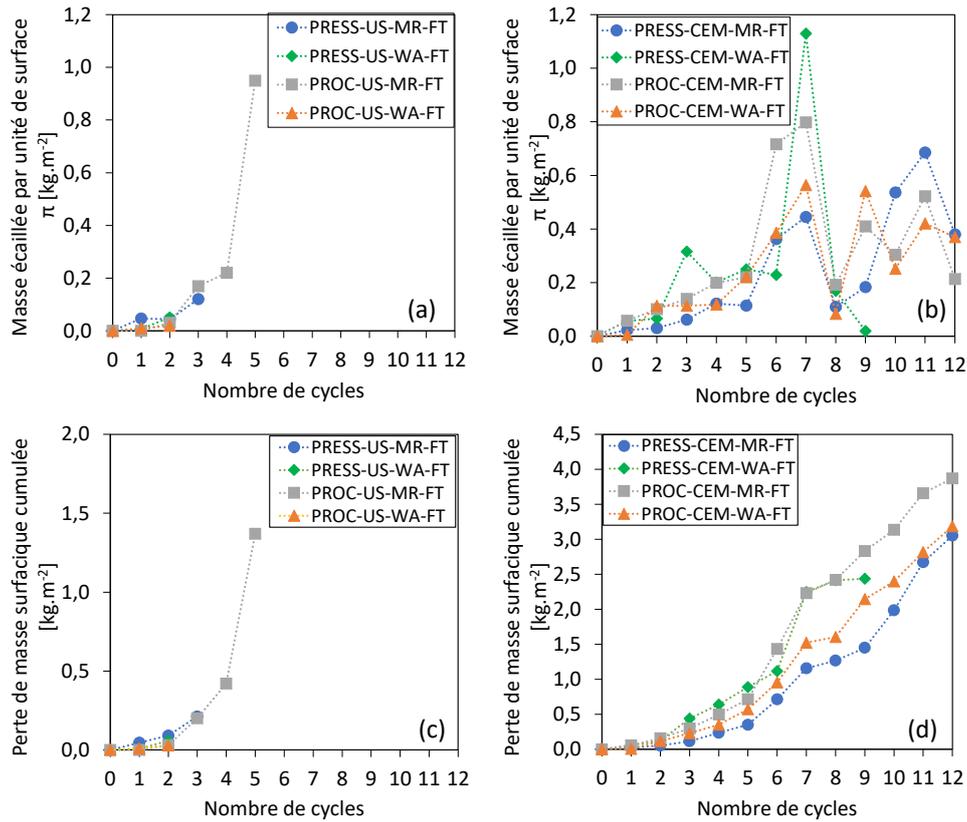


FIGURE 4.7 – Évolution de la masse écaillée par cycle (a)-(b) et cumulée (c)-(d) au gel-dégel.

stabilisés dont les résultats sont présentés sur la figure 4.7.(b), la quantité de masse écaillée augmente aussi avec les cycles et particulièrement au 7^e cycle. Ce pic de perte de masse s'est produit car la température de gel était limitée à -2 °C pendant plus de 48 heures de manière inopinée due à une panne technique du dispositif de refroidissement. Néanmoins, sans tenir compte de ce pic, la perte de masse a été limitée à 0.7 kg.m⁻². Les figures 4.7.(c) et 4.7.(d) montrent que la perte de masse cumulée atteint 1.4 kg.m⁻² pour la terre crue et 3 à 4 kg.m⁻² pour la terre stabilisée à la fin des 12 cycles de gel-dégel. Comme la perte de masse présente de fortes fluctuations dans le cas de la terre stabilisée, aucune tendance claire ne peut être retenue sur l'influence de la méthode de compactage ou de l'absorption d'eau par capillarité. Toutefois, ces résultats ont mis en évidence que le mécanisme d'écaillage par le gel-dégel a un impact sévère sur les échantillons de terre quelle que soit la formulation (avec ou sans ciment).

4.3 Discussions

4.3.1 Évolution de la masse sèche au gel-dégel

Les résultats bruts montrent clairement une différence de comportement sous cycles entre les échantillons de référence et les échantillons soumis au gel-dégel. Dans le cas des échantillons de référence, l'évolution de la masse humide ne résulte que de leur résistance à l'eau. Cependant, dans le cas du gel-dégel, la variation de masse humide inclut les effets couplés d'absorption d'eau et d'écaillage de surface. En effet, l'inspection visuelle de l'état des échantillons (figure 4.2) montre qu'une perte de masse par écaillage et par érosion (du bas des échantillons exposés à l'absorption d'eau par capillarité) s'est produite uniquement au gel-dégel. Ainsi, une analyse basée sur la variation de la masse sèche est pertinente pour estimer l'importance des pertes de masse par écaillage. En effet, la diminution de la masse sèche ne peut résulter que de l'écaillage au gel-dégel (figure 4.7). Grâce à ces constats, on peut considérer que la masse sèche des échantillons de référence reste constante au cours de l'essai. Contrairement, dans le cas d'un échantillon soumis au gel-dégel, sa masse sèche au N^e cycle peut être estimée comme suit :

$$m_d^N = m_d^{N-1} - \frac{m_{ec}^N}{1 + \omega_{ec}} \quad (4.3)$$

Avec m_d^N et m_d^{N-1} les masses sèches respectivement après N et $N - 1$ cycles. m_{ec}^N est la masse de particules écaillées au N^e cycle et ω_{ec} représente leur teneur en eau. Cette dernière a été mesurée sur un mélange de particules écaillées issues de plusieurs échantillons afin d'avoir une quantité suffisante. Une valeur moyenne de 6% en teneur en eau a été trouvée après séchage des masses écaillées collectées.

La variation de masse sèche calculée via la relation (4.3) suivant le nombre de cycles de gel-dégel est reportée sur la figure 4.8.

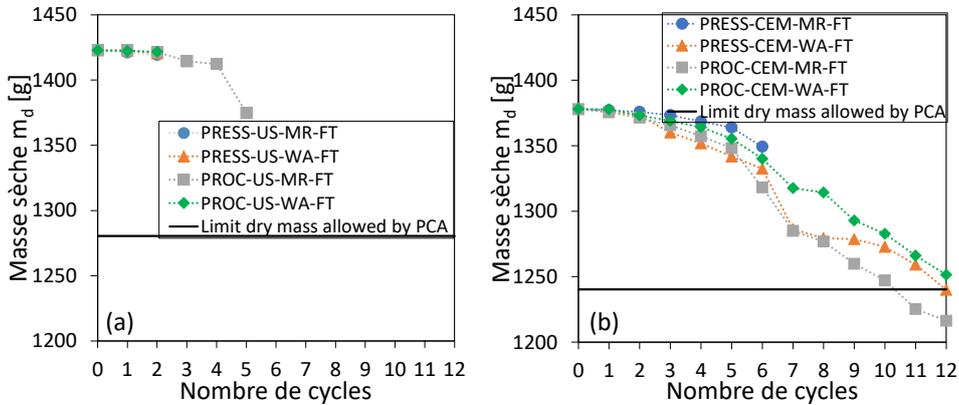


FIGURE 4.8 – Évolution de la masse sèche pour les échantillons (a) non stabilisés (b) stabilisés.

Pour les échantillons de terre crue, on remarque une superposition des courbes ; ce qui traduit une variation identique pour les quatre configurations. Pour la terre stabilisée, la réduction de la masse sèche est aussi similaire lors des 3 premiers cycles. Au-delà, on observe des tendances bien distinctes. Sur la base de ces nouveaux résultats, il est désormais possible d'appliquer le critère de perte de masse autorisée par l'Association Portland Cement [32] qui est de 10% de la masse sèche initiale. On peut alors dire que PRESS-CEM-WA-FT et PROC-CEM-WA-FT sont à la limite de cette recommandation et que PROC-CEM-MR-FT ne respecte pas cette limite de perte de masse. Cependant, les autres échantillons n'ayant pas atteint les 12 cycles requis, il n'était pas possible d'analyser leur durabilité au regard de ce critère.

Sans tirer de conclusions hâtives, la diminution de la masse sèche des échantillons compactés au Proctor est plus importante, ce qui traduit leur faible résistance à l'écaillage de surface. Comme la fissuration au gel-dégel se développait initialement au niveau des interfaces des couches d'un échantillon (voir l'exemple de PROC-US-MR-FT sur la figure 4.5), les échantillons PROC peuvent être plus sensibles à l'écaillage de surface puisqu'ils ont une interface de plus que les échantillons PRESS. Ainsi, l'interface des couches de compactage apparaît comme une zone favorable à l'apparition de fissures donc un point de fragilité de la résistance au gel. Pour approfondir l'analyse de ces résultats, il serait nécessaire de mieux comprendre le processus d'humidification au cours des cycles.

4.3.2 Variation de la teneur en eau au cours des cycles

Afin de comprendre l'impact des cycles de gel-dégel sur l'absorption d'eau des échantillons de terre compactée, la norme ASTM D560 [166] propose également le calcul de la teneur en eau. Ainsi, pour un échantillon, la teneur en eau après un nombre N de cycles peut être déterminée par :

$$\omega^N = \frac{m_h^N}{m_d^N} - 1 \quad (4.4)$$

où m_h^N et m_d^N sont respectivement la masse humide (figure 4.6) et la masse sèche (figure 4.8) au N^e cycle.

Les résultats sur la figure 4.9 montrent que les teneurs en eau maximales atteintes par les échantillons soumis au gel-dégel sont nettement supérieures aux valeurs atteintes par les échantillons de référence quelles que soient la formulation du matériau (avec ou sans ciment) et la méthode de fabrication (statique ou dynamique). De plus, les comparaisons des figures 4.9.(a) et (b) d'une part et des figures 4.9.(c) et (d) d'autre part montrent des différences significatives en fonction de la formulation du matériau.

Pour les échantillons non stabilisés de référence, une augmentation de la teneur en

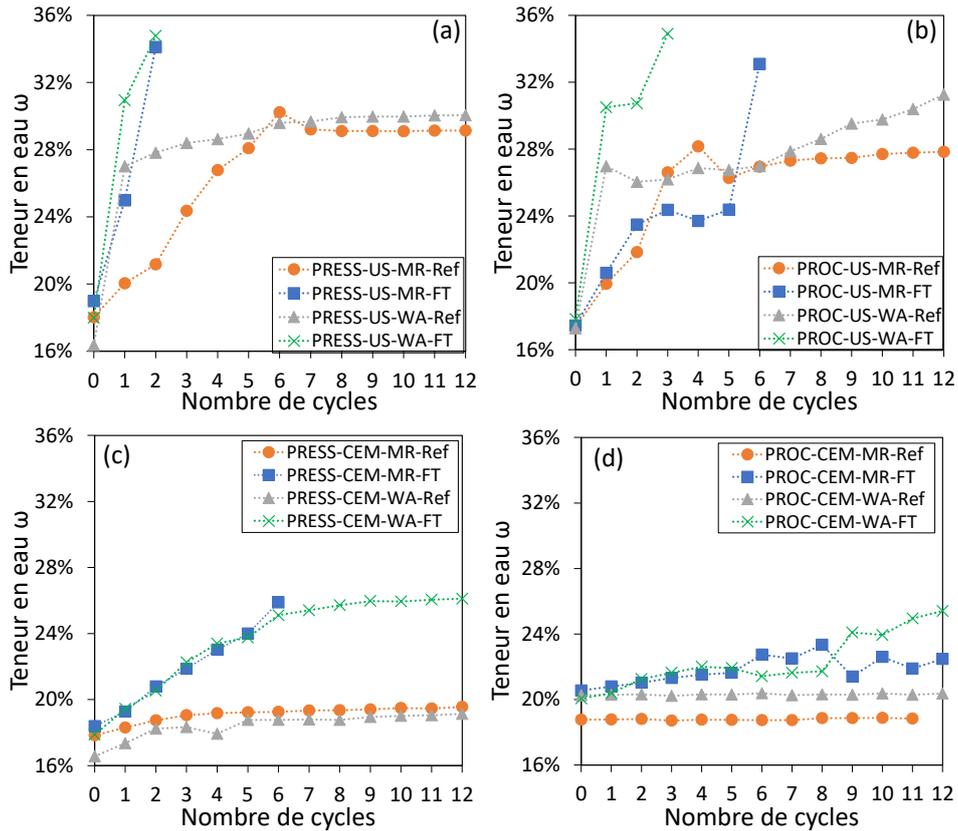


FIGURE 4.9 – Évolution de la teneur en eau des échantillons (a) PRESS-US, (b) PROC-US, (c) PRESS-CEM et (d) PROC-CEM au cours des cycles.

eau s'est produite progressivement au cours des 6 premiers cycles. Cette augmentation a été notamment plus rapide pour les échantillons soumis à une absorption d'eau par capillarité. Au-delà du 6^e cycle, les valeurs de teneurs en eau restent constantes entre 27 et 30% sauf pour l'échantillon PROC-US-WA-Ref qui a continué d'absorber de l'eau jusqu'à la fin de l'essai. Contrairement, les échantillons non stabilisés soumis au gel-dégel ont pu atteindre des teneurs en eau proches de 35% avant leur effondrement. On peut alors dire que l'effondrement au gel-dégel des échantillons de terre crue intervient dès lors que l'humidification du matériau atteint un niveau critique. Ce constat montre que l'accumulation d'eau absorbée due au gel-dégel est un facteur majeur de l'effondrement de la terre crue au gel-dégel.

Pour la formulation terre + ciment, les échantillons de référence présentent des teneurs en eau constantes (moins de 20%) durant l'essai avec ou sans le dispositif d'absorption d'eau. Cela montre la contribution de la stabilisation au ciment à la résistance à l'absorption d'eau du matériau terre. Il est fort intéressant de remarquer une augmentation de teneur en eau plus marquée au gel-dégel avec des valeurs maximales proches de 25 à 26%. Ce résultat montre que les cycles de gel-dégel en conditions humides induisent aussi une forte augmentation de la teneur en eau dans un matériau terre stabilisée.

Néanmoins, l'effondrement au gel-dégel n'est pas systématique pour la terre stabilisée.

Les tendances sur les teneurs en eau montrent aussi des différences suivant la technique de compactage des échantillons. On peut remarquer que les échantillons PRESS présentent des tendances plus homogènes que les échantillons PROC. Toutefois, la valeur maximale de teneur en eau atteinte par les échantillons compactés statiquement est peu influencée par la méthode d'humidification. En effet, les échantillons de référence PRESS-US-MR-Ref et PRESS-US-WA-Ref d'une part et les échantillons sous gel-dégel PRESS-US-MR-FT et PRESS-US-WA-FT d'autre part ont presque les mêmes points de convergence en teneur en eau. Aussi, les échantillons stabilisés PRESS-CEM-MR-Ref et PRESS-CEM-WA-Ref (idem PRESS-CEM-MR-FT et PRESS-CEM-WA-FT) présentent une évolution similaire en teneur en eau. Cependant, les résultats sont plus dispersés pour les échantillons PROC.

Dans le cas des échantillons en terre crue, le processus d'absorption d'eau par capillarité accélère significativement l'augmentation de la teneur en eau lors des premiers cycles (avec et sans gel-dégel). Cependant, cette tendance n'a pas été observée pour les échantillons stabilisés possiblement à cause de leurs faibles coefficients d'absorption d'eau (A-value) comparés à ceux des échantillons non stabilisés (tableau 4.1). Étant donné que la quantité d'eau absorbée dans les échantillons stabilisés reste très limitée, l'influence de la méthode d'humidification pourrait ne pas être significative sur l'endommagement au gel-dégel. Enfin, on constate que les teneurs en eau maximales obtenues pour les échantillons testés sont largement supérieures aux valeurs théoriques (ω_{max}^{th}) et à celles obtenues après l'essai d'absorption d'eau en continu (ω_{max}^{WA}) qui sont présentées dans le tableau 4.1. Une des raisons de cette différence peut être la déformation volumique des échantillons sous cycles qui pourrait augmenter la porosité et par conséquent la capacité d'absorption d'eau.

4.3.3 Estimation de la déformation et de la saturation liquide

Pour analyser ce dernier point, la mesure directe de la hauteur et du diamètre a été effectuée après chaque cycle, ce qui a permis d'estimer le volume moyen de l'échantillon. La variation relative après N cycles peut donc être évaluée en calculant la déformation volumique apparente ϵ^N

$$\epsilon^N = \frac{V^N}{V^0} - 1 \quad (4.5)$$

où V^0 et V^N correspondent respectivement au volume initial et au volume au N^e cycle.

L'évolution de la déformation volumique avec le nombre de cycles est représentée sur

la figure 4.10.

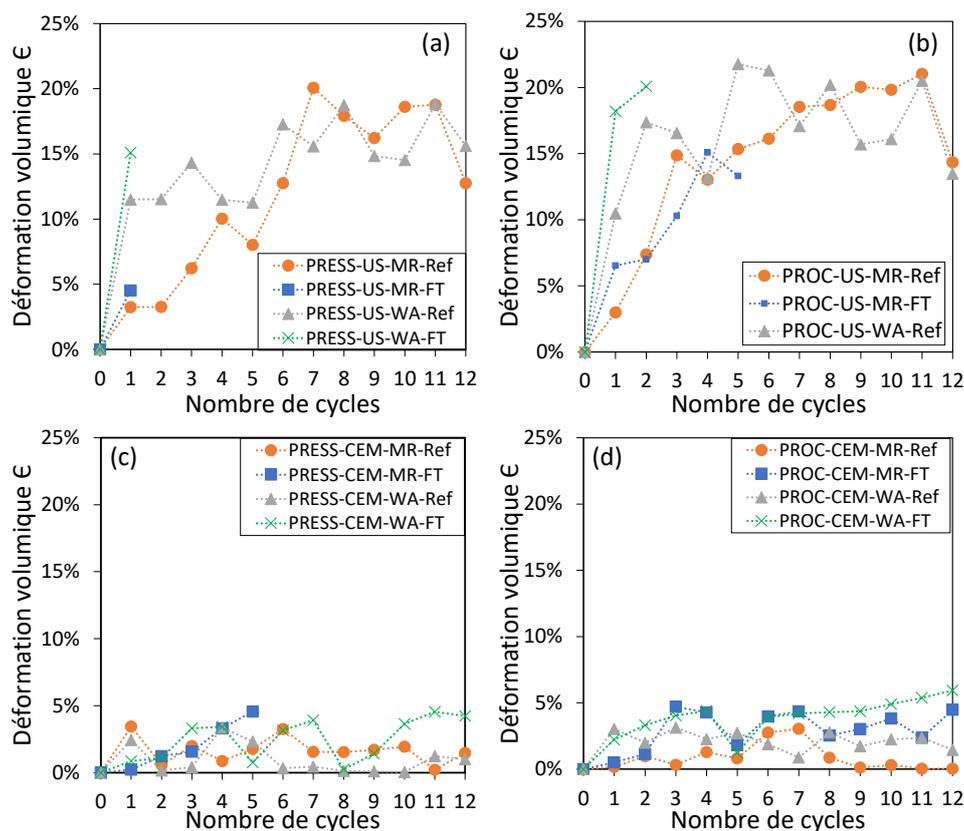


FIGURE 4.10 – Évolution de la déformations volumiques des échantillons (a) PRESS-US, (b) PROC-US, (c) PRESS-CEM et (d) PROC-CEM au cours des cycles.

Comme la masse humide des échantillons, la déformation volumique est une combinaison de deux phénomènes opposés : d’une part, un gonflement global du matériau dû à l’absorption d’eau et au gel-dégel cyclique et, d’autre part, une réduction globale du volume due à l’écaillage. Les résultats montrent une hausse des déformations avec des fluctuations pouvant être dues à la fois aux erreurs de mesure des dimensions via le pied à coulisse et à l’état d’affaiblissement des échantillons non stabilisés lorsqu’ils deviennent saturés. L’hétérogénéité de l’écaillage sur la surface des échantillons a aussi induit d’importantes différences dans les valeurs de diamètres mesurées aux trois points fixés.

Néanmoins, certaines tendances générales sont observables. Pour les échantillons en terre crue (figure 4.10.a et b), la déformation volumique est caractérisée par une forte expansion proche de 20%. Au contraire, la terre stabilisée (figure 4.10.c et d) a montré un gonflement très limité qui ne dépasse pas 5%. Cette réduction du gonflement avec l’ajout de ciment est cohérente avec les résultats des études sur le traitement des sols gonflants [211]. On remarque que les échantillons compactés au Proctor ont tendance à présenter un gonflement légèrement plus important que celui des échantillons compactés

à la presse quelles que soient la formulation et la configuration d'essais. Cependant, il est difficile d'analyser l'impact des cycles de gel-dégel sur les échantillons non stabilisés au regard de la déformation volumique puisqu'ils se sont effondrés assez rapidement. On peut, néanmoins, souligner que le gonflement était plus important lors des premiers cycles de gel-dégel avec l'application d'absorption d'eau par capillarité. Pour la terre stabilisée au ciment, les cycles répétés de gel-dégel induisent aussi une légère augmentation volumique des échantillons.

Pour une meilleure compréhension de l'impact du gel-dégel sur la rétention d'eau qui résulte à la fois de la variation de teneur en eau et de la déformation volumique, il est possible d'estimer l'évolution du degré de saturation liquide S_L^N avec le nombre de cycle N avec la relation suivante :

$$S_L^N = \frac{\omega^N}{\rho_L \left(\frac{1}{\rho_d^N} - \frac{1}{\rho_s} \right)} \quad (4.6)$$

ω^N est la teneur en eau après N cycles, et ρ_s la densité du squelette solide du matériau. Dans ce calcul, en l'absence de mesure pour la terre stabilisée, on considère la valeur de $\rho_s = 2.71 \text{ g.cm}^{-3}$ obtenue pour la terre crue STA (voir tableau 3.2). La variation de la densité sèche ρ_d^N avec le nombre de cycles N peut être déterminée comme :

$$\rho_d^N = \frac{m_d^N}{V^0(1 + \epsilon^N)} \quad (4.7)$$

La variation du degré de saturation avec le nombre de cycles est représentée sur la figure 4.11.

Pour tous les échantillons, la saturation liquide était initialement supérieure à 80%. On peut souligner le cas spécifique des échantillons PROC-CEM dont la saturation liquide a dépassé 90% en raison d'une importante absorption d'eau pendant les sept jours de cure. Pour la terre crue, la saturation liquide augmente globalement pour atteindre des valeurs comprises entre 90 et 100% lors de l'essai. Pour les échantillons de référence non stabilisés, la saturation en liquide a parfois dépassé 100%, ce qui peut s'expliquer par des erreurs de mesures notamment sur les variations de volume. Pour les échantillons de référence stabilisés, la saturation en liquide ne présente pas d'augmentation significative au cours de l'essai. Cependant, les échantillons soumis au gel-dégel présentent une réduction du degré de saturation bien marquée entre le 7^e et le 9^e cycle de gel-dégel. Cette réduction est essentiellement induite par la perte de masse par écaillage qui a été très importante au cours de ces cycles.

Bien que l'estimation de la saturation liquide présente des incertitudes significatives, elle permet de dégager un certain nombre d'hypothèses sur les processus physiques ayant

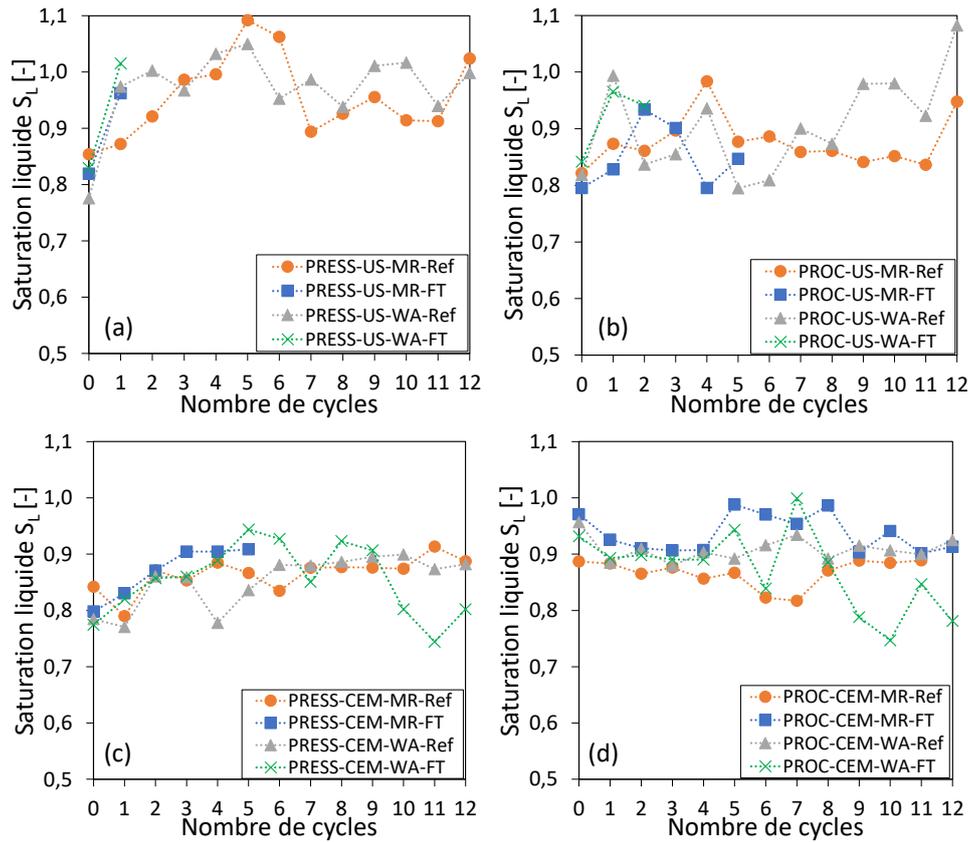


FIGURE 4.11 – Évolution du degré de saturation liquide des échantillons (a) PRESS-US, (b) PROC-US, (c) PRESS-CEM et (d) PROC-CEM au cours des cycles.

conduit à une absorption d'eau plus importante avec les cycles de gel-dégel. En effet, l'augmentation de la teneur en eau d'un échantillon au gel-dégel ne résulte pas seulement d'une infiltration d'eau dans l'espace poreux jusqu'à la saturation complète. Un lien clair entre le gonflement des matériaux et l'augmentation de la teneur en eau est mis en évidence au regard du degré de saturation qui reste constamment proche de 1. Deux processus physiques principaux peuvent justifier l'évolution couplée de la teneur en eau et de la déformation volumique des échantillons. D'une part, la formation de glace s'accompagne d'une expansion volumique de 9%. Ainsi dans un milieu poreux quasi saturé, cette expansion génère des déformations (cryo-déformation) et des fissures à l'origine de la création d'espace poreux supplémentaire dans le matériau. Ces pores supplémentaires peuvent alors être remplis par l'eau absorbée lors de la phase de dégel. D'autre part, au début du dégel, l'échantillon partiellement gelé est en contact avec de l'eau disponible par condensation capillaire et par absorption d'eau si possible. Dans ce cas, l'infiltration de l'eau dans le matériau poreux est principalement gouvernée par le processus de cryosuction, dû au gradient de potentiel chimique entre l'eau au voisinage des cristaux de glace et l'eau libre loin du front de dégel.

Le premier phénomène (augmentation du volume par déformations et fissurations) justifie l'augmentation de la teneur en eau maximale pour les échantillons au gel-dégel. Le second phénomène associé à la cryosuccion est responsable de l'absorption d'eau accéléré pour les échantillons soumis à des cycles de gel-dégel. Ces deux phénomènes sont prépondérants pour la terre crue, ce qui explique leur effondrement précoce. Cependant, la stabilisation au ciment semble limiter les phénomènes de déformation et de cryosuccion, ce qui améliore significativement la résistance au gel-dégel du matériau. Néanmoins, la perte de masse par écaillage reste toutefois très significative même avec le traitement au ciment.

4.4 Conclusion

Cette étude expérimentale fournit une première évaluation de la résistance au gel-dégel du matériau terre dans les situations d'humidifications préjudiciables comme le jeune âge ou le cas pathologique dû aux remontées d'eau capillaire. Différentes configurations (formulation, méthode de compactage, processus d'humidification et expositions au gel-dégel) ont été analysées afin de formuler un certain nombre d'hypothèses sur les processus physiques conduisant l'endommagement au gel-dégel, dans des conditions de forte saturation initiale des échantillons. Les cycles de gel-dégel induisent une augmentation accrue de la teneur en eau et de la perte de masse par écaillage sur les échantillons avec et sans ciment. La stabilisation au ciment permet toutefois de limiter ces dégradations au gel-dégel. Pour la terre crue, les remontées capillaires accélèrent l'accumulation d'eau dans le matériau conduisant à un effondrement prématuré lors du dégel. Cette étude expérimentale montre principalement que l'augmentation accrue de la teneur en eau au gel-dégel sous conditions d'humidification pathologiques est associée au couplage de deux processus physiques : la cryo-déformation et la cryosuccion qui accentuent et précipitent l'endommagement au gel-dégel de la terre compactée.

Ces résultats expérimentaux sont également cohérents avec les observations in-situ indiquant un endommagement des structures en terre crue dû principalement à une forte humidification (pathologique) à la suite de la période hivernale. Étant donné que des études expérimentales n'ont montré aucun endommagement au gel-dégel dans les conditions de service normales, l'identification des conditions nécessaires à la solidification de l'eau interstitielle dans la terre crue fera l'objet d'une étude approfondie dans le chapitre suivant.

Chapitre 5

Détermination des courbes de gel-dégel des matériaux terre non saturés

Contents

5.1	Les principales méthodes de mesure des courbes de gel-dégel	86
5.2	Définition des conditions hydriques initiales	89
5.3	Mise en place de la méthode diélectrique	91
5.3.1	Fabrication et préparation des briques de terre	91
5.3.2	Dispositif d'acquisition et protocole de gel-dégel	92
5.4	Calcul de la saturation liquide par la mesure de la constante diélectrique	93
5.4.1	Présentation des différents modèles de calcul	93
5.4.2	Détermination de la constante diélectrique de chaque constituant	94
5.4.3	Choix de la méthode de calcul de la saturation liquide	96
5.5	Résultats des courbes de gel-dégel	98
5.5.1	Impact de la saturation initiale sur le profil de température	98
5.5.2	Courbes de gel-dégel obtenues par la méthode TDR	99
5.5.3	Comparaison des méthodes TDR et LTC	101
5.6	Analyse du rôle de la saturation liquide initiale et de la microstructure sur le processus de gel-dégel	106
5.6.1	Identification des conditions de gel-dégel en milieu poreux non saturé	106
5.6.2	Estimation de la courbe de dégel par la thermoporométrie	109
5.7	Conclusion	114

Le chapitre précédent montre que l'endommagement au gel-dégel de la terre crue compactée dépend principalement de l'humidification du matériau. Ainsi, ce chapitre a pour objectif de déterminer les conditions hydriques nécessaires à la formation de glace dans un matériau terre non saturé. Pour cela, une méthode expérimentale sera mise en place pour évaluer la variation de la quantité de glace et d'eau liquide restante dans le matériau suivant sa température. La connaissance de cette relation appelée courbe de gel-dégel sera l'élément clé dans cette thèse pour identifier les conditions de gel-dégel, les processus physiques associés au changement de phase de l'eau dans la microstructure et finalement comprendre la modification du comportement mécanique du matériau sous gel-dégel.

5.1 Les principales méthodes de mesure des courbes de gel-dégel

Dans les études du gel-dégel des matériaux poreux, plusieurs méthodes expérimentales sont proposées pour déterminer l'évolution de la quantité de glace ou d'eau non gelée avec la température du milieu. Les méthodes les plus utilisées sont la calorimétrie à basses températures, la résonance magnétique nucléaire, la thermoporométrie et la méthode diélectrique. Il existe aussi d'autres méthodes de mesure de la courbe de gel-dégel qui ne seront pas détaillées dans ce chapitre comme la mesure de la vitesse de propagation d'ondes (méthode ultrasonique) [73, 109, 316] ou de la déformation mécanique (méthode dilatométrique) [161]. Une description générale de ces différentes méthodes est disponible dans [28].

La calorimétrie à basses températures

La calorimétrie à basses températures de l'anglais "low temperature calorimetry (LTC)" est la méthode directe la plus utilisée pour quantifier la formation de glace en fonction de la température d'un matériau poreux. Le principe de cette méthode est d'imposer une variation de température et de mesurer la différence de flux thermiques entre un échantillon et une référence, chacun placé dans une cellule du calorimètre [36, 38, 192, 339]. En effet, lors de l'évolution de la température, le calorimètre régule la puissance thermique dans chaque cellule afin de maintenir une température identique entre l'échantillon étudié et l'échantillon de référence. Cette régulation de puissance pour les deux cellules est nécessaire en raison de deux phénomènes physiques distincts. D'une part, il y a une différence de capacité thermique (quantité d'énergie nécessaire pour la variation de température) entre l'échantillon et la référence. D'autre part, une différence de puissance

thermique peut être due à la chaleur latente associée au changement de phase de l'eau (comme le gel-dégel) dans l'échantillon. En effet, la formation de glace est un phénomène exothermique et la fusion de la glace est de nature endothermique. A titre d'exemple, la figure 5.1.(a) présente le thermogramme d'une pâte cimentaire exposée au gel-dégel [338]. Ainsi, connaissant l'enthalpie spécifique associée au changement de phase liquide-glace de l'eau (notée Δh_{fus}), il est possible de déterminer la masse de glace dans le matériau (notée m_C) via l'intégration de la puissance thermique nécessaire pour compenser les effets latents. Une description détaillée de ce calcul sera présentée en section 5.5.3.

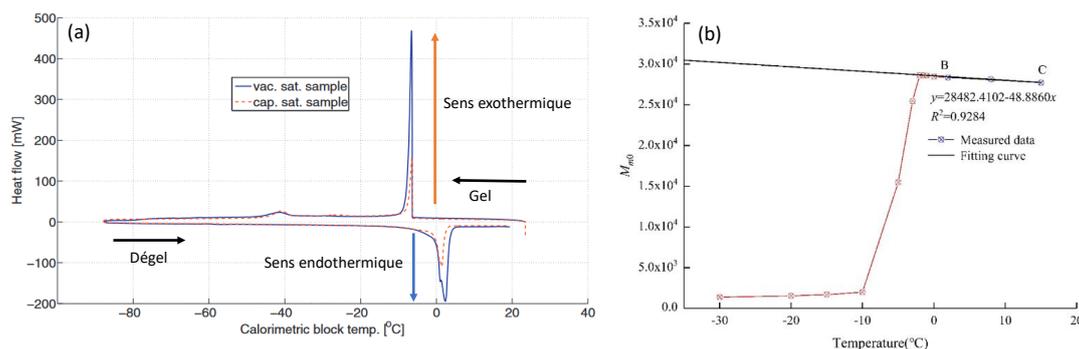


FIGURE 5.1 – Exemples de mesures en fonction de la température du flux de chaleur par LTC (a) et de l'intensité de l'aimantation par RMN (b). adaptés de [338, 71].

La résonance magnétique nucléaire

La résonance magnétique nucléaire (RMN) est une technique expérimentale qui exploite les propriétés magnétiques des atomes d'hydrogène contenus dans les molécules d'eau (H_2O) afin d'identifier la localisation et la quantité d'eau liquide présente dans la microstructure d'un matériau poreux. En effet, un atome d'hydrogène comporte un spin nucléaire non nul sur son proton qui lui confère un moment dipolaire magnétique. Ainsi, le noyau de l'atome est capable d'absorber de l'énergie sous l'effet d'un champ magnétique provoquant ainsi une aimantation (i.e. une orientation du spin dans une direction instable). Lorsque le champ magnétique disparaît, les spins nucléaires émettent l'énergie absorbée pour revenir à leurs orientations d'équilibre par le biais d'une série de processus de relaxation. La résonance magnétique nucléaire RMN consiste à appliquer des impulsions magnétiques sur un échantillon pour mesurer la tension et le temps de relaxation du signal magnétique émis par les molécules d'eau. Par exemple, la figure 5.1.(b) montre que l'intensité de l'aimantation fournit des informations pratiques sur la quantité d'eau liquide (eau non gelée) suivant la température du matériau [153, 168, 262, 315]. D'autres études expérimentales ont aussi montré l'applicabilité de cette technique sur des sols argileux afin de déterminer leur courbe de gel-dégel ainsi que la localisation de l'eau interstitielle

dans leur microstructure [71, 307, 313, 334].

La thermoporométrie

La thermoporométrie est une méthode indirecte de détermination de la quantité de glace à partir de la microstructure d'un matériau poreux. Le calcul de la quantité de glace repose sur la dépendance de la température de changement de phase liquide-glace avec la taille de pore dans lequel l'eau se trouve [54]. En effet, pour une température négative donnée, l'équation de Gibbs-Thomson (eq.2.19) permet de déterminer la plus petite taille de pores saturés en eau dans lesquels la formation de glace est thermodynamiquement possible. De ce fait, la connaissance du volume des pores permet d'évaluer la saturation en glace du matériau suivant sa température. Le principe de la thermoporométrie est largement exploité dans plusieurs études pour déterminer, dans le sens inverse, les courbes microstructurales des matériaux poreux saturés à partir d'une mesure de la courbe de gel-dégel par la méthode calorimétrique [55, 197, 301] ou la méthode de résonance magnétique [226, 228]. Cependant, ces trois méthodes expérimentales (LTC, RMN et thermoporométrie) ne peuvent être appliquées que sur de petits fragments d'échantillons de taille millimétrique ou centimétrique (n'excédant pas en masse quelques centaines de milligrammes). Par conséquent, elles ne sont pas adaptées à l'étude de matériaux hétérogènes comme la terre compactée. Pour palier ce problème, d'autres méthodes sont souvent proposées pour déterminer la courbe de gel-dégel sur des échantillons de taille plus importante comme la méthode diélectrique.

La méthode diélectrique

L'eau liquide présente une constante diélectrique appelée aussi permittivité relative (notée ϵ_L) de l'ordre de 80, qui est largement supérieure à celles des autres constituants d'un matériau poreux (matrice solide, glace, air) qui présentent des valeurs de constante diélectrique inférieures à 5. Ainsi, toute variation de la quantité d'eau liquide dans un matériau (par exemple lors du gel-dégel) peut induire une modification significative de sa constante diélectrique globale. La méthode diélectrique consiste alors à mesurer l'évolution de la permittivité relative d'un échantillon pour en déduire la teneur en eau liquide à différentes températures [49]. Dans la littérature, la méthode TDR ("Time Domain Reflectometry") est la plus utilisée pour caractériser la courbe de gel-dégel des sols compactés [185, 314, 335]. Il existe aussi une autre méthode diélectrique basée sur la mesure de la capacité électrique [110, 116].

Précisément, le principe de la méthode TDR est de mesurer la durée de propagation (aller-retour) τ [s] d'une onde électromagnétique entre deux tiges métalliques de longueur

L [m]. La relation entre la durée de propagation τ [s] et la constante diélectrique ε_r [-] du milieu est donnée par la relation ci-dessous (voir démonstration dans [64]) :

$$\varepsilon_r = \left(\frac{c_0\tau}{2L}\right)^2 - \left(\frac{\sigma}{\Omega\varepsilon_0}\right)^2 \left(\frac{L}{c_0\tau}\right)^2 \quad (5.1)$$

où $c_0 = 2.99 \times 10^8 \text{ m.s}^{-1}$ est la vitesse de la lumière dans le vide et la permittivité du vide est représentée par $\varepsilon_0 = 8.84 \times 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$. σ [S.m^{-1}] est la conductivité électrique du matériau et Ω [s^{-1}] la fréquence angulaire de l'onde électromagnétique.

Dans la plupart des cas, le second terme de l'eq.(5.1) est négligeable et donc, un lien direct existe entre la constante diélectrique et la durée de propagation ($\varepsilon_r \approx (c_0\tau/2L)^2$). Cependant, Chabriac et al. [64] ont souligné que l'influence de la conductivité électrique ne peut être négligée pour un matériau terre à l'état humide en raison de la présence d'argile et de sa forte teneur en eau. Par conséquent, afin de déterminer la constante diélectrique du matériau, il sera nécessaire d'utiliser une sonde permettant la mesure simultanée de τ , σ et T . Cela est permis avec la sonde TDR CS655 qui est retenue dans cette étude.

5.2 Définition des conditions hydriques initiales

Dans cette campagne expérimentale, l'étude du comportement au gel-dégel du matériau terre sera réalisée sur une large gamme de conditions hydriques représentant des situations normales de service et des situations d'humidification pathologiques (illustrées sur la figure 5.2.a) que peut subir une structure en terre au cours de son exploitation.

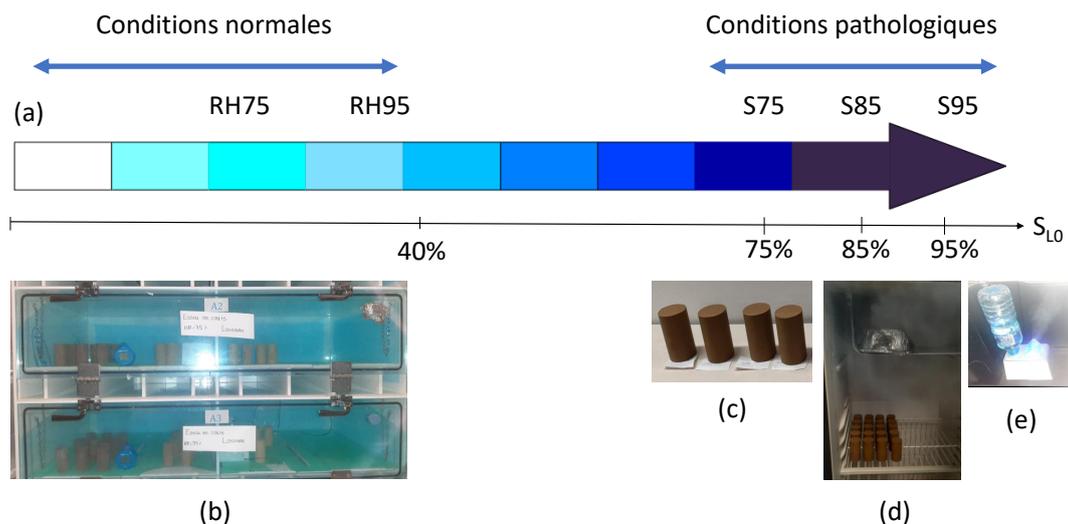


FIGURE 5.2 – Illustration des différentes conditions hydriques et des méthodes de préparation des échantillons.

Pour les conditions de service normales, deux valeurs d'humidité relative (RH) ont été choisies : $RH = 75\%$ et $RH = 95\%$ qui seront désignées respectivement par les notations RH75 et RH95. Ces deux états hygroscopiques sont représentatifs des conditions hydriques en saison hivernale dans la région Auvergne-Rhône-Alpes. En plus, le choix de ces deux valeurs est aussi intéressant pour étudier différents domaines hydriques du matériau terre. En effet, les courbes de sorption de vapeur d'eau présentées sur la figure 3.7.(a) montrent que RH75 représente une condition d'eau hygroscopique alors que RH95 se situe dans le domaine de l'eau capillaire. Il convient de souligner que ces valeurs d'humidité relative conduisent à des saturations liquides initiales (S_{L0}) qui ne dépassent pas 40% pour les trois matériaux. Pour la préparation en conditions d'humidification normales, les échantillons compactés sont placés dans des boîtes hermétiques installées dans une salle régulée à une température de $T = 20 \pm 1$ °C (figure 5.2.b). Chaque boîte est maintenue à l'humidité relative choisie grâce à une solution saline : une solution de chlorure de sodium (NaCl) pour une cure à RH75 et une solution de nitrate de potassium (KNO_3) pour RH95 ont été utilisées dans cette étude. Des humidités relatives de $75 \pm 1\%$ et de $96 \pm 2\%$ sont mesurées respectivement dans les boîtes RH75 et RH95 lors des période de cure. Les échantillons sont conservés dans les boîtes jusqu'à atteindre une masse constante. La préparation des solutions est réalisée suivant la norme NF EN ISO 12571 [2].

Pour l'étude des conditions d'humidification pathologiques, trois valeurs de saturation liquide initiale sont sélectionnées : $S_{L0} = 75\%$, $S_{L0} = 85\%$ et $S_{L0} = 95\%$ qui seront désignées respectivement par les notations S75, S85 et S95. Ces états hydriques proches de la saturation complète sont représentatifs du jeune âge d'une construction en terre. En effet, le tableau 3.2 indique des degrés de saturation liquide à la fabrication de l'ordre de 85% pour les trois matériaux terre étudiés. Ces fortes saturations dans un mur peuvent aussi être signes d'une situation hydrique pathologique due à une absorption anormale d'eau par remontées capillaires. Dans cette étude, le conditionnement d'un échantillon à une saturation liquide définie est effectué via le contrôle de sa masse totale. Pour cela, l'échantillon est soit exposé à un séchage par évaporation naturelle dans une salle ambiante (figure 5.2.c) soit placé dans une boîte hermétique dans laquelle une diffusion de vapeur d'eau en continu permet son humidification (figures 5.2.d et e). L'intérêt de ces méthodes de cure est de favoriser un processus de séchage et d'humidification assez lent (sur plusieurs jours) afin d'éviter tout endommagement de l'échantillon et garantir une très bonne homogénéité hydrique dans l'échantillon. Ainsi, en supposant l'absence de toute dégradation de l'échantillon lors du conditionnement hydrique, la masse totale m_t que l'échantillon doit atteindre pour une saturation liquide donnée S_{L0} peut être connue via la relation suivante :

$$m_t = m_s(1 + S_{L0} \cdot \omega_{sat}) \quad (5.2)$$

où ω_{sat} représente la teneur en eau à saturation complète de l'échantillon. La masse sèche m_s de l'échantillon peut être estimée comme suit :

$$m_s = \frac{m_{opm}}{1 + \omega_{opm}} \quad (5.3)$$

m_{opm} et ω_{opm} représentent respectivement la masse mesurée et la teneur en eau de l'échantillon à sa fabrication à l'optimum Proctor modifié (OPM).

5.3 Mise en place de la méthode diélectrique

5.3.1 Fabrication et préparation des briques de terre

La détermination expérimentale des courbes de gel-dégel est réalisée sur deux terres différentes DAG et STA. Chaque matériau est humidifié puis compacté à ses caractéristiques d'optimum Proctor modifié pour la fabrication de briques de terre présentant les dimensions de 170 x 140 x 100 mm³. Une telle géométrie a été choisie pour pouvoir introduire complètement, dans l'échantillon, les deux tiges de la sonde TDR de 120 mm de longueur et de 32 mm d'espacement. Pour ce faire, un moule et un piston en acier sont dimensionnés sur mesure (voir figure 5.3.a).

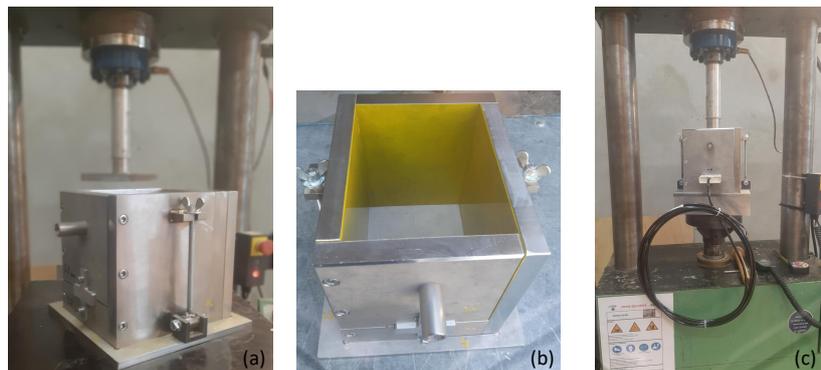


FIGURE 5.3 – Illustration du moule (a), du plastique adhésif (b) et de la presse pour le compactage des briques de terre.

Les parois intérieures du moule et la surface de contact du piston sont recouvertes d'un plastique adhésif permettant de limiter l'abrasion et l'endommagement de la brique de terre lors du démoulage (figure 5.3.b). Une ouverture latérale équipée d'une pièce démontable est réservée pour l'introduction de la sonde TDR dans le bloc lors de la

fabrication. Le compactage est ainsi effectué statiquement en deux couches grâce à une presse mécanique pilotée avec une vitesse de déplacement de 1.25 mm/min (figure 5.3.c).

La procédure de compactage est présentée sur la figure 5.4. La quantité de terre suffisante pour la première couche est initialement placée dans le moule (figure 5.4.a) pour y subir un compactage statique jusqu'à atteindre une hauteur de 47 mm (figure 5.4.b). Ensuite, la sonde TDR est insérée dans le moule (figure 5.4.c) via la petite ouverture latérale permettant de poser les tiges de la sonde TDR sur la première couche. Le capteur est recouvert de la quantité de terre nécessaire pour le compactage de la seconde couche d'une épaisseur de 53 mm (figure 5.4.d). A la fin du compactage (figure 5.4.e), les parois du moule sont finalement retirés afin de récupérer la brique de terre compactée (figure 5.4.f).

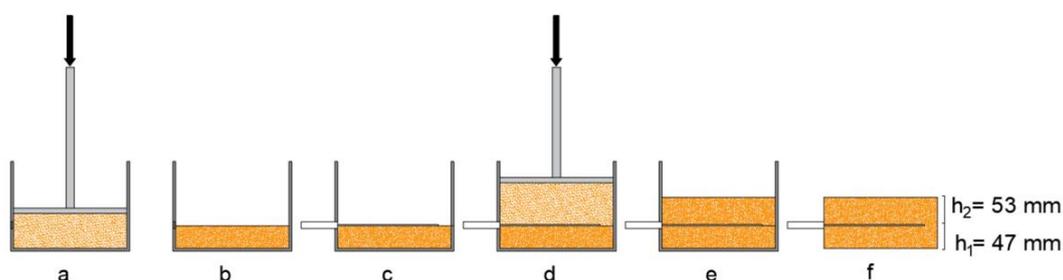


FIGURE 5.4 – Procédure de compactage des de terre en deux couches avec insertion de sonde TDR (à l'étape c).

Pour cette étude, six échantillons de chaque terre sont fabriqués. Cinq échantillons sont chacun conditionnés à un état hydrique suivant la méthode décrite dans la section 5.2 pour obtenir des échantillons qui seront nommés X-RH75, X-RH95, X-S75, X-S85 et X-S95 où la désignation X correspond au matériau utilisé (DAG ou STA). Ces cinq échantillons seront utilisés pour caractériser les courbes de gel-dégel à différentes saturations liquides initiales. Le sixième échantillon est initialement conditionné à une saturation liquide initiale $S_{L0} = 50\%$ puis séché totalement jusqu'à masse constante ($S_{L0} = 0\%$). Ce sixième échantillon sera utilisé uniquement pour la calibration du dispositif de mesure de la constante diélectrique dont la procédure sera détaillée plus tard. Après le conditionnement hydrique, chaque brique de terre est recouverte d'un film plastique hermétique pour éviter toute variation hydrique lors de l'essai. Les échantillons ainsi recouverts sont conservés pendant au moins une semaine pour assurer une homogénéisation hydrique dans l'ensemble de l'échantillon avant la réalisation des essais.

5.3.2 Dispositif d'acquisition et protocole de gel-dégel

Dans cette campagne d'essais, les briques de terre sont placées dans une enceinte climatique pour la régulation de la température. Une sonde TDR Campbell Scientist

CS655 et un thermocouple de type K sont insérés au sein de chaque échantillon pour mesurer respectivement la constante diélectrique et la température interne. Une sonde CS215 est aussi placée dans l'enceinte climatique pour y mesurer l'humidité relative et la température. Ces capteurs sont tous connectés à une centrale d'acquisition de données CR1000 qui récupère les valeurs de mesure par intervalle de 10 secondes. Une illustration schématique du dispositif expérimental mis en place est donnée sur la figure 5.5.

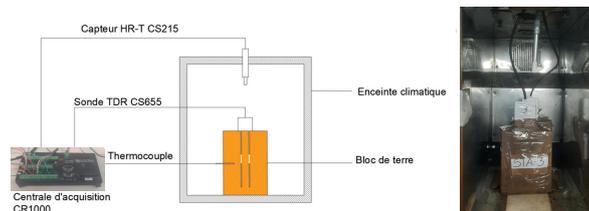


FIGURE 5.5 – Dispositif expérimental pour la mesure de courbe de gel-dégel par TDR.

Dans cette étude expérimentale, le cycle de gel-dégel consiste à effectuer une variation de la température de l'enceinte climatique entre $+10\text{ °C}$ et -20 °C . La température minimale de -20 °C a été choisie au regard des normes et des protocoles d'essais de gel-dégel sur les géomatériaux présentés dans la section 2.3. La vitesse de refroidissement et de réchauffement est de $1\text{ °C}\cdot\text{h}^{-1}$. Le choix de cette faible vitesse était nécessaire pour limiter le gradient thermique à l'intérieur de l'échantillon. Lors du refroidissement, un palier de 5 h à une température de 0 °C est aussi imposé pour minimiser davantage le gradient thermique avant l'abaissement de température vers les valeurs négatives. Après le cycle de gel-dégel, chaque échantillon est séché dans une étuve régulée à $105\pm 5\text{ °C}$ afin de vérifier son degré de saturation liquide initiale.

5.4 Calcul de la saturation liquide par la mesure de la constante diélectrique

5.4.1 Présentation des différents modèles de calcul

Deux approches différentes ont été retenues pour établir le lien entre la saturation en eau liquide (S_L) et la constante diélectrique (ε_r) du matériau. La première repose sur l'utilisation de la relation corrigée de Topp et al. [317]. Cette relation empirique, qui prend en compte la dépendance de la constante diélectrique du milieu avec la température, est couramment utilisée en géotechnique pour contrôler sur site la teneur en eau d'un sol sur une large plage de saturation liquide. C'est cette relation qui est, par défaut, utilisée par le logiciel d'acquisition des données de la sonde CS655. Cependant, son applicabilité aux sols fortement compactés comme la terre crue reste encore à être démontrée. La

seconde approche que nous avons étudiée est l'utilisation de lois de mélanges permettant de relier la constante diélectrique globale du matériau à celles de ses constituants via leurs proportions volumiques respectives. Pour ce faire, sur la base d'une étude bibliographique, nous avons opté pour l'utilisation du modèle de Lichtenecker [345]. Ce modèle, basé sur un schéma auto-cohérent, est largement utilisé pour déterminer les courbes gel-dégel de matériaux poreux saturés [49, 110, 170, 202]. Il peut s'écrire de la manière suivante :

$$\varepsilon_r = \varepsilon_m^{1-\phi} \left(\sum_{i=L,C,G} S_i \varepsilon_i^\phi \right) \quad (5.4)$$

où ε_m est la constante diélectrique de la matrice solide, ϕ la porosité apparente globale. S_i et ε_i sont respectivement le degré de saturation et la constante diélectrique de chaque phase (L pour l'eau liquide, C pour les cristaux de glace et G pour l'air).

Il est alors possible d'utiliser l'équation (5.4) pour calculer la saturation en eau liquide suivant la température du milieu à partir de la connaissance de la constante diélectrique de chaque constituant et de la mesure de la constante diélectrique globale du matériau. Pour cela, il est nécessaire d'utiliser en plus les deux relations suivantes qui traduisent la conservation de la masse en système fermé (pas d'échange de masse d'eau avec l'extérieur) :

$$S_L + S_C + S_G = 1 \quad (5.5)$$

$$S_{L0} = S_L + \frac{\rho_C}{\rho_L} S_C \quad (5.6)$$

L'utilisation du modèle de Lichtenecker nécessite la réalisation de mesures préliminaires visant à déterminer l'évolution des constantes diélectriques de chaque constituant (gaz, eau liquide, glace, matrice solide) en fonction de la température.

5.4.2 Détermination de la constante diélectrique de chaque constituant

Les constantes diélectriques de l'air (ε_G), de l'eau distillée liquide (ε_L) et de la glace (ε_C) sont déterminées grâce à une mesure de chaque constituant placé dans un récipient libre et exposé à différentes paliers de températures. La constante diélectrique de l'eau liquide est déterminée sur la plage de 0 à +20 °C, celle de la glace entre -20 et -5 °C et celle de l'air sur toute la plage de températures testées. Il convient de noter que ces mesures sont réalisées en milieu libre, alors qu'en réalité, les phases étudiées sont confinées au sein du réseau poreux. Il en découle des conditions thermodynamiques différentes

(notamment en raison des pressions thermodynamiques induites par les interactions entre les différentes phases en présence et la matrice solide) pouvant modifier les valeurs des constantes diélectriques. Néanmoins, compte tenu de la difficulté technique à prendre en compte cet effet dû au confinement, il nous semble raisonnable de le négliger dans le cadre de cette première approche. Une autre limitation des mesures réalisées est l'impossibilité d'avoir accès à la constante diélectrique de l'eau liquide dans la gamme des températures négatives. Pour palier ce problème, les valeurs obtenues aux températures positives seront extrapolées aux températures négatives en utilisant les lois d'évolution publiées dans la littérature scientifique.

Les résultats obtenus montrent une valeur constante pour le gaz avec $\varepsilon_G = 1.0$. Pour la glace, une légère diminution de la permittivité relative de la glace avec le refroidissement est observée. Par exemple, nous obtenons des valeurs de ε_C égales à 2,1 pour -5 °C et à 2,0 pour -20 °C . Ainsi, compte-tenu de cette faible modification de la constante diélectrique de la glace dans cette gamme de températures, l'égalité $\varepsilon_C = 2.0$ sera retenue dans cette étude. Pour l'eau liquide, nous observons une augmentation significative de la constante diélectrique avec l'abaissement de la température : de $\varepsilon_L = 70.2$ à 20 °C à $\varepsilon_L = 76.8$ à 0 °C . Bien que les valeurs obtenues soient légèrement inférieures aux résultats trouvés dans la littérature, on retrouve la tendance linéaire communément observée [174, 201, 218]. Dans les études sur l'eau surfondue, la variation de la permittivité relative de l'eau liquide avec les températures négatives présente aussi une tendance linéaire [148, 155, 201]. Ainsi, sur toute la gamme de températures étudiées, il est possible d'exprimer la constante diélectrique de l'eau liquide comme suit :

$$\varepsilon_L(T) = \varepsilon_{L0}(1 - \alpha T) \quad (5.7)$$

Le coefficient α et la valeur de $\varepsilon_{L0} = \varepsilon_L(T = 0\text{ °C})$ qui seront utilisés pour les températures positives correspondent aux valeurs mesurées dans notre étude. Pour les températures négatives, la continuité sera assurée en conservant la même valeur de ε_{L0} mais en choisissant pour la pente α la moyenne des valeurs trouvées dans les études sur l'eau surfondue présentées dans le tableau 5.1. Ainsi, sur la plage entière des températures testées, l'eq.(5.8) sera retenue pour exprimer la dépendance en température de la constante diélectrique de l'eau liquide :

$$\varepsilon_L(T) = \begin{cases} 76.8(1 - 4.3 \times 10^{-3} T) & \text{pour } 0\text{ °C} < T < 10\text{ °C} \\ 76.8(1 - 5.6 \times 10^{-3} T) & \text{pour } -20\text{ °C} < T < 0\text{ °C} \end{cases} \quad (5.8)$$

Afin de mesurer la constante diélectrique de la matrice solide, le sixième échantillon (prévu à cet effet) de chaque terre est totalement séché à l'étuve avant d'être recouvert

TABLE 5.1 – Différentes valeurs de α pour l'eau libre et l'eau surfondue.

État de l'eau liquide	Références	α ($\times 10^{-3}$) [$^{\circ}\text{C}^{-1}$]
Mesuré	Cette étude	-4,3
Eau libre	Handbook [201]	-4,4
	IUPAC [218]	-3.7
	Kaatze [174]	-4.1
Eau surfondue	Handbook [201]	-5.2
	Hasted et al. [148]	-6.3
	Hodge et al. [155]	-5.4

d'un film plastique puis maintenu successivement à des températures de 20, 10, 0, -10 et -20 °C. Cet essai permet d'obtenir la variation de la constante diélectrique du matériau sec sur toute la plage de températures étudiées. La constante diélectrique de la matrice solide $\varepsilon_m(T)$ est alors indirectement obtenue par le biais de la formule de Lichtenecker (eq.5.4) en considérant $S_L = S_C = 0$. Les résultats sont présentés sur la figure 5.6. Ils montrent une décroissance linéaire de la constante diélectrique de la matrice solide durant le refroidissement du bloc de terre. Il est fort intéressant de souligner la similarité des valeurs de constantes diélectriques obtenues pour les deux terres testées.

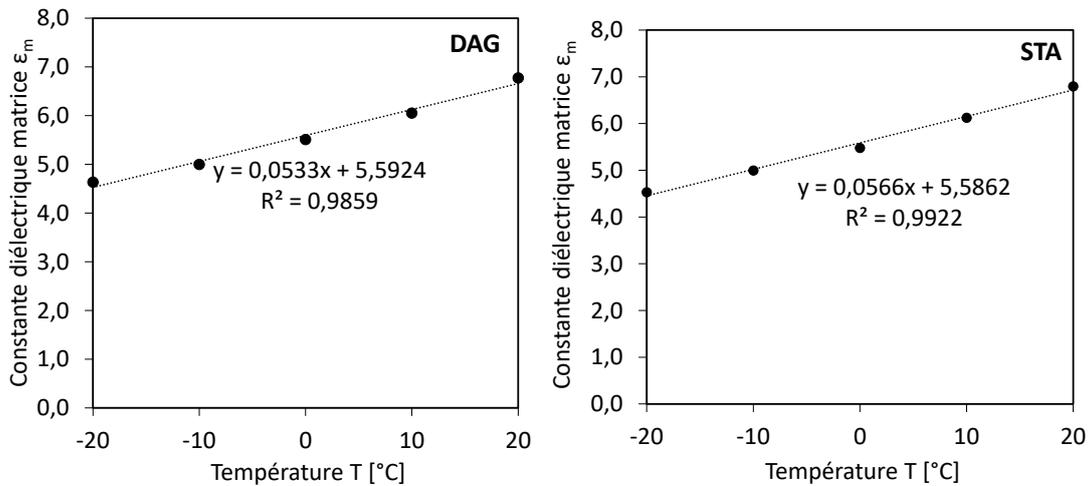


FIGURE 5.6 – Évolution de la constante diélectrique de la matrice solide avec la température pour les deux terres étudiées.

5.4.3 Choix de la méthode de calcul de la saturation liquide

Des essais préliminaires sont réalisés afin de choisir la meilleure approche (i.e. soit la relation empirique de Topp, soit la loi de mélange de Lichtenecker) pour calculer la saturation liquide à partir des mesures diélectriques. Ces essais consistent à mesurer la constante diélectrique des six briques de terre, chacune maintenue à une saturation liquide

ou une humidité relative donnée ($S_{L0} = 0\%$, $RH = 75\%$, $RH = 95\%$, $S_{L0} = 50\%$, $S_{L0} = 75\%$, $S_{L0} = 85\%$ et $S_{L0} = 95\%$). Chaque brique conditionnée est soumise à trois différentes températures (0 °C, 10 °C et 20 °C) pour lesquelles aucun changement de phase ne peut se produire. Les mesures à l'état sec ($S_{L0} = 0\%$) sont quant à elles obtenues avec la brique de terre utilisée pour estimer la constante diélectrique de la matrice solide.

En parallèle, les relations de Topp et de Lichtenecker sont appliquées pour calculer, en fonction de la température fixée, la constante diélectrique de chaque matériau sur toute la gamme de saturations liquides étudiées. Les résultats sont présentés sur la figure 5.7.

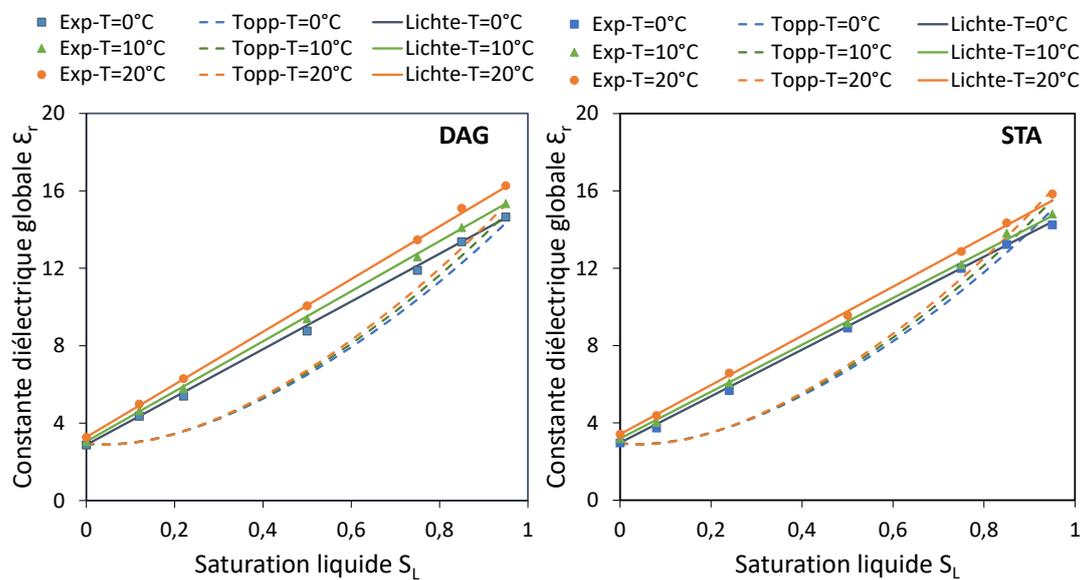


FIGURE 5.7 – Comparaison des constantes diélectriques globales mesurées (en points) et calculées en fonction du degré de saturation du liquide pour les trois températures fixées (0, 10 et 20 °C) avec la relation de Topp (en pointillées) et le modèle de Lichtenecker (en trait plein).

On remarque que, malgré la correction en température, la relation de Topp montre d'importants écarts avec les valeurs de constantes diélectriques mesurées. L'utilisation de la relation de Topp peut alors induire des erreurs significatives dans le calcul de la saturation liquide en fonction de la température. En revanche, le modèle de Lichtenecker présente une très bonne estimation de l'évolution de la constante diélectrique en fonction de la saturation liquide pour les trois différentes températures. Ainsi, malgré les faibles écarts observés pour les très fortes saturations en liquide (S85 et S95), le modèle de Lichtenecker peut être considéré comme la méthode pertinente pour le calcul de la saturation liquide à partir de la mesure diélectrique. Il sera donc retenu pour la suite de l'étude.

5.5 Résultats des courbes de gel-dégel

5.5.1 Impact de la saturation initiale sur le profil de température

Les mesures de la température interne pour chaque condition hydrique étudiée (RH75, RH95, S75, S85 et S95) sont présentées sur la figure 5.8.

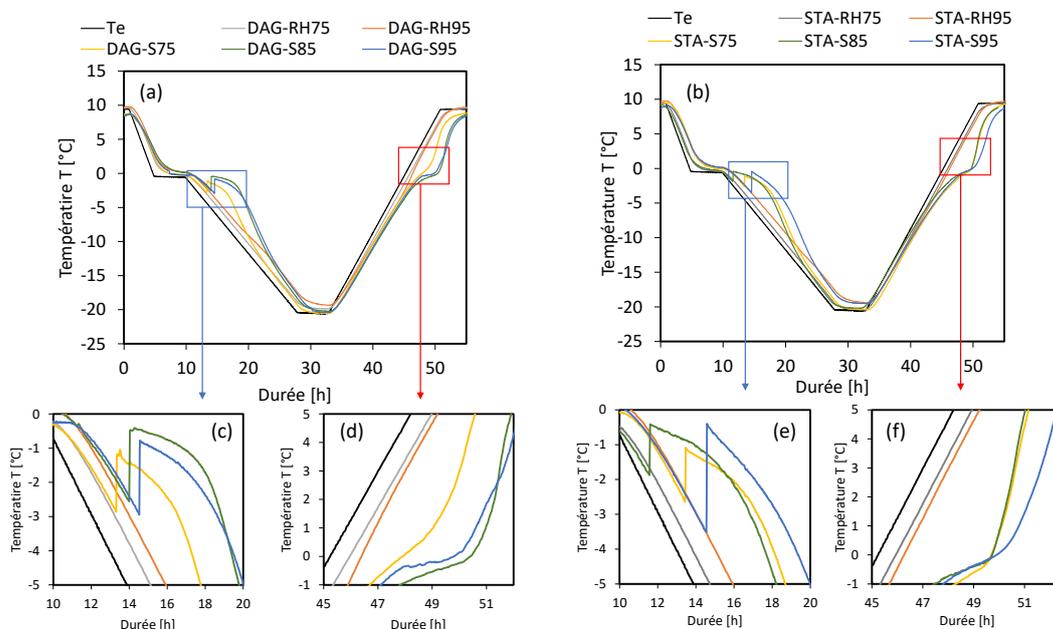


FIGURE 5.8 – Profil de température interne pour chaque condition hydrique utilisée avec les détails aux points de nucléation et de fusion de glace. Les figures (a), (c) et (d) correspondent à la terre DAG et les figures (b), (e) et (f) à la terre STA.

Malgré la faible vitesse de variation de température ($1^\circ\text{C}/\text{h}$), on observe, au cours de l'essai, un écart entre la température pilotée T_e (celle de l'enceinte climatique) et la température au sein de chaque échantillon dû à l'inertie thermique du matériau terre. Le profil de température montre des comportements thermiques différents suivant la saturation liquide initiale. Pour les deux terres DAG et STA, les échantillons RH75 et RH95 ne présentent aucun point d'inflexion significatif sur leurs profils de température. Cependant, pour les briques de terre fortement saturées (S75, S85 et S95), on peut distinguer deux phénomènes significatifs au cours du cycle de gel-dégel.

Lors du refroidissement, un pic de température associé à la nucléation de glace se produit à une température T_{nuc} proche de $-2,5^\circ\text{C}$ pour DAG et de -2 à -4°C pour STA. On remarque aussi que les températures de nucléation de la glace sont presque identiques quelle que soit la saturation liquide initiale pour DAG. Dans le cas de STA, les points de nucléation sont davantage dispersés sans montrer de tendance claire avec la saturation liquide initiale alors que certains auteurs ont souligné une variation de la température de nucléation avec la teneur en eau [194, 205]. La formation des premiers

cristaux de glace s'accompagne d'un dégagement de chaleur dû au caractère exothermique de la solidification de l'eau. Cette production de chaleur se caractérise par une hausse instantanée de la température interne qui atteint la température d'équilibre de gel T_f légèrement supérieure à -1 °C pendant une certaine durée (palier de gel) avant de décroître.

Un second phénomène se produit dès lors que la température atteint 0 °C durant la période de chauffage. Le plateau de dégel à la température $T_m = 0$ °C est associé au caractère endothermique de la fusion de la glace : le matériau doit absorber de l'énergie (sous forme de chaleur) pour assurer la transition de phase glace-liquide. Ces deux phénomènes thermiques ont déjà été observés et discutés dans de nombreuses études sur le gel-dégel des matériaux poreux [19, 70, 109].

5.5.2 Courbes de gel-dégel obtenues par la méthode TDR

Pour chaque terre, les courbes de gel-dégel aux cinq conditions initiales (RH75, RH95, S75, S85 et S95) sont représentées sur la figure 5.9.

Dans les situations de service normales, les briques de terre conditionnées à une humidité relative de 75%RH ne présentent aucune variation de la saturation liquide qui est restée égale à 11% pour DAG-RH75 et à 8% pour STA-RH75 lorsqu'elles sont exposées à un refroidissement jusqu'à -20 °C. Toutefois, les échantillons à une humidité relative de 95%RH montrent une légère diminution du degré de saturation liquide au cours du refroidissement à partir d'une température de -10 °C. Il convient de souligner que la nucléation de glace dans le cas de RH95 se produit à $T_{nuc} = -10$ °C sans pour autant induire un dégagement de chaleur suffisant pour détecter une hausse de la température lors du gel (fig.5.8.c et e). A la fin du gel (pour une température de -20 °C), la saturation liquide est passée de 20% à 13% pour DAG-RH95 (correspondant à une saturation en glace de 8%) et de 22% à 11% pour STA-RH95 (correspondant à une saturation en glace de 12%). Pendant la phase de dégel, la glace formée fond progressivement jusqu'à une température T_m égale à -4 °C pour DAG-RH95 et proche de -2 °C pour STA-RH95.

Dans les conditions d'humidification pathologiques (S75, S85 et S95), les courbes de gel-dégel montrent une importante formation de glace qui se traduit par une diminution de la saturation liquide au cours de l'essai. A la suite du pic de nucléation, la température augmente instantanément jusqu'au point d'équilibre de gel ($T_f \approx -1$ °C) à partir duquel le degré de saturation liquide décroît significativement. Cependant, toute l'eau contenue dans les matériaux ne se solidifie pas à cette température. De ce fait, une diminution de la saturation liquide continue progressivement après le pic de nucléation de la glace jusqu'à la fin du refroidissement à -20 °C. Cette deuxième étape du gel correspond au mécanisme de propagation de la glace qui permet la solidification de l'eau liquide contenue dans les pores de taille inférieure au cours du refroidissement. Une hystérésis est observée entre

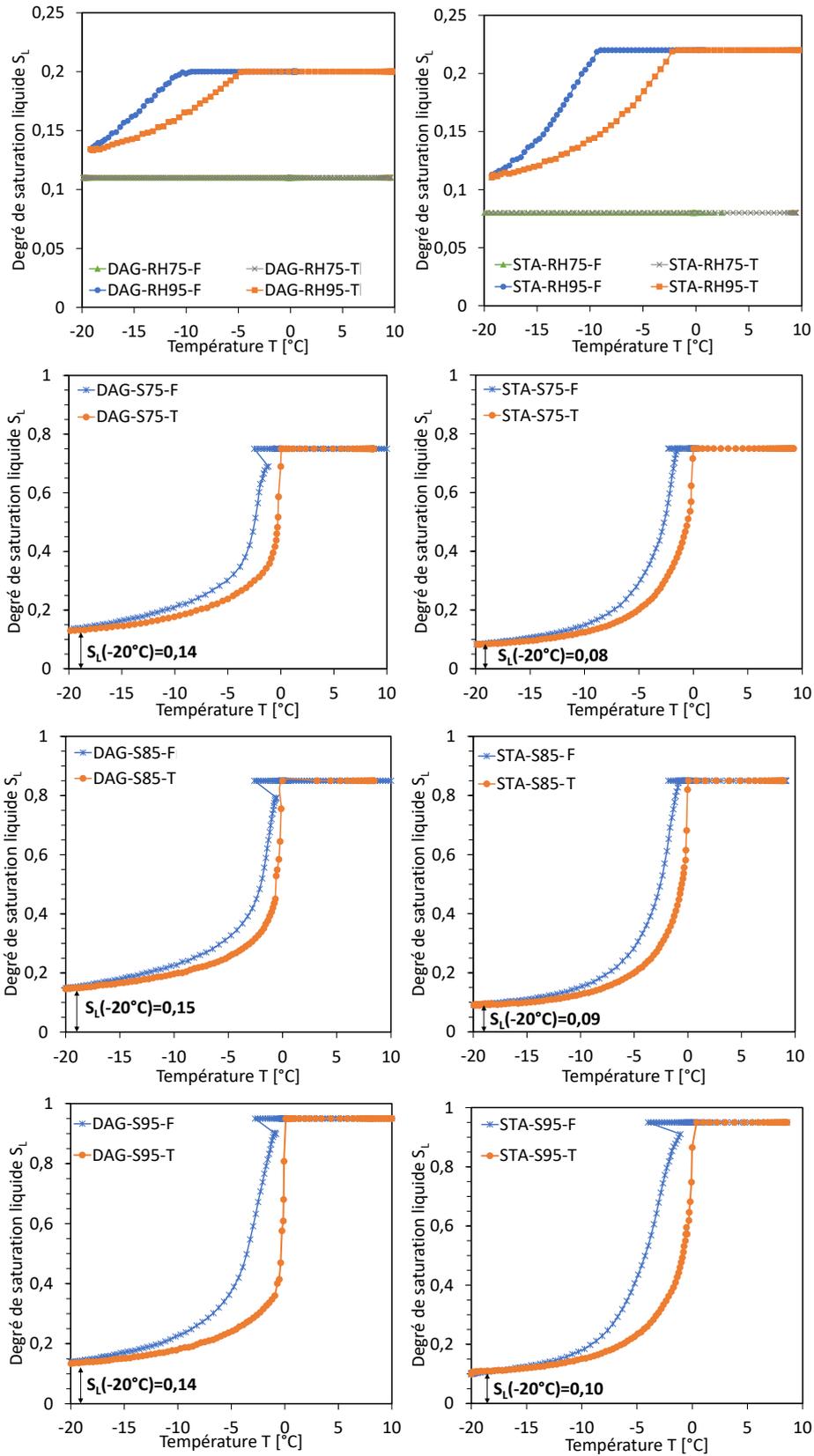


FIGURE 5.9 – Les courbes de gel (F en bleu) et de dégel (T en orange) des briques de terre (DAG et STA) pour RH75, RH95, S75, S85 et S95.

les courbes de gel et de dégel. Une analyse détaillée de ce point sera fournie dans la suite de ce chapitre.

Dans le cas où un processus de gel a lieu (i.e. toutes les conditions hydriques testées sauf RH75), il est fort intéressant de souligner que la quantité d'eau non gelée restante à la fin du gel à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ est identique quelle que soit la saturation liquide initiale du matériau terre (DAG ou STA). En effet, pour les quatre échantillons de chaque terre (X-RH95, X-S75, X-S85 et X-S95), on constate que la saturation liquide résiduelle à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ notée $S_L(-20\text{ }^{\circ}\text{C})$ est de $14,5 \pm 0,5\%$ pour DAG et de $9,5 \pm 1,5\%$ pour STA.

5.5.3 Comparaison des méthodes TDR et LTC

Afin de valider la méthode TDR développée dans cette étude, une comparaison des résultats avec les courbes de gel-dégel obtenues par la méthode LTC est proposée. Pour cela, des fragments (de l'ordre de 150 mg) des échantillons de STA-S95 sont utilisés. La calorimétrie à basses températures est réalisée au laboratoire de thermique, énergétique et procédés (LaTEP) de l'UPPA qui est équipé d'un micro-calorimètre de type MICRO-DSC7-EVO de la marque d'instrumentation SETARAM. Ainsi, l'essai consiste à effectuer un cycle de gel-dégel entre $+10\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une cinétique de refroidissement-chauffage de $dT/dt = \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Le calorimètre enregistre la différence de flux de chaleur global Q [mW] entre l'échantillon étudié et la référence, comme illustré sur la figure 5.10.(a) pour l'échantillon STA-S95.

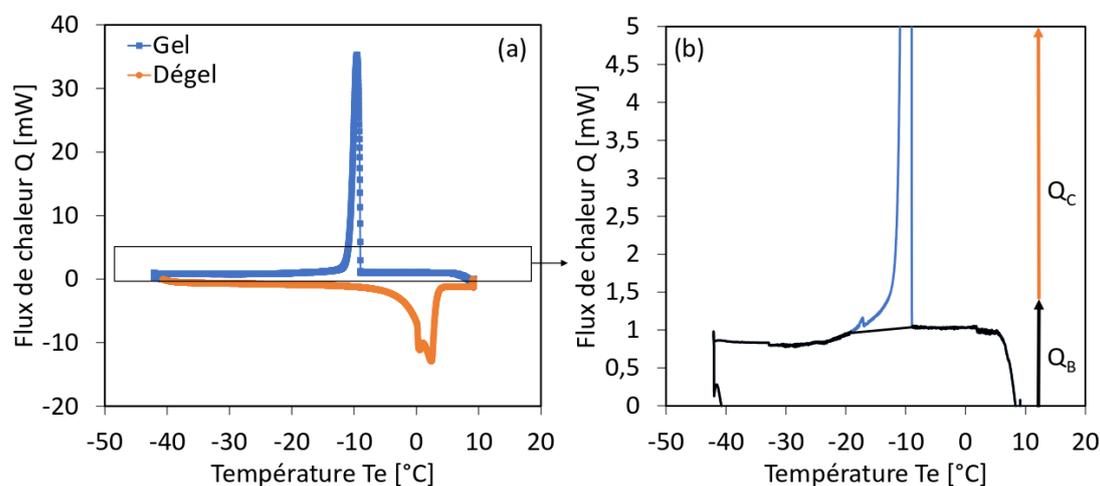


FIGURE 5.10 – (a) Le flux de chaleur Q mesuré par le calorimètre et (b) l'identification de Q_B et de Q_C sur le thermogramme.

Le flux thermique total Q mesuré peut se dissocier en deux parties : une partie qui représente la ligne de base Q_B et une seconde partie correspondant au flux de chaleur associé au changement de phase de l'eau interstitielle Q_C (voir figure 5.10.b).

$$Q = Q_B + Q_C \quad (5.9)$$

Dans cet essai, la cellule de référence est vide. Ainsi, le flux thermique représentant la ligne de base Q_B est directement associé à la capacité calorifique de l'échantillon (squelette solide de la terre et toutes les phases dans les pores) :

$$Q_B = mc_p \frac{dT}{dt} \quad (5.10)$$

où m [g] est la masse totale de l'échantillon, c_p [J.g⁻¹.K⁻¹] la capacité calorifique spécifique du matériau (incluant le squelette solide et toutes les phases dans les pores). Ainsi, en négligeant la masse d'air, on peut écrire :

$$mc_p = \sum_{i=S,L,C} m_i c_i \quad (5.11)$$

Les capacités thermiques de l'eau liquide et de la glace sont supposées constantes et respectivement égales à $c_L = 4.2 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $c_C = 2.1 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [201]. Ainsi, la capacité calorifique du squelette solide (c_S) de chaque terre peut être estimée via l'étude du flux de chaleur mesuré avant le pic de nucléation (en l'occurrence pour des températures comprises entre 5 °C et -5°C). En effet, dans ce cas, nous avons les relations suivantes :

$$c_S = \frac{Q}{m_S} \frac{dt}{dT} - \omega_0 c_L; Q_C = 0; m_C = 0 \quad (5.12)$$

avec m_S la masse sèche de l'échantillon testé et ω_0 sa teneur en eau massique initiale. L'application de l'eq.(5.12) donne une capacité thermique de $c_S = 490 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour STA. Par ailleurs, la mesure sur un échantillon de DAG a aussi donné $c_S = 560 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Dans la littérature, on peut retrouver des valeurs de capacité calorifique spécifique de la terre compactée similaires à celles obtenues pour les deux terres étudiées [63, 144, 215].

D'autre part, le flux de chaleur associé au changement de phase de l'eau interstitielle permet de déterminer la variation de la masse de glace formée (m_C) dans l'échantillon en considérant la relation suivante :

$$Q_C = \Delta h_{fus} \frac{dm_c}{dt} \quad (5.13)$$

Avec Δh_{fus} [J.g⁻¹] l'enthalpie spécifique associée au gel-dégel de l'eau. On remarque que Δh_{fus} est l'unique paramètre à renseigner pour le calcul de la quantité de glace formée. Cependant, il existe, dans la littérature, plusieurs expressions de Δh_{fus} pour la détermination des courbes de gel-dégel. Parmi les différentes expressions, les plus utilisées

sont présentées dans le tableau 5.2.

TABLE 5.2 – Différentes expressions de l’enthalpie spécifique de solidification de l’eau $\Delta h_{fus}(T)$ [J.g⁻¹] où $\Delta T = T_0 - T$.

Références	Expressions	Méthodes
Horiguchi [159]	$\Delta h_{fus}(T) = 334 - 7.3\Delta T$	Calorimétrie sur des silica gels entre 273 et 233 K
Brun et al. [55]	$\Delta h_{fus}^F(T) = 332 - 7.42\Delta T + 0.0556 \Delta T^2$ $\Delta h_{fus}^T(T) = 332 - 11.39\Delta T + 0.155\Delta T^2$	Calcul de l’énergie libre de l’interface liquide-glace
Randall [270]	$\Delta h_{fus}(T) = 334.1 - 2.119\Delta T + 0.00783\Delta T^2$	Calorimétrie sur du silica gel (vérifiée dans [167])
Kozlowski [195]	$\Delta h_{fus}(T) = 334 - 9.524\Delta T + 0.068\Delta T^2$	Calorimétrie sur 3 types de montmorillonite entre 273 et 203 K

Généralement, l’enthalpie de changement de phase s’exprime comme une fonction de la température. Néanmoins, il n’existe toujours pas de consensus général sur l’expression à utiliser dans le cas de matériaux de construction comme le ciment ou la terre. Par exemple, les expressions obtenues par la calorimétrie sur du silica gel ont longtemps suscité un certain nombre de questionnements sur leur validité pour les sols dans lesquels il existe de fortes interactions entre l’eau et la matrice argileuse. A ce sujet, il a été montré que la chaleur latente de l’eau confinée présente une faible dépendance voire une indépendance vis-à-vis de la nature du milieu poreux [195]. L’expression proposée par Horiguchi [159] fait toujours l’objet de discussions car elle suggère, de manière intrigante, une valeur nulle de la chaleur latente spécifique pour une température proche de -46 °C. Nevzorov [246] a aussi accepté une annulation de l’enthalpie de changement de phase liquide-glace en l’attribuant à une égalité de densités entre la glace et l’eau liquide surfondue au-dessous de -40 °C. Le concept de solidification de l’eau à chaleur latente nulle qui correspondrait au processus de nucléation homogène est aussi approuvé dans d’autres études expérimentales [115, 124]. Par ailleurs, on remarque que Brun et al. [55] ont proposé une expression de chaleur latente associée au gel (Δh_{fus}^F) différente de celle lors du processus de dégel (Δh_{fus}^T). Pour ces auteurs, cette distinction permet de considérer la différence de courbure d’interface liquide-glace entre le processus de formation et de fusion de la glace dans les pores. Sun et Scherer [301] ont aussi adopté ce type de correction de l’énergie libre de l’interface pour donner une expression de Δh_{fus} suivant le processus de gel ou de dégel de l’eau. Cependant, d’autres auteurs ont remis en question cette distinction entre la solidification et la fusion dans l’expression de l’enthalpie de changement de phase [167, 195, 268, 270]. Dans leurs études, ces auteurs ont proposé une expression unique de Δh_{fus} sous la forme polynomiale.

Afin de pouvoir choisir l’expression de Δh_{fus} la plus adaptée pour les matériaux terre

étudiés, nous proposons une comparaison des résultats du calcul de la masse de glace formée pour STA-S95 via différentes expressions de Δh_{fus} . La figure 5.11.(a) présente l'évolution de Δh_{fus} en fonction de la température (à partir de quelques expressions du tableau 5.2). Les résultats de la masse de glace calculée avec l'eq.(5.13) sont donnés sur la figure 5.11.(b).

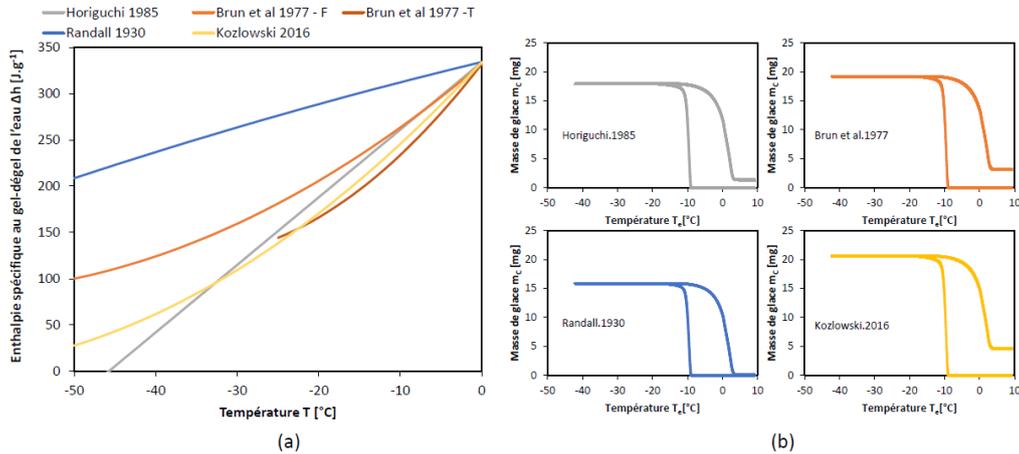


FIGURE 5.11 – (a) Quelques expressions de Δh_{fus} et (b) leur influence sur le calcul de la masse de glace

On constate que les différences dans les expressions de Δh_{fus} ont un impact significatif dans l'évaluation de la masse de glace. En effet, pour le même thermogramme associé au changement de phase, la relation de Randall [270] prédit 15.9 mg de glace formée à la fin du refroidissement alors que la formule proposée par Kozlowski [195] estime la quantité de glace à 20.6 mg, ce qui correspond à un écart de plus de 20% dans le calcul de m_C . Cependant, on remarque que l'utilisation des expressions d'Horiguchi [158], de Brun et al. [55] ou de Kozlowski [195] engendre une quantité de glace résiduelle après le dégel à 10 °C ; or à cette température, toute la glace est supposée dégelée. A cet effet, pour la détermination des courbes de gel-dégel des échantillons en terre compactée, nous retiendrons l'expression de Randall [270], qui, par ailleurs, est largement utilisée en thermoporométrie pour les matériaux poreux [44, 167, 186, 197].

Un autre point remarquable sur la figure 5.11.(b) est que la mesure au calorimètre à basses températures prédit une fusion totale de la glace à une température de 3 °C or celle-ci est normalement fixée à 0 °C. Cet écart peut s'expliquer par la différence de températures dans la cellule du calorimètre (T_e) et au cœur de l'échantillon (T_i) en raison de l'inertie thermique du matériau terre. Cette différence pourrait aussi expliquer un début de formation de glace assez tardif ($T_{nuc} \approx -10$ °C) par rapport à la mesure diélectrique ($T_{nuc} \approx -5$ °C). Ainsi, pour déterminer la température de l'échantillon (T_i), nous proposons une correction de la température grâce à l'équation de transfert de chaleur

par convection entre la cellule du calorimètre et l'échantillon. Afin de simplifier le calcul de la température de l'échantillon, nous ne tiendrons pas compte du terme de chaleur associée au changement de phase liquide-glace dans cette correction. Dans ce cas, l'équation de chaleur peut s'exprimer (voir démonstration dans le chapitre 8) comme suit :

$$\rho c_p \frac{\partial T_i}{\partial t} = \frac{Ah}{V}(T_e - T_i) \quad (5.14)$$

où A et V représentent respectivement la surface d'échange de chaleur et le volume de l'échantillon. ρ est la masse volumique de l'échantillon et h [$\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$] correspond au coefficient de convection thermique du matériau.

La résolution de l'équation (5.14) nécessite de déterminer de façon analytique le paramètre $\frac{Ah}{V}$. Le calcul avec différentes valeurs de ce paramètre a montré que le choix de $\frac{Ah}{V} = 2500$ donne une très bonne approximation du profil de la température de l'échantillon permettant de respecter la condition de dégel complet à 0°C .

La figure 5.12 présente les profils de températures de la cellule et de l'échantillon issus de la résolution numérique de l'équation (5.14).

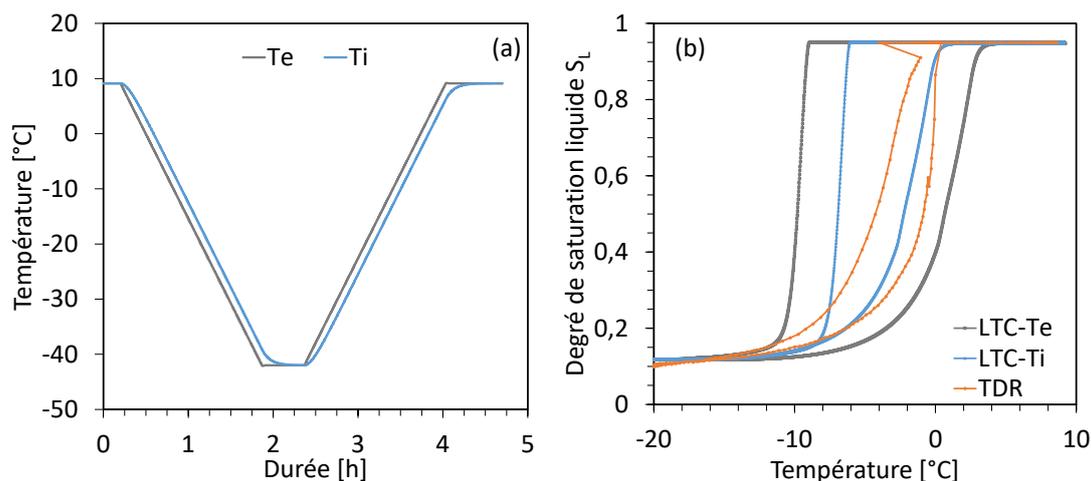


FIGURE 5.12 – (a) Profil de température de la cellule du calorimètre T_e et de l'échantillon T_i et (b) comparaison des courbes de gel-dégel mesurées par TDR avec celles obtenues au calorimètre sans (LTC- T_e) et avec correction thermique (LTC- T_i).

La figure 5.12 montre que cette correction thermique fournit une meilleure estimation de la courbe de gel-dégel corrigée (LTC- T_i) par rapport à celle considérant la température de la cellule (LTC- T_e). Cependant, on constate sur la branche de gel un certain écart entre les courbes LTC- T_i et TDR. Cela peut s'expliquer par la différence dans le principe d'asservissement de la température entre ces deux méthodes expérimentales. Lors de la nucléation de la glace, la méthode calorimétrique (LTC) régule la puissance thermique afin de maintenir, autant que possible, la température de l'échantillon (température régulée) constante au moment de la nucléation. Cette régulation de la puissance thermique

empêche alors le pic de température dû à la formation de glace. Cependant, dans le cas de la méthode TDR, la chaleur dégagée lors la solidification de l'eau n'affecte pas la température de l'enceinte climatique (température régulée). De ce fait, la puissance thermique de l'enceinte ne compense pas alors la chaleur latente qui induit finalement une hausse de la température dans l'échantillon.

Dans tous les cas, au-delà du point de nucléation et sur toute la branche de dégel, on constate que l'évolution de la saturation liquide avec la température de l'échantillon est très similaire pour les deux méthodes (LTC-Ti et TDR). Cette correspondance de deux méthodes expérimentales (LTC et TDR) donne une très bonne confiance à la méthode TDR proposée dans cette étude pour la détermination des courbes de gel-dégel des matériaux de terre compactée.

5.6 Analyse du rôle de la saturation liquide initiale et de la microstructure sur le processus de gel-dégel

5.6.1 Identification des conditions de gel-dégel en milieu poreux non saturé

Les courbes de gel-dégel obtenues montrent un changement de phase progressif avec la température. pouvant être attribué à la variation du potentiel chimique de la phase liquide avec la géométrie des pores. Dans le cas du gel dans un milieu poreux non saturé, nous pouvons faire l'hypothèse que l'espace disponible au sein du réseau poreux pour la formation du cristal de glace est suffisante. Dans ce cas, la surpression causée par le confinement de la glace formée reste limitée. Il est alors possible de considérer $|P_L| \gg |P_C|$. Sous cette condition, la relation de Gibbs-Thomson (eq.2.19) établie dans la section 2.2 se réécrit sous la forme :

$$d_c(\Delta T) = \frac{4\gamma_{LC}(T)}{\Sigma_{fus}\Delta T} + 2\delta_c(T) \quad (5.15)$$

Cette relation exprime le diamètre du plus petit pore $d_c(\Delta T)$ dans lequel la changement de phase de l'eau est possible à une température $T \leq T_0$, Une autre manière d'interpréter cette relation serait de dire que $\Delta T = T_0 - T$ correspond à l'abaissement de température minimal nécessaire pour initier le changement de phase de l'eau dans un pore de diamètre $d = d_c(\Delta T)$.

Dans le cas des matériaux non saturés, une condition supplémentaire spécifiant la présence effective d'eau dans un pore donné doit être considérée. En effet, si le pore est vide (contient de l'air), la formation de glace ne pourra pas s'y produire. Comme explicité

dans la section 2.1, l'eau étant une phase mouillante, elle occupe les pores les plus fins, tandis que l'air, qui est la phase non mouillante, occupe les pores les plus larges. Il est alors possible de définir le diamètre du pore le plus large contenant de l'eau liquide, noté d_h . Dans le cas où l'échantillon est conditionné à une humidité relative donnée (cas des conditions RH75 et RH95), d_h s'obtient via la loi de Kelvin-Laplace définie dans les équations (2.10) et (2.11) :

$$d_h(RH) = -\frac{4\gamma_{LG}M_{H_2O}}{\rho_L RT \ln(RH)} + 2\delta_h(RH) \quad (5.16)$$

Il est intéressant de remarquer, dans les conditions hygroscopiques, que d_h ne dépend que de l'humidité relative de conditionnement de l'échantillon et non de sa microstructure.

Dans le cas où l'échantillon est conditionné à une saturation liquide donnée (cas des conditions S75, S85 et S95), la relation entre S_{L0} et d_h s'obtient directement à partir des courbes de volume de pores cumulé représentées sur la figure 3.6. En effet, $d_h(S_{L0})$ correspond au diamètre de pore pour lequel le volume cumulé est égal à $V_\phi(1 - S_{L0})$ où V_ϕ est le volume total de pore. L'application de cette condition conduit aux relations $S_L(d_h)$ présentées sur la figure 5.13 pour les deux terres étudiées.

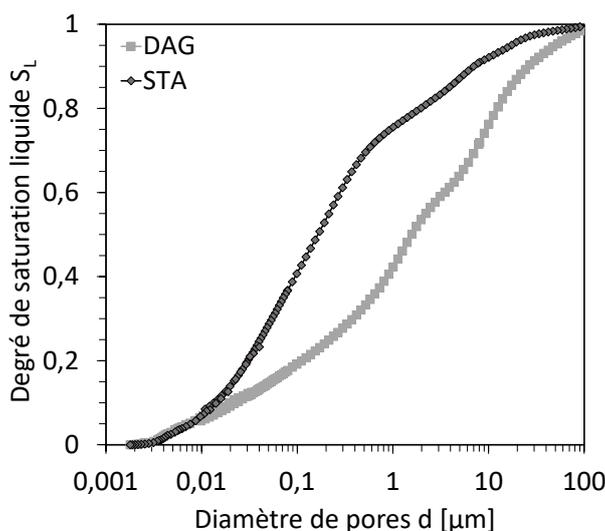


FIGURE 5.13 – Évolution du degré de saturation liquide avec le diamètre maximal des pores remplis d'eau liquide pour les deux matériaux terre.

Ainsi, le changement liquide-glace ne pourra se produire dans un pore de diamètre d pour un abaissement de température de ΔT que s'il vérifie, a minima, la double condition suivante :

$$d_c(\Delta T) \leq d \leq d_h \quad (5.17)$$

avec $d_h = d_h(S_{L0})$ dans le cas des conditionnements S75, S85 et S95 ou $d_h = d_h(RH)$

dans le cas des conditionnements RH75 et RH95.

Il en découle que l'abaissement de température minimal pour lequel le changement de phase liquide-glace peut être amorcé au sein d'un échantillon, noté ΔT_{min} , est obtenu grâce à l'égalité :

$$d_c(\Delta T_{min}) = d_h \quad (5.18)$$

Lors de la phase de dégel, $\Delta T_{min} = T_0 - T_{min}$ correspond à l'abaissement de température à partir duquel toute la glace au sein du matériau poreux devrait fondre. Les résultats de cette égalité dans le cas des conditionnements en humidité relative est donnée sur la figure 5.14.

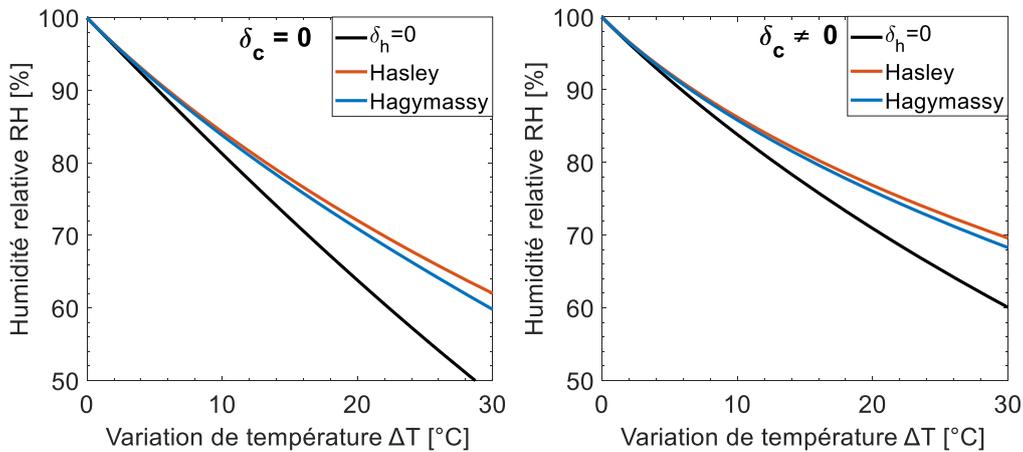


FIGURE 5.14 – Calcul de l'humidité relative RH minimale pour une solidification à ΔT .

Différentes hypothèses ont été considérées pour l'expression des épaisseurs de couches d'eau liquide adsorbée. Sur la figure 5.14.(a) qui présente le cas où l'épaisseur de couche non gelable est négligée ($\delta_c = 0$), on remarque que le calcul a tendance à sous-estimer ΔT_{min} pour une humidité relative donnée. Cette sous-estimation est d'autant plus importante si on considère également l'épaisseur de couche non évaporable nulle ($\delta_h = 0$). Par ailleurs, on constate sur la figure 5.14.(b) (cas où $\delta_c \neq 0$) que le choix de l'expression de Hasley [145] ou d'Hagymassy [142] a une faible influence dans l'estimation de l'humidité relative minimale requise pour une solidification de l'eau interstitielle pour une variation de température ΔT_{min} comprise entre 0 et 30 °C. Par la suite, nous retiendrons l'expression d'Hasley qui a aussi été utilisée pour la caractérisation de la microstructure (section 3.3).

Pour les deux matériaux DAG et STA, les valeurs de T_{min} obtenues pour chaque condition hydrique étudiée sont présentées dans le tableau 5.3.

On constate notamment que $T_{min} > -20$ °C pour toutes les conditions hydriques sauf pour RH75. Ce résultat est bien en accord avec les courbes de gel-dégel (figure 5.9) déter-

TABLE 5.3 – Comparaison de la température minimale d'équilibre T_{min} avec les températures de nucléation T_{nuc} et de fusion T_m .

Matériau	Condition	T_{min} [°C]	T_{nuc} [°C]	T_m [°C]
DAG	RH75	-22	-	-
	RH95	-3	-9.5	-4.8
	S75	-0.011	-2.5	-0.01
	S85	-0.006	-2.6	-0.13
	S95	-0.002	-2.8	-0.08
STA	RH75	-22	-	-
	RH95	-3	-9.3	-2.2
	S75	-0.109	-2.3	-0.05
	S85	-0.028	-1.8	-0.03
	S95	-0.006	-4	-0.01

minées via la méthode TDR qui ont montré l'absence de formation de glace jusqu'à -20 °C uniquement pour RH75. Le calcul de T_{min} semble alors être une bonne méthode pour avoir une première idée de la susceptibilité au gel d'un matériau terre suivant son état hydrique. Le tableau 5.3 indique aussi les températures de nucléation (T_{nuc}) et de fusion (T_m) de la glace mesurées avec la méthode diélectrique. Pour chaque configuration (matériau et condition hydrique initiale), on constate que la température minimale d'équilibre liquide-glace correspond assez bien à la température de fusion T_m définie comme la température à atteindre pour le dégel complet de la glace formée dans le matériau. Cela montre bien que le dégel de la glace se produit à la température d'équilibre de changement de phase. Ainsi, il est possible de dire que T_{min} représente la température au-delà de laquelle l'existence de la glace est thermodynamiquement impossible dans le matériau à un état hydrique donné. A contrario, on remarque que le calcul de T_{min} avec l'approche thermoporométrie fournit des valeurs plus importantes que les températures de nucléation T_{nuc} . Cela s'explique principalement par le fait que la formation de glace est amorcée à des températures plus faibles en raison du processus de surfusion ne pouvant être prédit par l'approche thermodynamique. De ce fait, ΔT_{min} ne correspond pas à l'abaissement minimal de température permettant d'initier la nucléation de glace. Néanmoins, T_{min} donne une borne supérieure de la température de nucléation, c'est-à-dire qu'elle correspond à la température en dessous de laquelle il y a un risque de formation de glace dans le matériau.

5.6.2 Estimation de la courbe de dégel par la thermoporométrie

Les courbes de gel-dégel (figure 5.9) et le calcul de ΔT_{min} (tableau 5.3) montrent quelques différences significatives entre les matériaux DAG et STA. Les échantillons DAG présentent des températures de changement de phase plus élevées (ΔT_{min} plus faible) et une quantité de glace formée plus importante à la suite du pic de nucléation. Inversement,

les briques STA présentent des processus de gel-dégel davantage progressifs avec une quantité de glace formée à la fin de la phase de gel (-20 °C) plus importante que celle des briques DAG pour une saturation liquide initiale identique.

Ainsi, pour mieux comprendre le rôle de la saturation liquide initiale et de la microstructure sur le processus de gel-dégel dans des matériaux de terre compactée, une estimation indirecte de la courbe de dégel par thermoporométrie est proposée en utilisant les équations (5.15), (5.16) et la figure 5.13. Pour cela, il est nécessaire de considérer la condition thermodynamique de dégel établie dans le cas non saturé (eq.5.17). Fen-Chong et al. [117] ont également utilisé une approche similaire pour dériver des courbes de dégel à partir de l'analyse microstructurale de pâte de ciment. L'utilisation de la condition de gel-dégel permet d'estimer l'incrément de volume de glace dV_C à toute température T_i en considérant la forme cylindrique des pores :

$$dV_C(d_i) = dV_L(d_i) + \left(1 - \frac{\rho_C}{\rho_L}\right) dV_L(d_i); \quad dV_L(d_i) = V_p(d_i) \left(1 - \frac{2\delta_c(T_i)}{d_i}\right)^2 \quad (5.19)$$

où $V_p(d_i)$ correspond au volume de tous les pores de diamètre d_i . La température de changement de phase T_i est calculée via la relation (5.15) pour $d_c(T_i) = d_i$.

Dans l'équation (5.19), l'expression de dV_C comprend deux termes : le premier terme dV_L correspond au volume d'eau gelable (i.e. en soustrayant la couche d'eau non gelable d'épaisseur δ_c) dans tous les pores de diamètre d_i et le second terme tient compte de l'expansion volumique de $1 - \frac{\rho_C}{\rho_L} \approx 9\%$ associée à la solidification de l'eau gelable dans les pores de diamètre d_i . Dans le cas d'une forme sphérique des pores, l'expression de l'incrément de volume de glace est identique hormis l'exposant qui serait égal à 3. Finalement, le volume total de glace V_C formée à la température T_i s'exprime comme suit

$$V_C(T_i) = \begin{cases} 0 & \text{si } d_i > d_h \\ \sum_{d=d_i}^{d=d_h} dV_C(d) & \text{sinon} \end{cases} \quad (5.20)$$

Le degré de saturation de la glace est ensuite calculé en faisant le rapport de V_C sur le volume total des pores mesuré par MIP et NAD. Enfin, la saturation en liquide peut être calculée en utilisant l'eq.(5.6).

La figure 5.15 présente l'estimation de la courbe de dégel par thermoporométrie suivant les différentes conditions hydriques étudiées expérimentalement (RH75, RH95, S75, S85 et S95) pour les deux terres étudiées.

Pour chaque matériau, l'évolution de la saturation liquide S_L avec la température montre que toutes les branches de dégel rejoignent la même courbe indépendamment de la saturation liquide initiale (figures 5.15.a et b). Cependant, l'évolution de la saturation

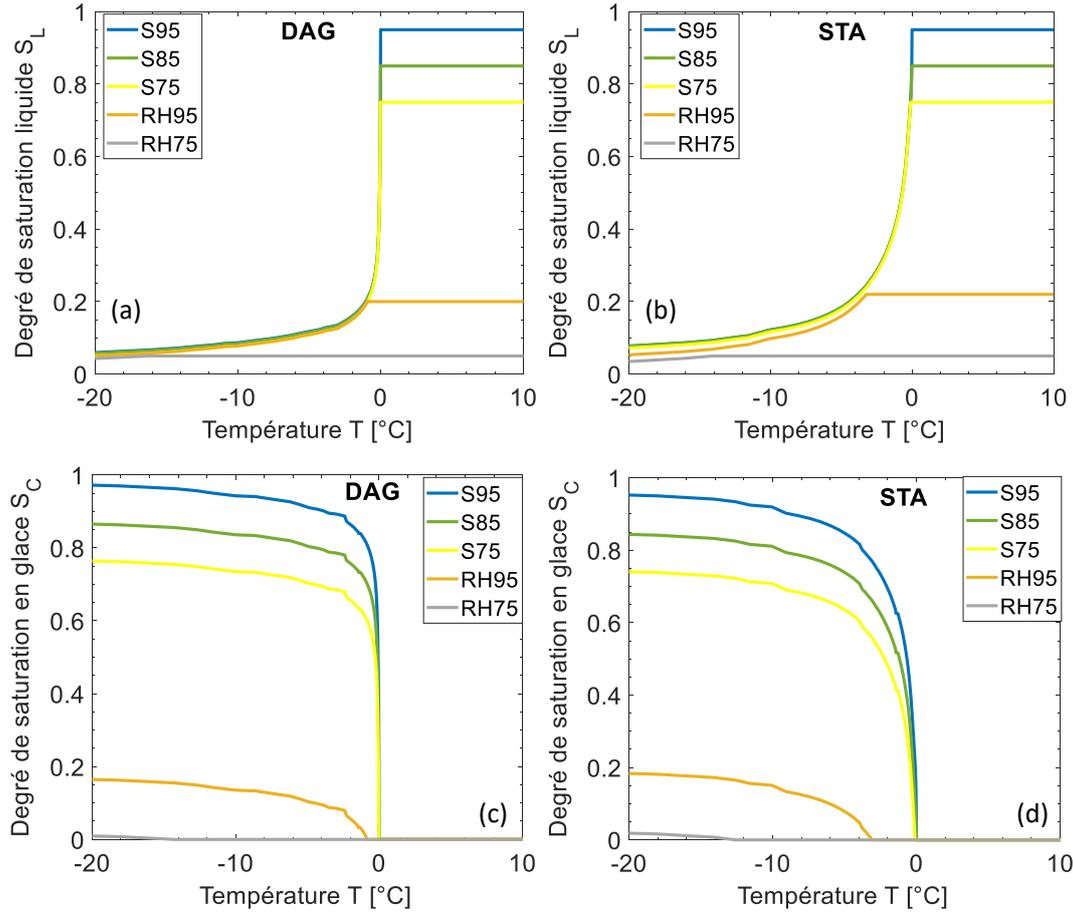


FIGURE 5.15 – Estimation des courbes de dégel pour différentes conditions hydriques initiales par thermoporométrie : courbes (a et b) en S_L et (c et d) en S_C .

en glace montre clairement une dépendance avec la saturation liquide initiale (figures 5.15.c et d). Ainsi, on peut comprendre que la saturation liquide initiale a effectivement un impact sur la quantité de glace formée (saturation en glace S_C) mais aucune influence sur la quantité d'eau non gelée restante S_L . Cette dernière est uniquement fonction de la température de gel pour une microstructure donnée. Ce résultat est cohérent avec le rôle de la microstructure sur la propagation du front de dégel dès lors que la condition nécessaire de changement de phase est respectée (eq.5.18). Dans la littérature, quelques auteurs ont aussi mis en évidence l'indépendance de la teneur en eau non gelée avec la quantité d'eau initiale dans les sols argileux [193, 208, 350]. En considérant deux états hydriques initiaux ($S_{L1} < S_{L2}$), la figure 5.16 illustre l'évolution progressive de la quantité des phases liquide et glace en différentes températures ($0 > T_a > T_b$) via une représentation microstructurale simplifiée d'un matériau poreux.

On comprend alors qu'il est possible de considérer les courbes de dégel (exprimées en saturation liquide $S_L(T)$) de la figure 5.15.(a) et (b) comme l'expression de la saturation liquide minimale au dessus de laquelle il y a un risque de formation de glace dans le

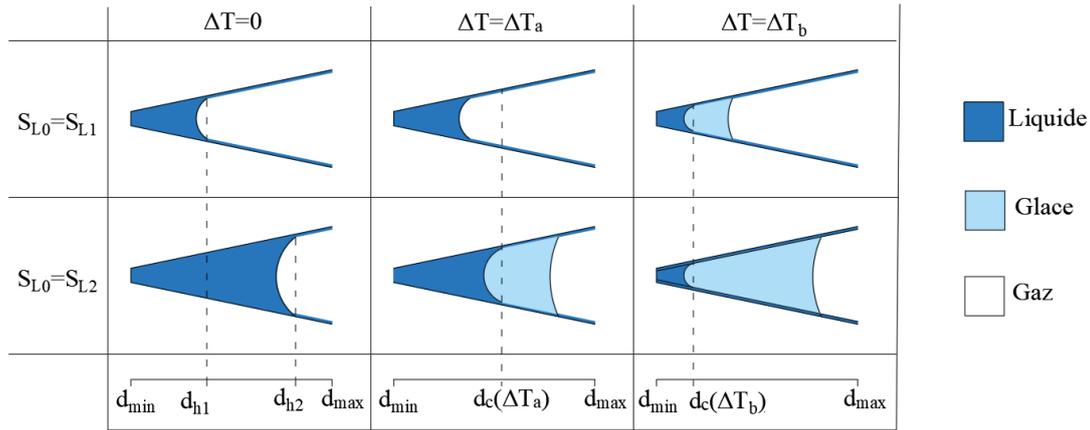


FIGURE 5.16 – Illustration de l'influence de la saturation liquide initiale et de la température sur les quantités de glace et d'eau non gelée.

matériau exposé à une température négative donnée T .

Ainsi, une comparaison est effectuée entre les courbes de dégel obtenues indirectement via la microstructure (thermoporométrie) et celles mesurées par la méthode diélectrique sur la figure 5.17 pour une humidité relative $RH = 95\%$ et une saturation liquide initiale $S_{L0} = 95\%$.

On remarque que les courbes de dégel dérivées de la microstructure ont tendance à surestimer la quantité de glace formée par conséquent elles présentent des valeurs de saturation liquide plus faibles que celles mesurées par les sondes TDR.

L'écart entre les deux méthodes peut être associé, en premier lieu, au retard lors de la formation de glace au gel. Ce retard résulte du phénomène de surfusion nécessaire à la nucléation de la glace et du blocage de la propagation de glace dû à l'interconnectivité des pores. Ces deux phénomènes limitent donc la quantité de glace mesurée via la méthode diélectrique à une température donnée. Cependant, ils ne peuvent pas être prédits par l'approche indirecte (thermoporométrie) qui aura tendance à surestimer la quantité de glace présente dans le matériau et donc une saturation d'eau liquide restante plus faible par rapport à la méthode diélectrique. Par conséquent, les points de départ (à -20 °C) et les courbes de dégel sont différents entre ces deux méthodes et la thermoporométrie aura tendance à surestimer la quantité de glace restante dans le matériau. La différence entre les résultats des deux méthodes peut aussi s'expliquer par la présence d'impuretés dans l'eau contenue dans les échantillons utilisés pour la mesure diélectrique. Ces impuretés peuvent modifier la température d'équilibre liquide-glace lors du dégel alors que la thermoporométrie est basée sur l'équilibre thermodynamique de la glace avec une eau pure. Une autre source importante pouvant expliquer les écarts observés est l'évolution de la microstructure dans chaque méthode. Pour la méthode diélectrique, la microstructure des échantillons après fabrication aurait pu évoluer au cours de la cure à humidité relative

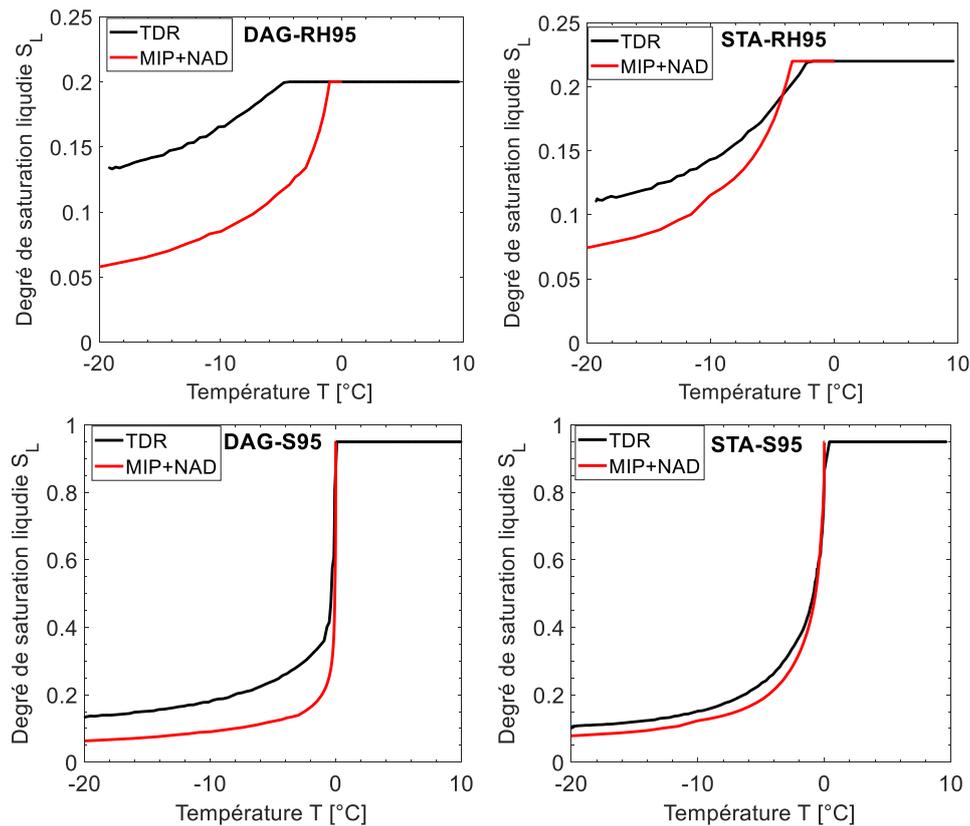


FIGURE 5.17 – Comparaison des courbes de dégel obtenues avec la méthode TDR et par thermoporométrie (MIP+NAD).

fixe ou du conditionnement hydrique (séchage/humidification) pour atteindre la saturation liquide initiale. Lors la détermination des courbes de gel-dégel, la structure des pores peut aussi changer au cours de l'essai de gel-dégel. En ce qui concerne la méthode indirecte basée sur la thermoporométrie, l'étuvage à 105 °C des échantillons au préalable des essais (MIP et NAD) de caractérisation microstructurale aurait pu modifier la structure initiale des pores notamment des pores inter-agrégat. A ce sujet, plusieurs études [16, 94, 99, 281] ont recommandé la technique de lyophilisation pour limiter la modification microstructurale lors du séchage au préalable des essais de caractérisation de la structure des pores.

Sur la figure 5.17, on constate que la différence entre la méthode diélectrique et la thermoporométrie est plus importante pour la terre DAG. Cela peut s'expliquer, en particulier, par l'effet de l'interconnectivité des pores. D'une part, il a été montré en section 3.3 que la microstructure du matériau DAG est constituée majoritairement de pores inter-agrégats (25% pour une porosité totale de 31%) alors que la terre STA présente une proportion significative de porosité intra-agrégat. D'autre part, le cycle d'intrusion-extrusion lors de la porosimétrie au mercure montre, pour la terre DAG, une hystérésis plus importante qui est associée à la striction des pores inter-agrégat [95]. Ainsi, cette

striction peut limiter significativement la propagation de la glace au sein du réseau capillaire de la terre de DAG par rapport à la terre STA.

Néanmoins, les tendances obtenues avec les deux méthodes (TDR et thermoporométrie) sont cohérentes quelles que soient les conditions considérées. Ainsi, cette méthode indirecte fournit des informations utiles sur les conditions de présence de glace dans un matériau poreux comme la terre compactée en fonction sa saturation liquide initiale.

5.7 Conclusion

La mesure diélectrique proposée dans ce chapitre fournit une bonne méthode d'identification des conditions hydriques (saturation liquide initiale) requises pour induire du gel-dégel dans des briques de terre compactée. La validation des résultats obtenus par cette méthode est réalisée via une comparaison avec des mesures de calorimétrie à basses températures.

Dans les conditions de service normales en hiver (températures jusqu'à -20 °C et humidité relative dans une gamme de $RH = 75$ à 95%), aucune formation de glace n'est détectée pour RH75, et pour RH95 une très faible quantité de glace est mesurée. Cependant, la quantité de glace est très importante dans les conditions d'humidification pathologiques ($S_{L0} = 75, 85$ et 95%). L'analyse des résultats a permis de comprendre que la saturation liquide initiale impacte uniquement la quantité de glace formée à une température donnée mais n'a aucune influence sur la teneur en eau liquide non gelée. Cette dernière ne dépend que de la température de gel pour un matériau poreux donné. Il a alors été possible de déterminer la saturation liquide minimale requise pour la formation de glace dans un matériau à une température donnée. Par exemple, à -15 °C , la formation de glace n'est possible que dans des murs en terre en équilibre avec des ambiances d'humidité relative supérieure à 80% . Or, Al Haj Sleiman et al. [22] ont souligné, qu'en pratique, les cycles de gel-dégel auxquels sont soumis les matériaux de construction restent assez modérés (amplitude de l'ordre de 15 °C et température minimale comprise entre -10 °C et -5 °C). De ce fait, en condition réelle, seuls les matériaux soumis à d'importants phénomènes d'humidification peuvent présenter une forte vulnérabilité au gel-dégel.

Chapitre 6

Évolution du comportement mécanique au cours du gel-dégel

Contents

6.1	Méthode et paramètres d'essai	116
6.1.1	Présentation des échantillons	116
6.1.2	Description de la méthode expérimentale	117
6.1.3	Choix des paramètres d'essai	118
6.2	Résultats et discussions	119
6.2.1	Effet de la saturation liquide initiale	119
6.2.2	Effet de la formation de glace	122
6.3	Conclusion	127

L'objectif de ce chapitre est de proposer une évaluation de l'impact du gel-dégel sur le comportement mécanique des trois matériaux terre étudiés en considérant particulièrement l'influence de la saturation liquide initiale et de la température. Dans cette étude, le comportement mécanique sera étudié à différentes températures lors d'un cycle de gel-dégel entre +10 °C et -20 °C. La détermination de la courbe contrainte-déformation (σ - ε) permettra d'identifier la résistance à la compression simple lors d'un essai de chargement sans cycle et le module d'Young lors d'un essai de chargement-déchargement cyclique.

6.1 Méthode et paramètres d'essai

6.1.1 Présentation des échantillons

Pour cette étude expérimentale, des échantillons cylindriques avec un diamètre de 35 mm et une hauteur de 70 mm sont fabriqués par double compactage statique suivant le protocole développé dans la thèse de Champiré [65]. Cette méthode de compactage, présentée sur la figure 6.1, améliore significativement l'homogénéité en densité des échantillons. A la suite de la fabrication, chaque échantillon est conditionné à un état hydrique initial suivant les méthodes de cures présentées dans la section 5.2. En addition aux cinq conditions hydriques définies en section 5.2 (RH75, RH95, S75, S85 et S95), nous évaluons aussi le comportement mécanique des échantillons en terre à l'état sec de référence (S0) obtenu par séchage à l'étuve à 105 °C.

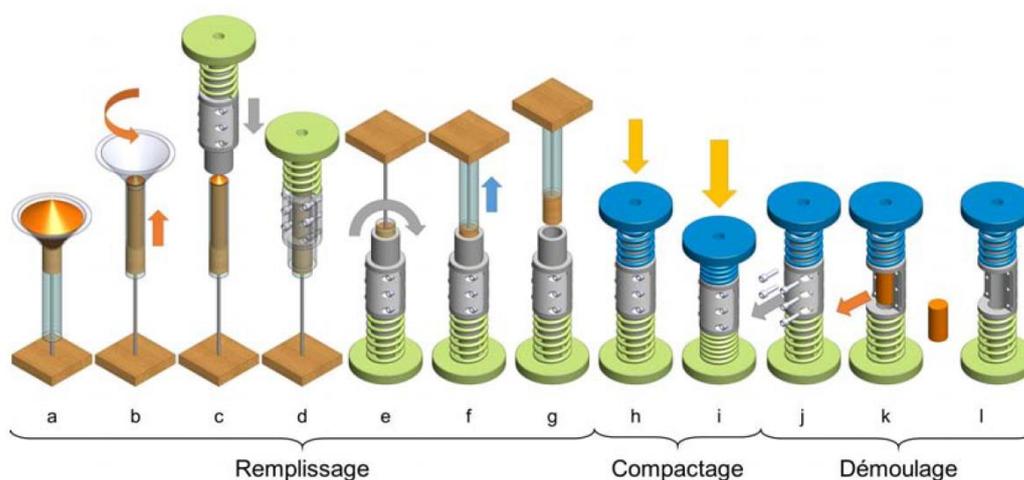


FIGURE 6.1 – Protocole de fabrication des échantillons 35x70 mm, d'après [65].

6.1.2 Description de la méthode expérimentale

Dans cette étude, deux types de chargements mécaniques sont effectués pour caractériser la modification du comportement mécanique suivant la saturation liquide initiale et la température de l'échantillon. D'une part, un chargement mécanique continu (sans cycle) est réalisé jusqu'à la rupture de l'échantillon afin de mesurer la résistance à la compression uniaxiale R_C . D'autre part, un essai de chargement-déchargement cyclique est effectué dans le domaine élastique pour déterminer le module d'Young E .

Les essais de chargement mécanique sont réalisés avec une presse hydraulique pilotée en déplacement avec une vitesse de chargement de 1.2 mm/min en conformité avec la norme XP P13-901 [13]. Un capteur de déplacement LVDT d'une course ± 4 mm est placé sur le bâti de chargement afin d'accéder à la mesure du déplacement. Ainsi la déformation axiale ε de l'échantillon est calculée suivant la relation ci-dessous :

$$\varepsilon = \frac{\Delta h}{h_0} \quad (6.1)$$

où h_0 [mm] est la hauteur initiale de l'échantillon mesurée au préalable de l'essai et Δh [mm] est le déplacement mesuré par le capteur LVDT lors de l'essai de chargement.

En parallèle, la contrainte axiale σ est mesurée par un capteur de force de capacité ± 10 kN lors de l'essai de compression simple. Pour l'essai de chargement cyclique, un capteur de force de ± 5 kN a été choisi pour améliorer la précision de la mesure de la contrainte axiale. Cette contrainte axiale est calculée comme suit :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (6.2)$$

où F [kN] est la force mesurée par le capteur de force et S [mm²] représente la section initiale de l'échantillon. Il convient alors de remarquer que ce calcul de la contrainte axiale ne considère pas l'évolution de la section au cours de l'essai. En effet, en l'absence de mesure de la déformation radiale, cette correction de la section n'est pas possible. Dans cette étude, la compression (σ) et la contraction (ε) sont définies comme positives.

Pour les essais de chargement-déchargement, un pilotage en force est choisi afin de garantir que la contrainte maximale (σ_{max}) appliquée lors du chargement n'excède pas la limite élastique identifiée sur les courbes de contrainte-déformation mesurée lors de l'essai de compression simple. Dans tous les cas, la contrainte maximale appliquée ne dépasse pas 50% de R_C pour s'assurer du comportement linéaire élastique de l'échantillon. Par ailleurs, un pré-chargement représentant 10 à 20% de R_C est appliqué avant le début de l'essai. Cette valeur de pré-chargement est aussi retenue comme la contrainte minimale (σ_{min}) de déchargement lors de l'essai. Le tableau 6.1 récapitule les paramètres de l'essai de chargement-déchargement utilisés dans cette étude suivant la valeur de R_C obtenue.

TABLE 6.1 – Présentation des paramètres de chargement-déchargement.

Condition d'application	σ_{min} [kPa]	σ_{max} [kPa]	$\frac{d\sigma}{dt}$ [kPa.min ⁻¹]
$0.15 \text{ MPa} < R_C < 0.2 \text{ MPa}$	25	75	± 50
$0.2 \text{ MPa} < R_C < 1 \text{ MPa}$	50	100	± 50
$1 \text{ MPa} < R_C < 3 \text{ MPa}$	100	600	± 500
$R_C > 3 \text{ MPa}$	500	1500	± 1000

L'essai de chargement-déchargement permet de calculer le module d'Young sécant E entre les contraintes minimale (σ_{min}) et maximale (σ_{max}) défini comme suit :

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min}} \quad (6.3)$$

où ε_{min} et ε_{max} sont les déformations de l'échantillon sous les contraintes de σ_{min} et σ_{max} respectivement lors de l'essai.

La presse hydraulique est équipée d'une enceinte climatique permettant de réguler la température de l'échantillon lors des essais de chargement mécanique. Pour chaque matériau, un échantillon témoin est utilisé pour contrôler et vérifier le maintien de la température interne des échantillons à la température souhaitée au cours des essais mécaniques. Une illustration du dispositif d'essai est présentée sur la figure 6.2.

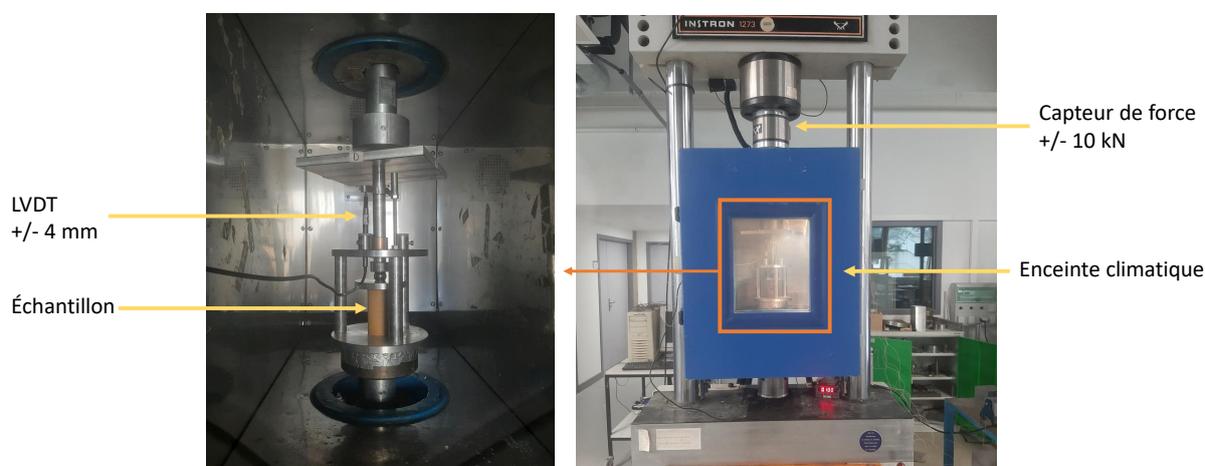


FIGURE 6.2 – Illustration du dispositif d'essai de chargement variable à température contrôlée.

6.1.3 Choix des paramètres d'essai

Le but de cette campagne expérimentale étant de caractériser le changement du comportement mécanique des échantillons en terre dû au gel-dégel, plusieurs températures sur la branche de gel et de dégel ont été sélectionnées : +10, 0, -5, -10, -15 et -20 °C. Ainsi, pour chaque terre étudiée (CFL, DAG ou STA) et pour chaque condition hydrique initiale

TABLE 6.2 – Présentation des points de mesure de R_C et de E pour une configuration d'essai donnée de type X-Y.

	Phase de gel (F)						Phase de dégel (T)				
	F+10	F+0	F-5	F-10	F-15	F-20	T-15	T-10	T-5	T-0	T+10
R_C	X	-	-	X	-	X	-	X	-	-	-
E	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X

(S0, RH75, RH95, S75, S85 ou S95), le tableau 6.2 présente les mesures réalisées (indiquées par une croix) pour chaque point de température de gel-dégel. Comme les courbes de gel-dégel présentent une hystérésis, pour une température donnée, deux mesures sont effectuées : une première lors de la phase du gel notée F et une seconde lors de la phase du dégel T. En raison du grand nombre de configurations à étudier, un seul échantillon est utilisé pour chaque point de mesure de R_C ou de E . Cela correspond à 4 échantillons pour la mesure de R_C et 11 échantillons différents pour la mesure de E pour chaque terre et chaque condition hydrique. Dans la suite, la méthode de dénomination utilisée pour identifier chaque configuration d'essai sera de type X-Y-Z où X indique le nom de la terre étudié, Y la condition hydrique initiale et Z la branche de gel (F) ou de dégel (T) et la température. Par exemple, DAG-RH75-F-10 correspond à un échantillon compacté de la terre de DAG, conditionné à une humidité relative 75%RH et testé à la température de -10 °C lors du gel.

6.2 Résultats et discussions

6.2.1 Effet de la saturation liquide initiale

Pour l'essai de chargement simple, les courbes de contrainte-déformation ($\sigma - \varepsilon$) à la température de 10 °C en amont du refroidissement (F+10) sont présentées sur la figure 6.3.

Les courbes montrent que le comportement mécanique de la terre compactée dépend principalement de la saturation liquide initiale. En effet, la résistance mécanique décroît avec l'augmentation de la saturation liquide comme cela est généralement observé dans les études du comportement hydromécanique du matériau terre [60, 66]. On remarque que les résistances mécaniques dépendent aussi de la nature du matériau terre qui se caractérise, à première vue, par une augmentation de la résistance mécanique avec la densité sèche (ou inversement avec la porosité). Cette tendance est bien observée à l'état sec ($S_{L0} = 0$). Pour les deux conditions hygroscopiques (RH75 et RH95), les contraintes à la rupture obtenues sont respectivement égales à 4.4 et 4.3 MPa pour CFL ($\phi = 24\%$), de 2.7 et 2.2 MPa pour DAG ($\phi = 31\%$) et de 1.8 à 1.6 MPa pour STA ($\phi =$

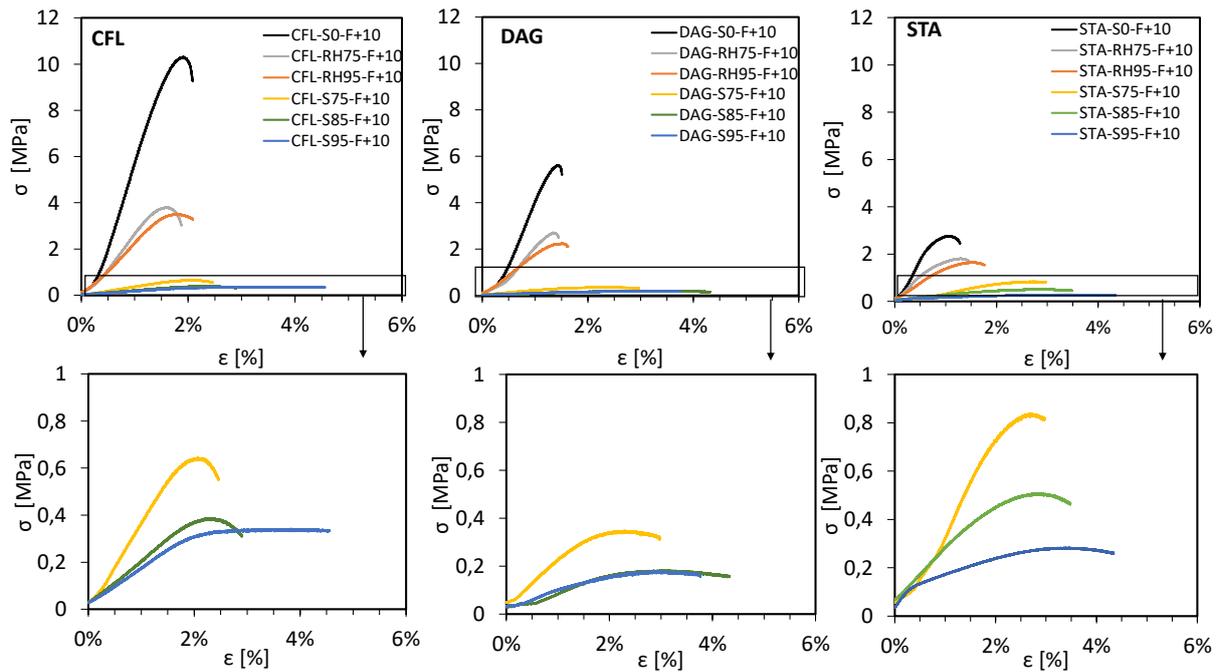


FIGURE 6.3 – Courbes de contrainte-déformation pour les échantillons de CFL, DAG et STA à F+10.

36%). Par ailleurs, on peut aussi noter que ces valeurs de résistance à la compression sont similaires à celles trouvées sous une pression de confinement de 1 bar dans [66, 342]. Dans les conditions d'humidification pathologiques (S75, S85 et S95), les résistances mécaniques sont inférieures à 1 MPa pour les trois matériaux. On constate notamment que les résistances à la compression de DAG-S85 et DAG-S95 sont inférieures à 0.2 MPa qui est la capacité portante minimale admissible pour un mur en pisé suivant le guide de bonnes pratiques de la construction en terre crue [86]. Pour les briques de terre comprimées (BTC), le guide de bonnes pratiques impose une capacité portante admissible de 0.3 MPa [85]; dans ce cas, même les échantillons CFL-S95 et STA-S95 ne vérifient pas la capacité portante recommandée. Parmi les trois matériaux, on remarque que la terre DAG présente les résistances mécaniques les plus faibles à l'état humide (S75, S85 et S95). En effet, certaines études ont souligné que la modification du comportement mécanique de la terre compactée avec l'état hydrique peut aussi dépendre de l'activité argileuse du matériau [214, 342]. Cette remarque est cohérente avec nos résultats puisque la terre DAG possède la valeur au bleu la plus élevée avec une importante proportion d'argiles gonflantes (tableau 3.1).

Les courbes de contrainte-déformation de la figure 6.3 mettent aussi en évidence une augmentation de la déformation à la rupture avec la saturation liquide initiale. Les échantillons secs et peu humides (S0, RH75 et RH95) présentent une rupture fragile se produisant pour des déformations $\varepsilon \leq 2\%$. Cependant, pour les fortes saturations

liquide initiales, on remarque d'importantes déformations plastiques avant la rupture. Cette dépendance de rhéologie de la terre compactée avec la teneur en eau a aussi été soulignée dans [130, 214]. L'observation visuelle de l'état des échantillons à la suite de l'essai de compression simple a généralement révélé un mode de rupture en cisaillement (figure 6.4).



FIGURE 6.4 – Illustration de la rupture en cisaillement des échantillons non gelés.

Pour évaluer le module d'Young, trois cycles de chargement-déchargement sont appliqués sur les échantillons et la valeur moyenne obtenue pour ces trois boucles est retenue. La figure 6.5 montre les résultats d'essais de chargement-déchargement obtenus à RH75 et S95 pour les trois terres.

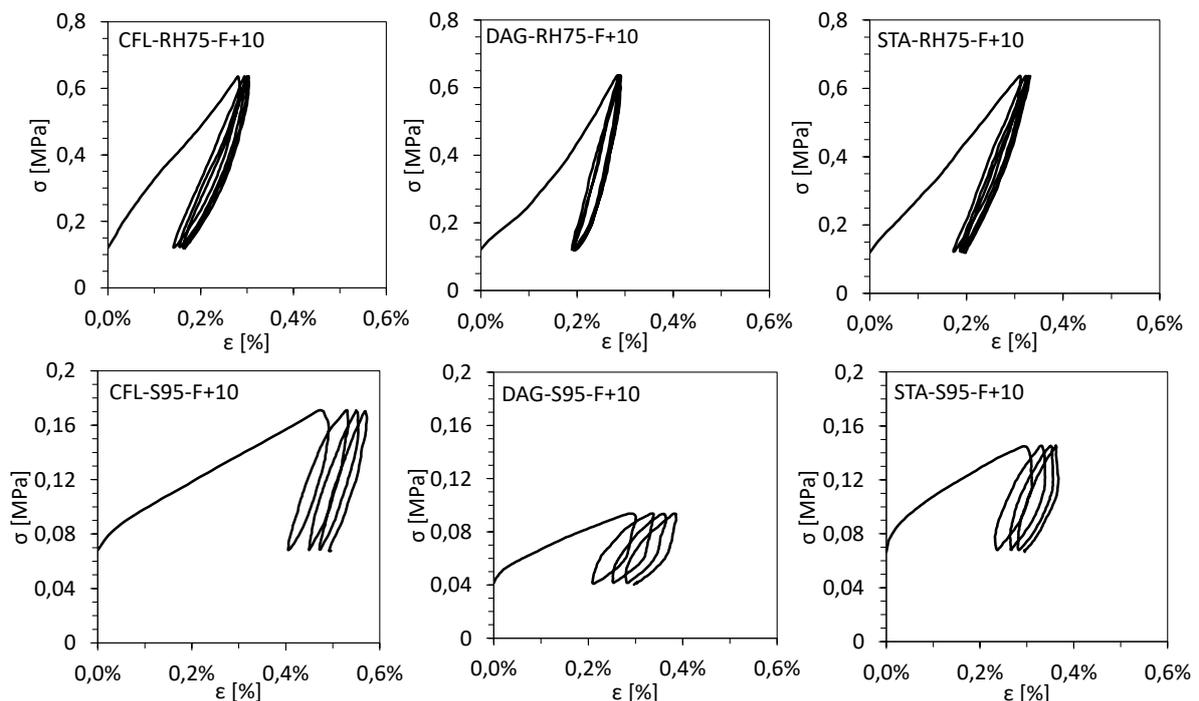


FIGURE 6.5 – Exemples de courbes de chargement-déchargement dans le plan contrainte-déformation.

On constate généralement des boucles quasi-identiques pour les échantillons secs (S0) et peu saturés (RH75 et RH95). Cependant, dans le cas d'échantillons très humides, la répétition des cycles de chargement-déchargement augmente la déformation résiduelle.

Cette accumulation de déformation permanente avec le nombre de cycles de chargement est généralement attribuée à l'irréversibilité du comportement (plastique) des sols quasi-saturés pouvant être due au fluage ou éventuellement à de la fatigue [140, 141].

La figure 6.6 montre l'évolution du module d'Young E [MPa] en fonction de la saturation liquide initiale S_{L0} pour les températures de 0 °C et +10 °C lors des phases de gel et de dégel.

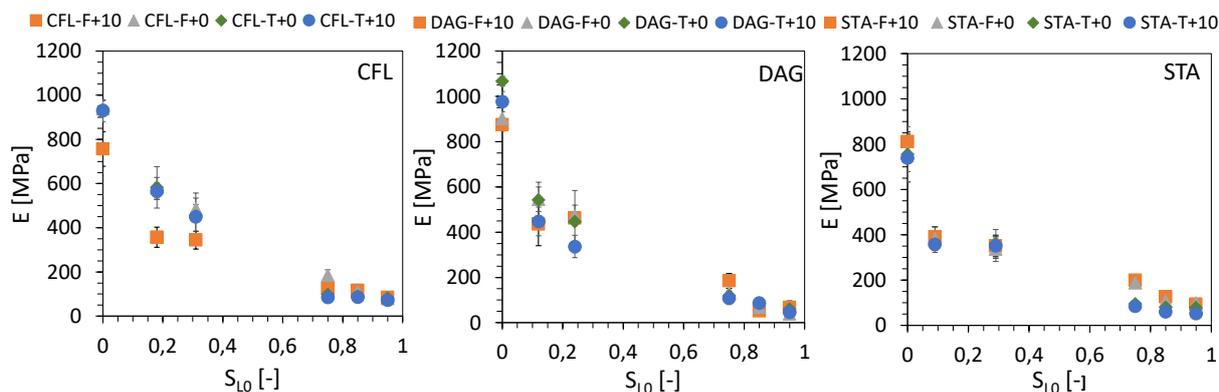


FIGURE 6.6 – Évolution du module d'Young E en fonction de la saturation liquide S_{L0} pour CFL, DAG et STA à F+10, F+0, T+0 et T+10.

Généralement, l'écart-type relatif dans la mesure du module d'Young varie de 1% à 25% sans tendance claire avec le niveau d'humidification. Pour les trois matériaux, on peut observer une décroissance du module d'Young avec la saturation liquide. Cette diminution présentant une allure exponentielle est bien marquée lors de la transition de l'état sec (S_0) au domaine hygroscopique (RH75, RH95) et du domaine hygroscopique aux conditions pathologiques (S_{75} , S_{85} et S_{95}). Les différentes terres présentent des valeurs similaires de raideur élastique dans les domaines hygroscopiques et quasi-saturés. En outre, les mesures aux deux températures (0 °C et +10 °C) ne montrent pas une influence claire de la température sur le module d'Young ; ce qui a été aussi souligné dans le domaine hygroscopique pour des températures de 21 °C et 30 °C [65].

6.2.2 Effet de la formation de glace

L'essai de compression à basses températures a été réalisé afin de comprendre l'influence de la formation de glace sur le comportement mécanique de la terre. Les courbes de contrainte-déformation obtenues à F-10 et F-20 sont présentées sur la figure 6.7.

Globalement, les courbes des échantillons S_0 , RH75 et RH95 ne varient pas significativement à -10 °C et -20 °C comparées aux résultats à F+10 (figure 6.3). Ce résultat confirme que la quantité de glace formée est soit nulle soit trop faible pour modifier significativement le comportement mécanique du matériau terre.

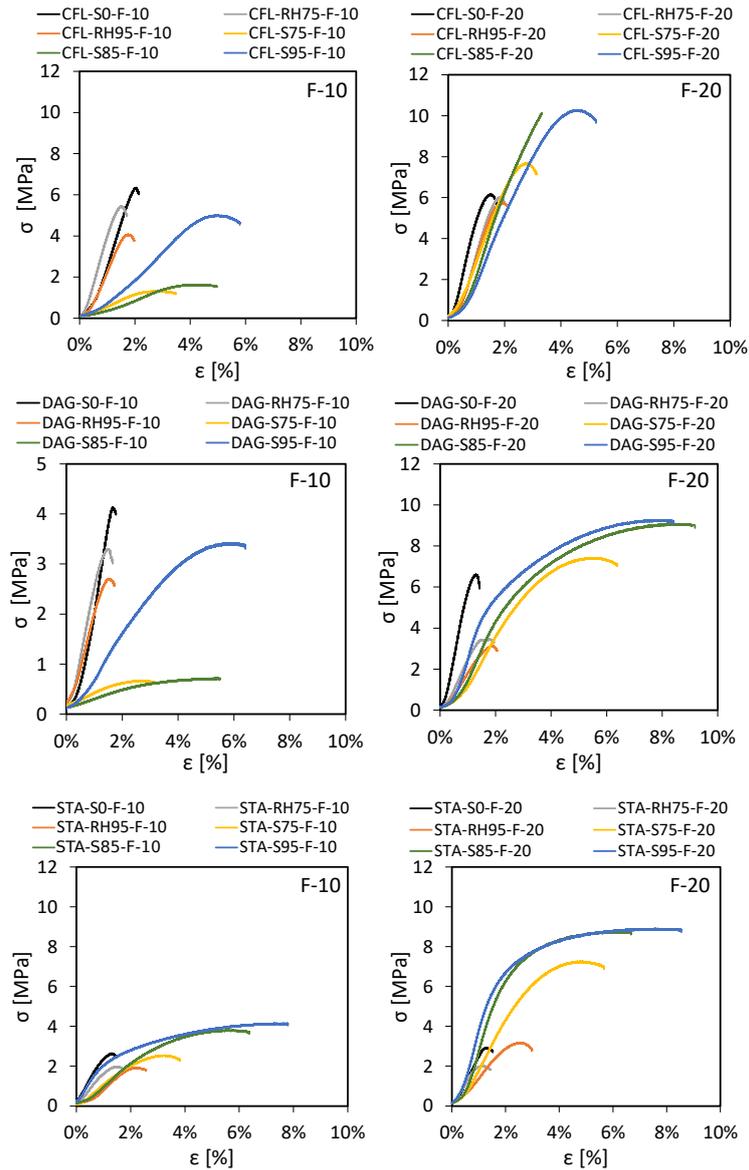


FIGURE 6.7 – Courbes de contrainte-déformation à F-10 et F-20.

Cependant, pour les fortes saturations, on constate une modification significative du comportement mécanique pour les trois terres. Ce changement se traduit par une nette augmentation de la résistance mécanique en fonction de la saturation liquide initiale et de la température de refroidissement (figure 6.8).

Sur cette figure, on observe aussi que la résistance mécanique lors du dégel à $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ est supérieure à celle au point de gel à la même température. On peut alors comprendre que la résistance mécanique évolue principalement en fonction de la saturation en glace. En effet, plusieurs études expérimentales ont observé une augmentation de la résistance en compression avec la quantité de glace dans les sols [105, 282, 292, 351]. L'augmentation de la résistance mécanique d'un sol compacté gelé est généralement associée à la présence

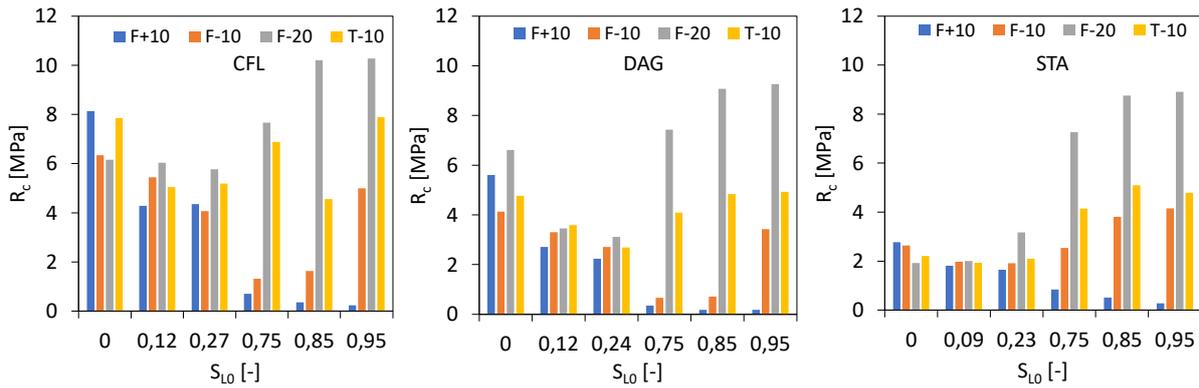


FIGURE 6.8 – Évolution de la résistance à la compression R_c en fonction de la température à différentes saturations liquide initiales.

de glace interstitielle qui joue un rôle de cimentation dans la matrice solide.

La figure 6.9 montre les différents modes de rupture observés lors de l’essai de compression uniaxiale à basses températures.



FIGURE 6.9 – Illustration des différents modes de rupture des échantillons gelés.

On peut observer sur des échantillons peu humides une rupture due à la propagation de fissures verticales depuis la partie supérieure de l’échantillon. Ces fissures peuvent aussi s’accompagner d’une importante augmentation de la déformation radiale. On note aussi un effritement significatif de l’échantillon dû à la propagations des fissures. Sur des échantillons initialement très humides (S85 ou S95), le chargement mécanique produit une importante contraction longitudinale sans fissuration. La rupture en forme de tonneau est analogue à celle de la glace. Généralement, les échantillons subissent d’importantes déformations plastiques marquées par une contraction axiale significative de l’échantillon après test comparé à un échantillon non testé (figure 6.10).

La figure 6.11 montre quelques résultats des essais de chargement-déchargement sur des échantillons de la terre CFL testés à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Pour les trois terres étudiées, on retrouve des tendances identiques pour les échan-



FIGURE 6.10 – Différence de l'état des échantillons avant et après l'essai de compression.

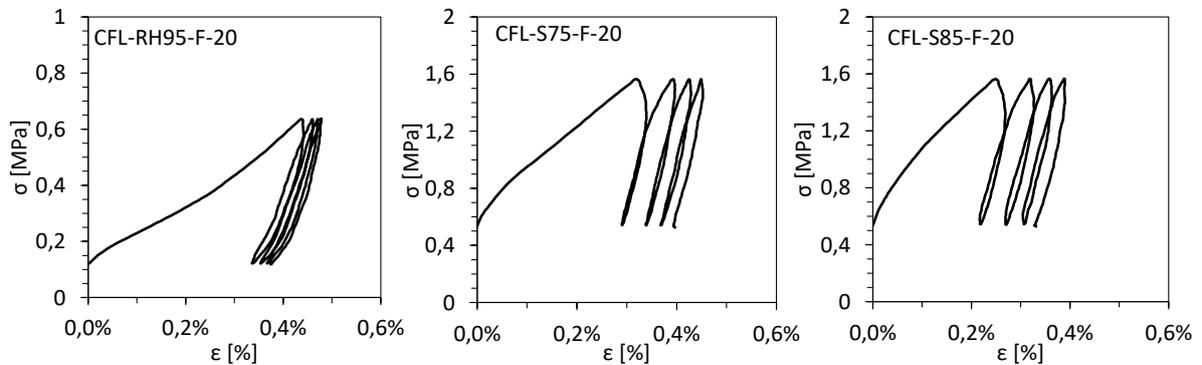


FIGURE 6.11 – Exemples de courbes de chargement-déchargement sur des échantillons gelés.

tillons non gelés (S0, RH75 et RH95) d'une part et des échantillons gelés (S75, S85 et S95) d'autre part. On observe que la répétition du chargement-déchargement produit une augmentation de la déformation résiduelle à la fin de chaque cycle pour les échantillons gelés alors que dans le cas d'échantillons non gelés à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, les boucles sont très similaires. Avec la répétition des cycles de chargement-déchargement, Li et al. [198] ont également noté une nette accumulation de la déformation résiduelle des sols gelés et sous confinement.

Les courbes sur les figures 6.12, 6.13 et 6.14 montrent respectivement l'évolution du module d'Young avec la température au cours d'un cycle de gel-dégel pour CFL, DAG et STA. Les courbes obtenues présentent une allure similaire aux courbes de gel-dégel mesurées dans le chapitre 5. Cela peut montrer que l'évolution du module d'Young dépend fortement de la quantité de glace formée dans le milieu poreux. Une telle corrélation entre l'augmentation du module d'Young et la diminution de la température a aussi été identifiée sur des sols gelés par méthode ultrasonique [73, 184, 332].

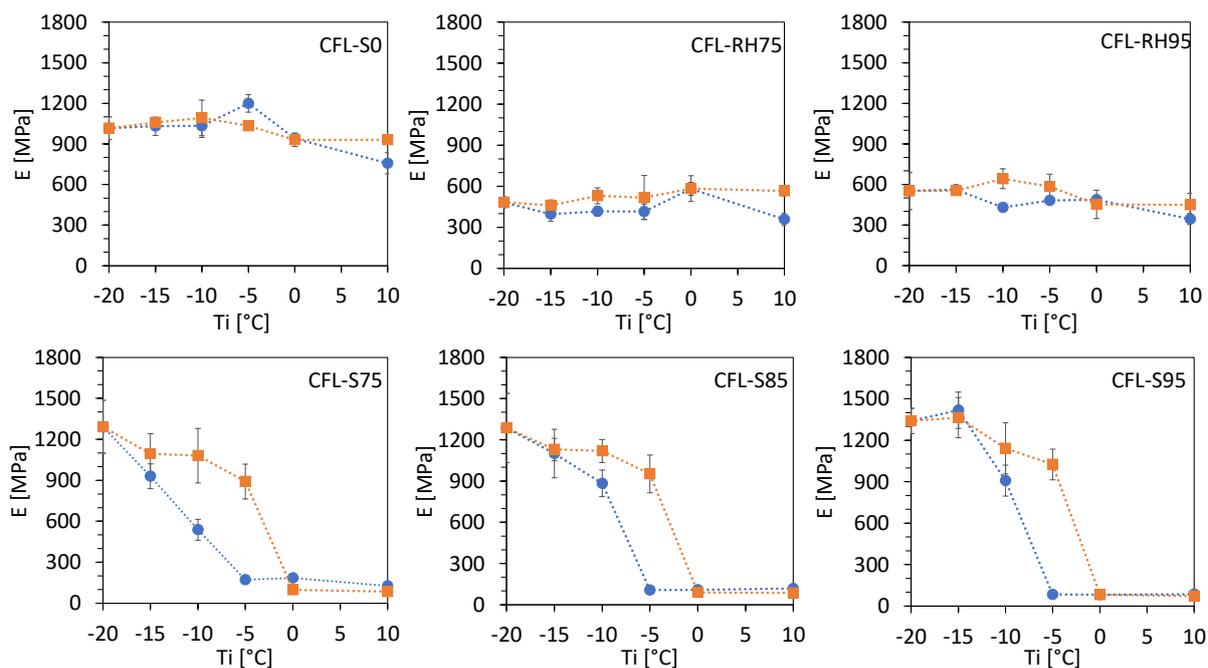


FIGURE 6.12 – Évolution du module d'Young E en fonction de la température de gel (en bleu) et de dégel (en orange) à différentes saturations liquide initiales pour CFL.

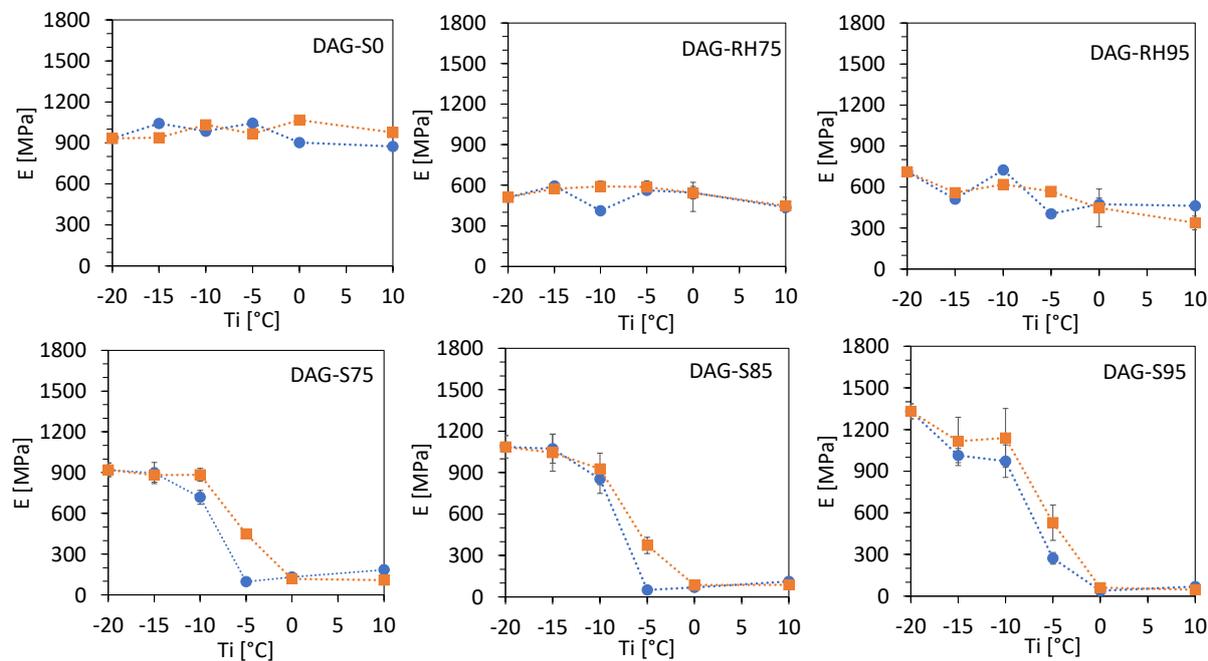


FIGURE 6.13 – Évolution du module d'Young E en fonction de la température de gel (en bleu) et de dégel (en orange) à différentes saturations liquide initiales pour DAG.

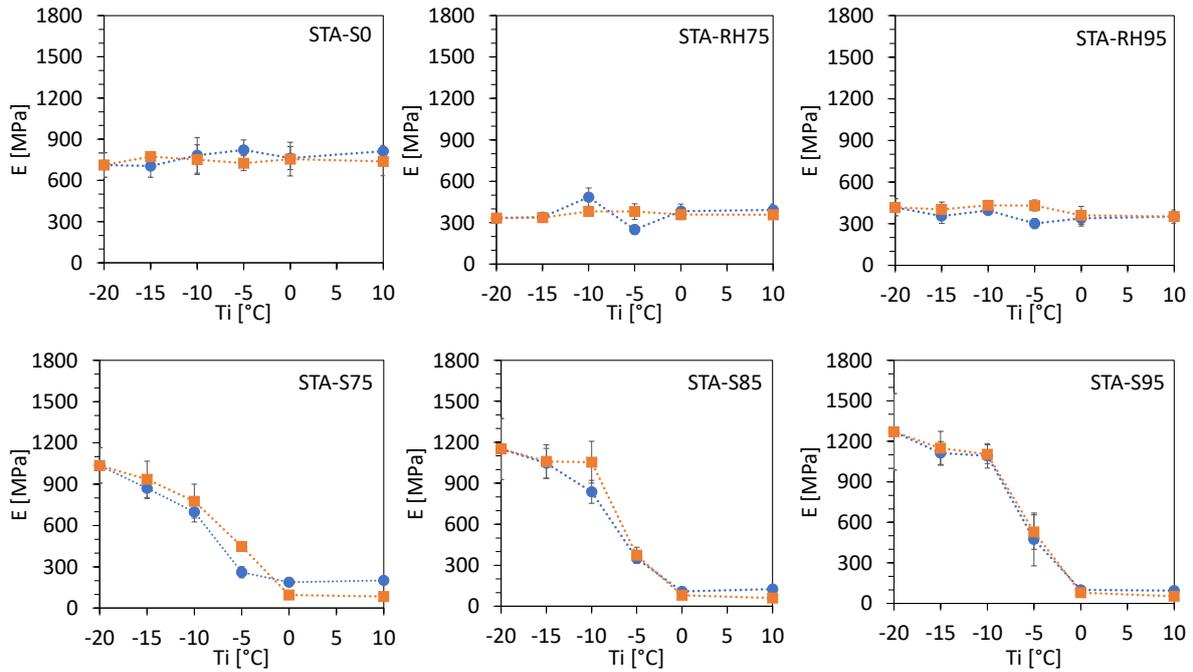


FIGURE 6.14 – Évolution du module d’Young E en fonction de la température de gel (en bleu) et de dégel (en orange) à différentes saturations liquide initiales pour STA.

6.3 Conclusion

La campagne d’essais de chargement simple et de chargement-déchargement a permis de mettre en évidence l’impact de la saturation liquide initiale et de la formation de glace sur le comportement mécanique des échantillons de terre compactée. Les mesures de la résistance à la compression uniaxiale R_C et du module d’Young sécant E montrent que la quantité d’eau impacte significativement le comportement rhéologique de la terre compactée. De manière générale, les performances mécaniques du matériau diminuent avec la saturation liquide suivant le type d’argiles.

Pour l’état sec et les conditions d’humidités normales (S0, RH75 et RH95), aucune modification significative du comportement mécanique est observée lors du refroidissement sur la plage de températures de +10 à -20 °C. Cela montre, de manière indirecte, une absence ou une quantité insignifiante de glace formée dans ces conditions hydriques. Cependant, dans les conditions d’humidification pathologiques (S75, S85 et S95), la formation de glace induit une modification significative du comportement mécanique de la terre compactée. La présence de glace interstitielle a un effet de cimentation de la matrice solide, qui se traduit par une nette augmentation de la résistance à la compression et du module d’Young avec le refroidissement.

Chapitre 7

Évaluation de la déformation au gel-dégel sous charge constante

Contents

7.1	Méthode d’essai de gel-dégel sous charge constante	130
7.1.1	Présentation du dispositif expérimental	130
7.1.2	Protocole d’essais de gel-dégel sous charge constante	133
7.1.3	Calibrage de la mesure de la déformation	135
7.2	Résultats expérimentaux	136
7.2.1	Profils de la températures internes	136
7.2.2	Coefficient de dilatation thermique	138
7.2.3	Influence de la saturation liquide initiale	139
7.2.4	Influence de la contrainte axiale	142
7.2.5	Influence de la répétition des cycles	145
7.3	Discussions	148
7.3.1	Compréhension du mécanisme de retrait au gel	148
7.3.2	Analyse de l’impact de la contrainte verticale	150
7.4	Conclusion	154

Les études précédentes ont montré que la formation de glace qui dépend de l'état de saturation liquide initiale du matériau peut induire d'importantes modifications du comportement mécanique des matériaux en terre crue au cours du gel-dégel. Ce chapitre sera consacré à l'identification et à la compréhension des processus physiques et mécaniques associés à l'endommagement au gel-dégel des matériaux non saturés. Pour cela, la mesure de la déformation axiale d'échantillons en terre soumis à plusieurs cycles de gel-dégel sera effectuée dans cette campagne d'essais en laboratoire.

La mesure de la déformation au cours du gel-dégel constitue une méthode simple, efficace et largement utilisée pour évaluer la durabilité au gel-dégel d'un matériau poreux [97]. Les premiers travaux de T.C Powers [265] sur l'étude de la déformation des bétons ont permis d'identifier et de quantifier les mécanismes d'endommagement au gel-dégel des matériaux cimentaires. L'évaluation des déformations résiduelles induites par les cycles de gel-dégel peut aussi donner des indications sur le développement de fissures dans la microstructure [256]. La mesure de la déformation au gel constitue aussi une méthode recommandée dans les essais standardisés pour les bétons [11, 12] et les sols [8] afin d'évaluer leur sensibilité au gel-dégel. Néanmoins, la déformation mécanique au gel-dégel des matériaux poreux non saturés a été très peu étudiée dans la littérature. En outre, un aspect très important mais peu abordé dans l'évaluation de la déformation au gel-dégel des sols compactés est la prise en compte de l'état de chargement mécanique du matériau au cours de l'essai. Pour cela, un dispositif expérimental adapté sera mis en place pour appliquer différentes contraintes mécaniques sur les échantillons soumis aux cycles de gel-dégel. Ces essais sous charge constante fourniront ainsi une compréhension de l'influence du chargement mécanique sur les mécanismes de déformations au gel-dégel de la terre compactée en conditions d'exploitations.

7.1 Méthode d'essai de gel-dégel sous charge constante

7.1.1 Présentation du dispositif expérimental

L'étude expérimentale du comportement au gel-dégel porte sur les trois terres : CFL, DAG et STA. Les essais de gel-dégel sont effectués sur des échantillons cylindriques avec un diamètre de 35 mm et une hauteur de 70 mm dont la méthode de fabrication est présentée dans le chapitre 6. L'influence de la saturation liquide initiale sur les déformations au gel-dégel est examinée en conditions d'humidités normales (RH75 et RH95) et en situations d'humidification pathologiques (S75, S85 et S95). La méthode de cure est détaillée dans la section 5.2. A la suite du conditionnement hydrique, chaque échantillon est recouvert d'un film plastique suffisamment étanche pour maintenir la saturation li-

quide constante au cours des cycles de gel-dégel (durant plusieurs jours). Néanmoins, il est nécessaire que l'application du film plastique soit le plus souple possible afin que les déformations de l'échantillon au cours de l'essai ne soient limitées par la tension du film. Avant l'essai, les échantillons recouverts sont conservés au moins trois jours à température ambiante afin de garantir une bonne homogénéité hydrique dans chaque échantillon.

Pour étudier l'influence du chargement mécanique sur le comportement au gel-dégel du matériau terre, deux valeurs de contrainte axiale sont sélectionnées dans cette campagne expérimentale : 0 et 100 kPa. La contrainte axiale de 100 kPa reproduit l'ordre de grandeur d'un état de chargement au niveau du soubassement d'un mur porteur en terre [86]. Cette valeur permet aussi de rester en dessous des résistances mécaniques des échantillons très humides (S95) mesurées dans le chapitre 6. Le dispositif d'essai doit alors permettre le maintien d'une contrainte axiale de 0 ou 100 kPa au cours de l'essai de gel-dégel. Le bâti de chargement réalisé pour cette étude expérimentale est présenté sur la figure 7.1. Il comprend un plateau sur lequel un disque de 10 kg peut être installé afin d'appliquer une surcharge de 102 kPa sur l'échantillon chargé (σ_{100}). Toutefois, même en l'absence de la surcharge sur le plateau, il convient de noter qu'une légère contrainte axiale sur les échantillons est due au poids propre des pièces métalliques du bâti (plateau, piston de chargement, bille et chapeau supérieur) qui reposent sur l'échantillon (partie du dispositif en gris clair sur la figure 7.1). Le poids de l'ensemble de ces éléments exerce une contrainte axiale d'environ 15 kPa sur l'échantillon. Le tableau 7.1 décrit les différentes contraintes axiales appliquées sur un échantillon sans surcharge (σ_0) ou sous charge (σ_{100}).

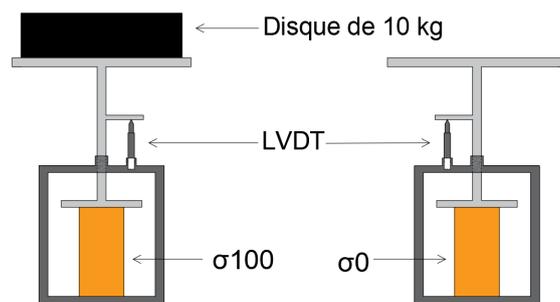


FIGURE 7.1 – Schéma du bâti de chargement permettant l'application d'une contrainte axiale de 0 ou de 100 kPa.

TABLE 7.1 – Description des différentes contraintes appliquées sur les échantillons cylindriques 35x70.

Désignation	Surcharge [kPa]	Bâti [kPa]	Total [kPa]
σ_0	0	15	15
σ_{100}	102	15	117

Quatre bâtis identiques ont ainsi été construits pour permettre un doublement des essais sous σ_0 et σ_{100} . Pour rappel, chaque configuration d'essais est notée X-Y où X désigne le matériau et Y la condition hydrique initiale. Ainsi, pour chaque configuration, les quatre échantillons utilisés seront nommés : X-Y- σ_0 -A, X-Y- σ_0 -B, X-Y- σ_{100} -A et X-Y- σ_{100} -B.

Chaque bâti de chargement est équipé d'un capteur de déplacement LVDT Model S5 de la marque Honeywell. Ce capteur a été choisi en raison de sa capacité de fonctionnement en températures négatives jusqu'à -20 °C et de sa bonne étanchéité à l'eau. Chaque capteur LVDT est relié à un conditionneur-afficheur Tracker 260 qui permet de générer un signal électrique ± 5 V proportionnel au déplacement mesuré par le capteur. Une centrale d'acquisition CR1000 de la marque Campbell Scientific est utilisée pour récupérer la tension du signal fourni par chacun des quatre conditionneurs. L'étalonnage préalable de la chaîne de mesure et d'acquisition (capteur + conditionneur + centrale d'acquisition) est réalisé à l'aide d'une vis micrométrique dans une salle régulée à une température de 20 ± 2 °C. Pour chaque capteur, la courbe d'étalonnage définie permet de convertir la tension du signal récupérée par la centrale d'acquisition en déplacement sur une plage de mesure de ± 1.5 mm avec une incertitude de 7 μ m. Cet étalonnage a aussi permis de programmer la visualisation directe sur le conditionneur-afficheur du déplacement mesuré par le capteur LVDT.

Les essais de gel-dégel sont effectués dans le laboratoire du CEREMA Centre-Est équipé d'une enceinte climatique de modèle FITOCLIMA 300 de la marque Aralab permettant une régulation en température sur une plage de -45 °C à 180 °C avec une précision de ± 0.5 °C. En températures positives, cette enceinte climatique permet aussi une régulation de l'humidité relative entre 10%RH et 98%RH avec une précision de ± 2 %RH. L'enceinte dispose aussi d'une sonde mobile permettant la mesure de la température au sein d'un échantillon avec une précision de ± 0.2 °C. Ainsi, lors de l'essai de gel-dégel pour chaque configuration X-Y, la sonde mobile est insérée dans un échantillon témoin noté X-Y-Ti qui est utilisé uniquement pour la mesure de la température interne. La régulation de la température et de l'humidité de l'enceinte est programmable via le logiciel FitoLog qui permet aussi une visualisation et un enregistrement des données issues des capteurs de l'enceinte climatique avec un intervalle de temps minimal de dix secondes. Ainsi, ce pas de temps est retenu pour l'acquisition de toutes les mesures du dispositif d'essai (déplacement, température, humidité relative) afin de simplifier leur synchronisation. L'ensemble du dispositif expérimental décrit dans cette partie est illustré sur la figure 7.2.



FIGURE 7.2 – Illustration de l'ensemble du dispositif d'essai de gel-dégel sous charge constante.

7.1.2 Protocole d'essais de gel-dégel sous charge constante

La mise en place de la masse de 10 kg sur le bâti de chargement est susceptible de produire d'importantes vibrations vu que les bâtis sont posés sur des grilles métalliques dans l'enceinte climatique. Cela peut même décaler le capteur LVDT du point de mesure du déplacement axial. Afin de limiter ces perturbations, il est nécessaire de définir un protocole de mise en charge des échantillons avant la réalisation des essais de gel-dégel entre +10 et -20 °C. Pour cela, un dispositif de calage composé d'une tige filetée et d'une douille est fixé sur chaque bâti à proximité du capteur LVDT. La procédure de chargement des échantillons est présentée sur la figure 7.3.

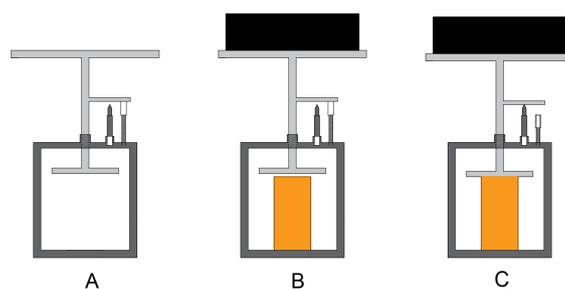


FIGURE 7.3 – Protocole de mise en place de la charge sur un échantillon.

Lorsque le bâti est installé dans l'enceinte climatique, la douille est mise en position sortante pour immobiliser le piston (figure 7.3.A). Ainsi, lors de la mise en place de l'échantillon et de la masse de 10 kg, le poids de cette dernière en plus des pièces du bâti est intégralement repris par le dispositif de calage (tige filetée + douille) et l'échantillon est sous charge nulle (figure 7.3.B). Une consigne de +10 °C est imposée pendant 2 h dans

l'enceinte climatique pour obtenir une température identique au cœur des échantillons. Dès lors, la douille est vissée en position entrante (descendante) afin de libérer le piston et d'appliquer la contrainte axiale sur l'échantillon progressivement. Pour protéger le capteur LVDT, la position entrante de la douille est aussi réglée pour qu'elle puisse reprendre la contrainte axiale appliquée sur l'échantillon si ce dernier venait à s'effondrer au cours de l'essai. Le même protocole (sans mise en place de la surcharge) est appliqué pour les échantillons sans surcharge.

A la suite de l'installation de l'échantillon et de la surcharge, le profil de température présenté sur la figure 7.4 est imposé dans l'enceinte climatique pour effectuer un cycle de gel-dégel.

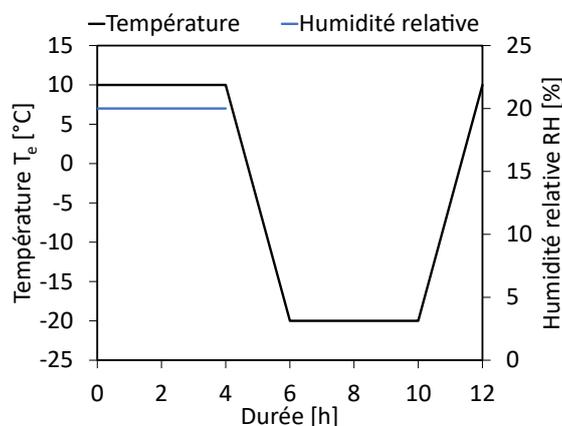


FIGURE 7.4 – Profils de température et d'humidité relative imposées dans l'enceinte climatique pour un cycle de gel-dégel.

Initialement, la température est maintenue constante à $+10$ °C pendant 4 h afin de rétablir et maintenir une température identique au sein des échantillons testés. Après cela, le refroidissement est appliqué pendant 2 h pour atteindre la température minimale de -20 °C. Cette température est ensuite maintenue constante pendant 4 h avant d'être augmentée pendant 2 h jusqu'à $+10$ °C. La variation de température est ainsi déterminée pour accélérer les cycles de gel-dégel tout en évitant de produire d'importants gradients thermiques dans les échantillons. Ces paramètres d'essai sont aussi retenus car ils permettent d'atteindre des températures stabilisées au cœur des échantillons lors du gel et du dégel. Cette vérification est effectuée grâce à la mesure de la température interne à l'échantillon témoin pour chaque configuration. Les mesures de température interne seront présentées dans la sous-section 7.2.1. Durant le palier de dégel à $+10$ °C, une humidité relative de 20%RH est aussi imposée dans l'enceinte climatique. Cette faible humidité est nécessaire pour éliminer l'eau liquide se condensant sur le bâti de chargement notamment au niveau du piston. En effet, aux cycles suivants, cette eau pourrait geler et bloquer le coulissement du piston ; ce qui produirait des erreurs dans la mesure de la déformation

axiale des échantillons lors des cycles répétés de gel-dégel. Finalement, cette méthode de gel-dégel est appliquée sur 12 cycles par similitude avec la norme ASTM D560 [166].

7.1.3 Calibrage de la mesure de la déformation

Durant un essai de gel-dégel, les variations de températures induisent des contractions-dilatations thermiques du bâti de chargement. Ces déformations thermiques doivent être soustraites des déformations totales mesurées par les capteurs afin de ne retenir que les déformations exactes des échantillons testés. Pour ce faire, chaque bâti est calibré en utilisant une barre cylindrique en Invar[®] (de mêmes dimensions que les échantillons de terre). L'Invar qui est composé d'environ 64% de fer et 36% de nickel est un alliage dont le coefficient de dilatation thermique est inférieur à $2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [343] au-dessous de 90 °C. Il est alors possible de considérer la déformation thermique de l'Invar négligeable devant celles des autres matériaux contenus dans le bâti de chargement (acier, aluminium) dont les coefficients de dilatation thermique sont de l'ordre de 10^{-5} K^{-1} [250].

Le calibrage thermique consiste à appliquer le cycle de température et d'humidité relative défini sur la figure 7.4 sur chaque bâti en utilisant la barre en Invar à la place des échantillons en terre et à mesurer les déplacements en fonction de la température. La figure 7.5 montre un exemple d'un bâti de chargement avec la barre cylindrique en Invar.

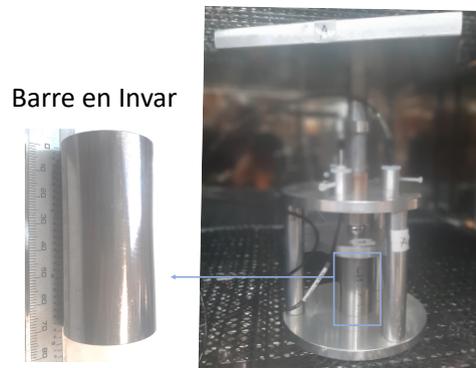


FIGURE 7.5 – Présentation de la barre cylindrique en Invar utilisée pour le calibrage thermique.

Ainsi, pour chaque bâti, la courbe de correction thermique correspond à la variation du déplacement thermique ΔL_{th} en fonction de la température de l'enceinte climatique T_e . Un exemple de mesure pour un bâti est présenté sur la figure 7.6. Généralement, les déformations thermiques des bâtis induisent un déplacement de -0.042 mm environ au niveau du LVDT pour une variation de température de +10 °C à -20 °C. On remarque aussi sur la figure 7.6.(b) un écart non négligeable de déplacement thermique entre la phase de refroidissement (au gel) et de réchauffement (au dégel). Cela s'explique par le fait que la courbe de calibration s'exprime, ici, en fonction de la température de l'enceinte

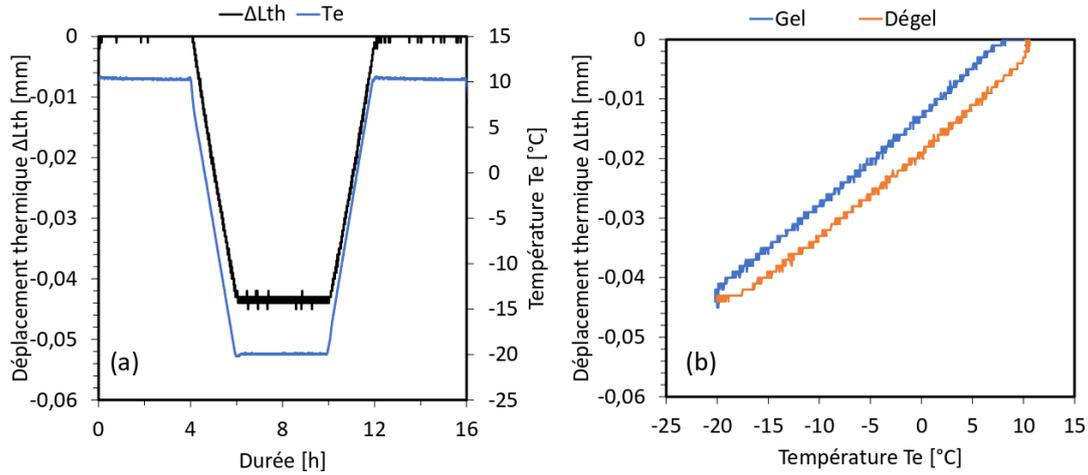


FIGURE 7.6 – Résultats de la calibration thermique d’un bâti de chargement.

qui est différente de celles des pièces métalliques en raison de leurs propriétés thermiques.

Ainsi, la déformation axiale de l’échantillon ε à une température donnée T_e peut être calculée avec la relation (7.1) suivante :

$$\varepsilon(T_e) = \frac{\Delta L(T_e) - \Delta L_{th}(T_e)}{L_0} \quad (7.1)$$

où $\Delta L(T_e)$ est le déplacement total mesuré par le capteur LVDT, $\Delta L_{th}(T_e)$ le déplacement thermique du bâti déterminé avec sa courbe de calibrage et L_0 la hauteur initiale de l’échantillon.

7.2 Résultats expérimentaux

Pour chaque terre étudiée (CFL, DAG et STA), la campagne d’essais de gel-dégel sous charge constante de 0 et de 100 kPa (hors poids du piston) est réalisée pour étudier le comportement au gel-dégel en situations de service normales en hiver (RH75 et RH95) et en conditions d’humidification pathologiques (S75, S85 et S95).

7.2.1 Profils de la températures internes

Les profils de température des cinq conditions hydriques pour la terre CFL sont présentés sur la figure 7.7.

Sur cette figure, T_e représente la température de l’enceinte climatique et $Y-T_i$ correspond à la température interne mesurée en cœur de chaque échantillon témoin via la sonde mobile de l’enceinte pour chaque condition hydrique Y donnée (RH75, RH95, S75, S85 ou S95). Les résultats montrent un écart entre la température de l’enceinte et la

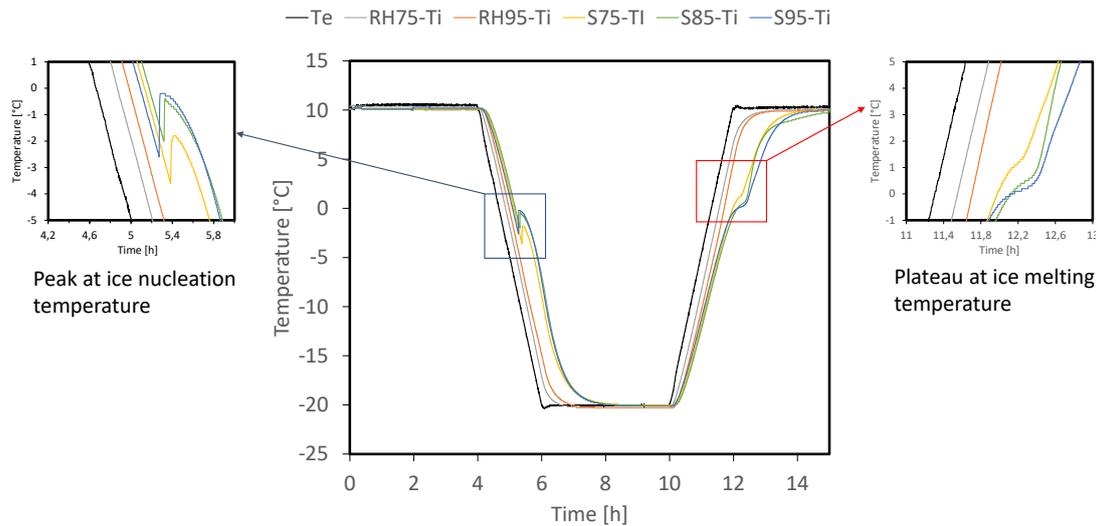


FIGURE 7.7 – Profil de températures pour un cycle de gel-dégel sur la terre CFL.

température interne mesurée pour chaque condition hydrique. Néanmoins, on constate que la durée de 4 h pour les paliers à +10 et à -20 °C est suffisante pour permettre aux échantillons d’atteindre l’équilibre thermique à la fin de chaque phase (gel et dégel).

Également, on retrouve des comportements thermiques identiques à ceux identifiés lors de la mesure diélectrique pour la détermination des courbes de gel-dégel (chapitre 5). En effet, sur la figure 7.7, on remarque la présence de pics de nucléation (cadre en bleu) et de paliers de fusion (cadre en rouge) uniquement pour les fortes saturations (S75, S85 et S95). Également, la figure 7.8 montre des températures de nucléation T_{nuc} comprises entre -2.5 et 3.5 °C pour DAG et entre -3 à -4.2 °C pour STA aux trois conditions d’humidification pathologiques. On constate que ces valeurs sont très similaires aux températures de nucléation identifiées avec la méthode diélectrique qui sont de -2.5 °C pour DAG et de -2 à -4 °C pour STA (sous section 5.5.1).

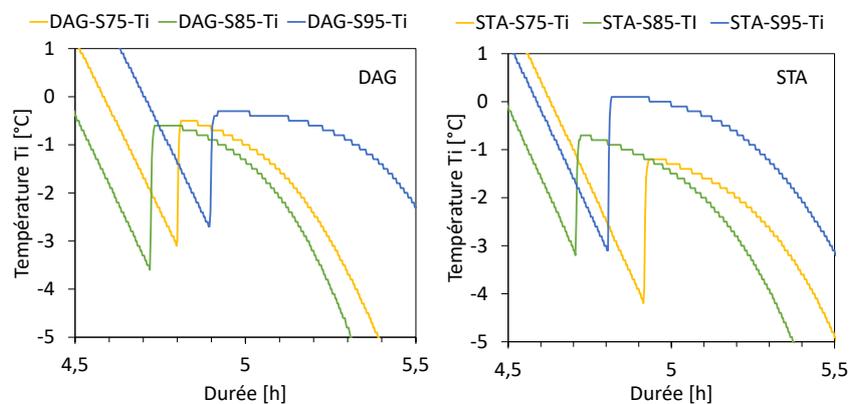


FIGURE 7.8 – Zoom sur les températures de nucléation de DAG et STA en conditions d’humidifications pathologiques.

La correspondance des comportements thermiques souligne la bonne adaptation des cinétiques de refroidissement-réchauffement choisies pour chaque échelle étudiée qui sont de $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C.h}^{-1}$ pour les briques (170 x 140 x 100 mm) et $\pm 15 \text{ }^\circ\text{C.h}^{-1}$ pour les échantillons cylindriques (35 x 70 mm). Ainsi, ce résultat peut aussi confirmer une cohérence des phénomènes physiques associés au gel-dégel de l'eau interstitielle entre les deux géométries d'échantillons étudiées.

7.2.2 Coefficient de dilatation thermique

Afin de déterminer le coefficient de dilatation thermique de chaque terre, deux échantillons à l'état sec (S0) sans surcharge (σ_0) sont soumis à une variation de température suivant le profil de la figure 7.4 sur trois cycles. Les courbes de déformation axiale (ε) en fonction de la température (T) pour le 1^{er} cycle appliqué sur les trois matériaux secs (CFL-S0, DAG-S0 et STA-S0) sont reportées sur la figure 7.9.

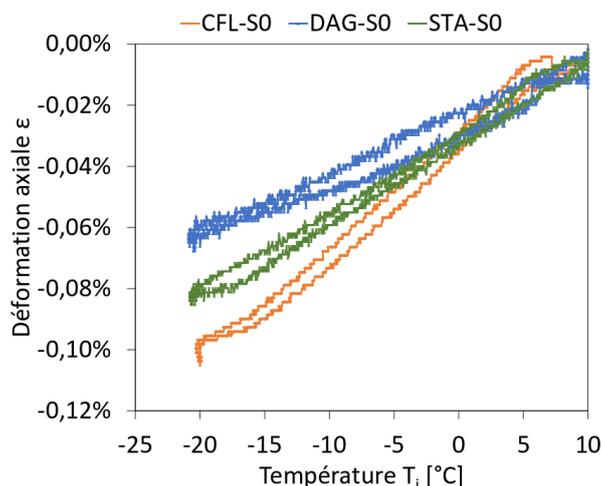


FIGURE 7.9 – Déformation des matériaux secs en fonction de leurs températures internes.

Globalement, pour chaque terre, on observe un comportement linéaire avec un faible écart entre le refroidissement et le réchauffement. Ainsi, il est possible de calculer le coefficient de dilatation thermique α_{th} de chaque matériau :

$$\alpha_{th} = \frac{d\varepsilon}{dT} \quad (7.2)$$

En considérant les trois cycles et le doublement des échantillons secs pour chaque matériau, on retrouve $\alpha_{th} = (3.5 \pm 0.5) \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ pour CFL, $\alpha_{th} = (2.5 \pm 0.5) \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ pour DAG et $\alpha_{th} = (3.0 \pm 0.5) \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ pour STA. Dans la littérature, aucune étude n'a été trouvée pour pouvoir expliquer clairement la raison de ces différences dans les coefficients de dilatation thermique des trois matériaux terre. Néanmoins, on peut supposer

que la composition minéralogique impacte le comportement thermique du matériau étant donné que les minéraux (quartz, kaolinite, illite) présentent des coefficients de dilatation linéaire thermique différents et compris entre 2.5 et $3.5 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ [62, 93]. En plus, vu que les coefficients de dilatation thermique linéaire des argiles gonflantes (smectite, bentonite) sont situés entre $4.0 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ et $1.0 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ [344], cela pourrait expliquer la faible valeur de α_{th} de la terre DAG qui est celle contenant le plus d'argiles gonflantes.

On peut noter que les contractions thermiques des échantillons secs correspondent à des déplacements pouvant atteindre -0.04 à -0.07 mm à la température minimale ($-20 \text{ }^\circ\text{C}$) qui sont du même ordre de grandeur que la contraction thermique des bâtis de chargement $\Delta L_{th}(T_e = -20 \text{ }^\circ\text{C}) \approx -0.04$ mm. Ce constat justifie bien la nécessité de la correction des dilatations-contractions thermiques des bâtis de chargement pour le calcul de la déformation axiale des échantillons (eq.7.1).

7.2.3 Influence de la saturation liquide initiale

La figure 7.10 présente les courbes de déformations axiales en fonction de la température obtenues au cours du premier cycle de gel-dégel appliqué sur les échantillons sans surcharge (σ_0) à différentes saturations liquide initiales (S0, RH75, RH95, S75, S85 et S95).

Pour les conditions hygroscopiques (RH75 et RH95), les déformations axiales maximales sont de l'ordre de -0.05% à -0.1% . Elles sont de la même amplitude que les déformations axiales des échantillons secs (S0) de chaque matériau pour une variation de température identique (de $+10 \text{ }^\circ\text{C}$ à $-20 \text{ }^\circ\text{C}$). On peut ainsi dire qu'un refroidissement jusqu'à $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ ne produit que des déformations thermiques pour des matériaux terre conditionnés à RH75 et RH95. Pour RH75, ce résultat est cohérent avec l'absence de glace formée identifiée sur les courbes de gel-dégel (voir figure 5.9). Dans le cas de RH95, les résultats confirment que la formation de glace n'est pas suffisamment importante pour induire des déformations dues au gel-dégel de l'eau interstitielle. Ce constat est bien en accord avec l'absence de changement des propriétés mécaniques (R_c et E) observée lors des essais de chargement (chapitre 6) pour les échantillons conditionnés à RH95. L'ensemble de ces résultats expérimentaux montre alors un bon comportement au gel des structures en terre crue exposées uniquement aux conditions d'humidités hivernales.

Pour les conditions d'humidification pathologiques (S75, S85 et S95), les échantillons présentent, en plus des déformations thermiques, d'importantes déformations pouvant être associées au gel-dégel. On remarque que les déformations axiales présentent une tendance similaire aux courbes de gel-dégel (figure 5.9) et dépendent principalement de la saturation liquide initiale et par conséquent de la quantité de glace (ou d'eau liquide restante) dans le matériau. Globalement, pour les trois matériaux présentés sur la figure

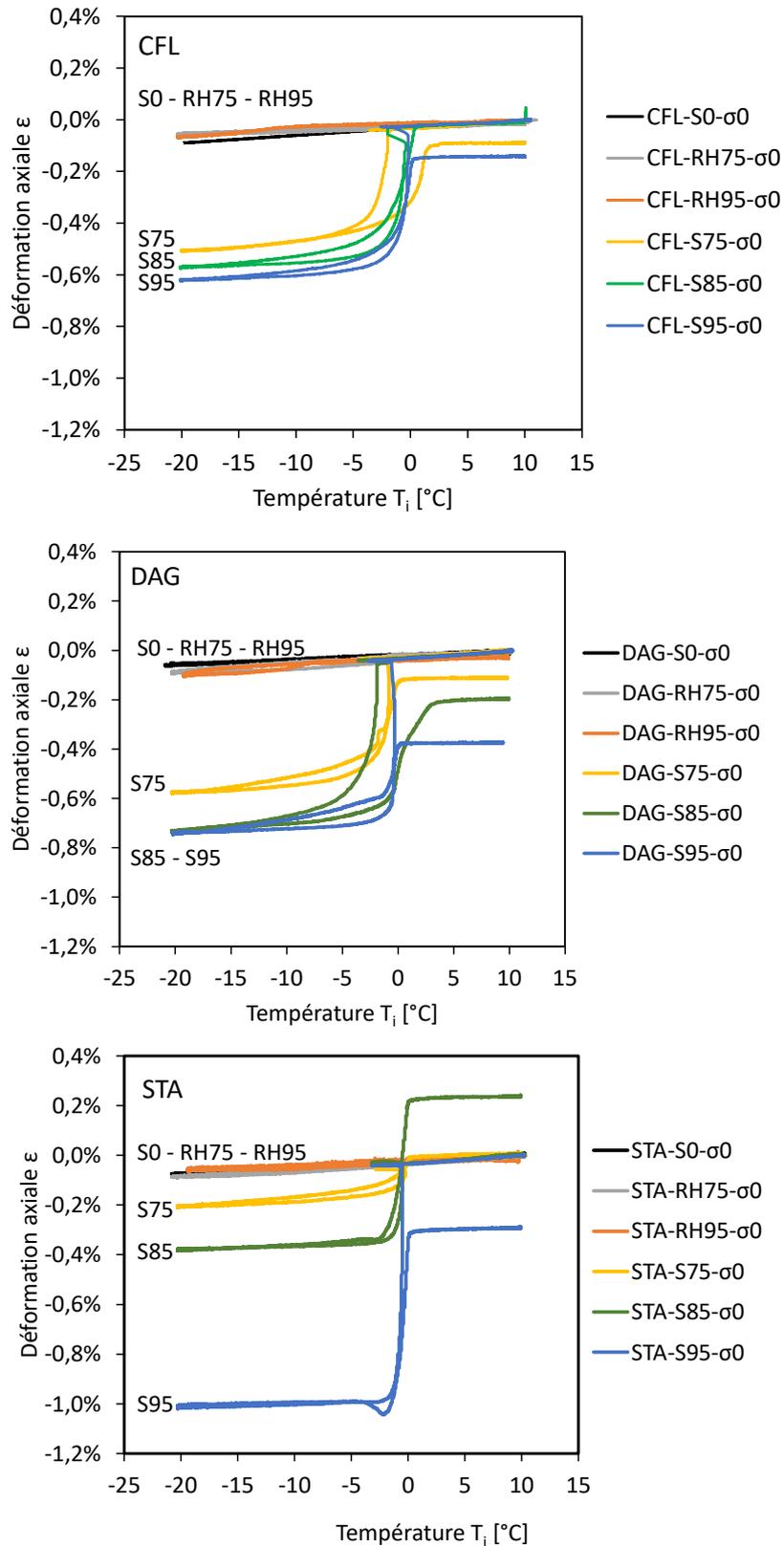


FIGURE 7.10 – Déformations axiales en fonction de la température pour un cycle de gel-dégel sur des échantillons sans surcharge (σ_0) de CFL, DAG et STA.

7.10, plus la saturation liquide initiale est élevée, plus la contraction est importante. Seuls les échantillons DAG-S85- $\sigma 0$ et DAG-S95- $\sigma 0$ présentent des valeurs similaires de retrait au gel. D'autre part, une hystérésis des déformations au gel-dégel est observée : elle est particulièrement sensible pour les terres CFL et DAG, mais très faible pour la terre STA. Pour les trois matériaux, cette hystérésis s'avère être de moins en moins marquée avec l'augmentation de la saturation liquide initiale.

A l'image du cas des matériaux poreux saturés [123, 348], il est possible d'identifier six étapes lors d'un cycle de gel-dégel sur les matériaux terre non saturés. L'exemple de CFL-S75- $\sigma 0$ est présenté sur la figure 7.11.

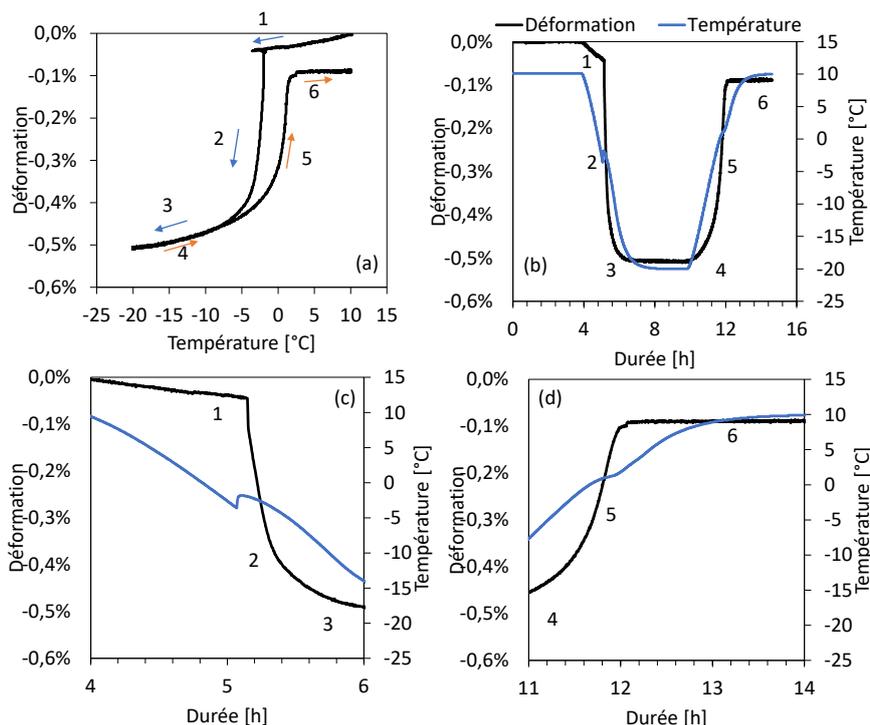


FIGURE 7.11 – Détail des six étapes de déformations au gel-dégel, exemple de CFL-S75- $\sigma 0$ -A.

- Étape 1 : De +10 à -3 °C, la glace ne se forme pas et la déformation linéaire du matériau est uniquement due à sa contraction thermique.
- Étape 2 : A la suite du pic de nucléation à $T_{nuc} \approx -3$ °C, une importante contraction se produit dans l'échantillon due à la formation de glace dans les pores les plus larges.
- Étape 3 : Avec le refroidissement, la contraction se poursuit progressivement mais plus faiblement qu'à l'étape précédente. Bien qu'une partie de cette contraction soit due à la variation de température, la majeure partie est attribuable à la propagation du front de gel au sein des pores de taille inférieure. Dès lors que le matériau atteint la température d'équilibre (-20 °C), la contraction axiale s'arrête. Il convient de souligner que les observations aux étapes 2 et 3 montrent,

contrairement au cas des matériaux poreux saturés [123, 349], que le gel induit un retrait et le dégel un gonflement. Une analyse approfondie de ce mécanisme de déformation sera proposée plus tard dans ce chapitre.

- Étape 4 : Lors de l'augmentation de températures de -20 à -2 °C, un léger gonflement se produit en raison du dégel de la glace dans les pores de petites tailles et de la dilatation thermique.
- Étape 5 : Entre -2 et 0 °C ; on constate un important gonflement de l'échantillon pouvant être associé à la fusion de la glace dans les gros pores. Le gonflement au dégel se produit majoritairement durant cette étape.
- Étape 6 : A la suite de la fusion intégrale de la glace, la hausse de la température jusqu'à $+10$ °C s'accompagne d'un gonflement de l'échantillon uniquement due à la dilatation thermique du matériau.

Après le cycle de gel-dégel, les échantillons ne retrouvent pas généralement leur position initiale ; ce qui se traduit par une déformation résiduelle. Pour la terre DAG présentée sur la figure 7.10, on remarque que la déformation résiduelle est clairement dépendante de la saturation liquide initiale. Cependant, on constate à $S_{L0} = 85\%$, une absence de déformation résiduelle pour les deux échantillons de CFL-S85- σ_0 . Cela est aussi observé pour les échantillons de STA-S75- σ_0 . En outre, pour la terre STA, la figure 7.10 montre une déformation résiduelle positive (gonflement résiduel) pour STA-S85- σ_0 alors que pour les échantillons STA-S95- σ_0 , la déformation résiduelle est négative après le 1^{er} cycle de gel-dégel. La terre STA présente, par ailleurs, la plus forte contraction au gel pour $S_{L0} = 95\%$ avec une valeur de -1.0% alors que globalement pour les deux autres saturations (S75 et S85) les contractions au gel de la terre STA sont plus faibles que celles enregistrées pour les échantillons de CFL et DAG à saturation liquide égale.

Ces résultats montrent que le gel-dégel est à l'origine d'importantes déformations des matériaux terre en conditions pathologiques qui se traduisent par un retrait au gel et un gonflement au dégel. L'ampleur des déformations augmente principalement avec la saturation liquide initiale du matériau. Les échantillons présentent généralement un retrait résiduel significatif (sauf STA-S85- σ_0) à la fin du premier cycle de gel-dégel. Ces résultats montrent donc une forte vulnérabilité au gel-dégel des structures en terre crue au jeune âge ou en situations d'humidification pathologiques.

7.2.4 Influence de la contrainte axiale

La figure 7.12 montre l'évolution des déformations suivant la température lors du 1^{er} cycle de gel-dégel des échantillons sous charge (σ_{100}) des trois terres étudiées. Par rapport au cas sans surcharge (figure 7.10), on remarque bien que la contrainte axiale appliquée produit des différences de comportement mécanique suivant la saturation liquide initiale.

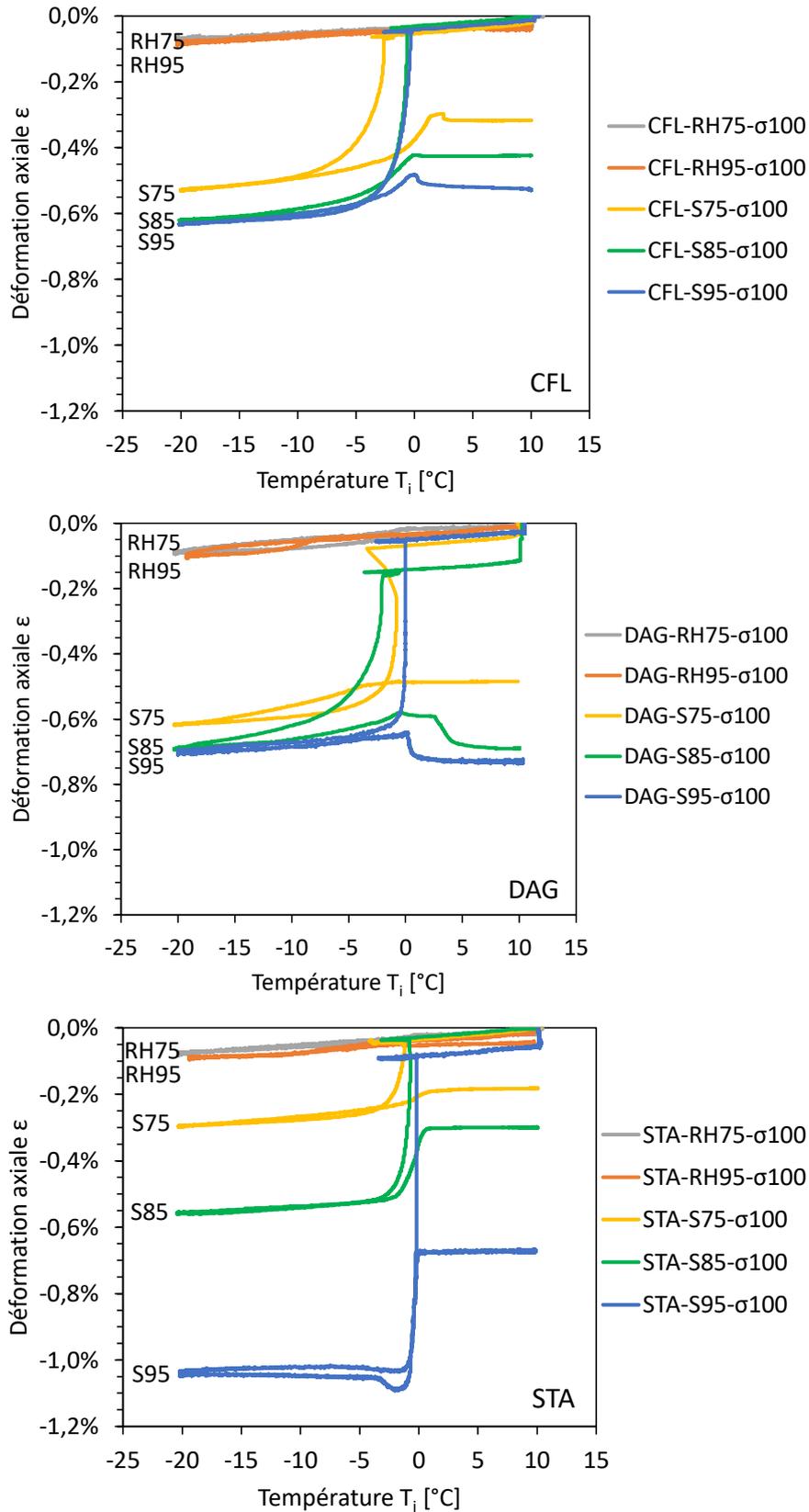


FIGURE 7.12 – Déformation en fonction de la température pour un cycle de gel-dégel sur des échantillons chargés (σ_{100}) de CFL, DAG et STA.

Pour les échantillons conditionnés à RH75 et RH95, l'application d'une contrainte axiale constante de 100 kPa ne montre pas de modification significative des déformations axiales par rapport à celles mesurées sans chargement mécanique (figure 7.10). Cependant, pour les conditions d'humidification pathologiques, le chargement mécanique impacte fortement les déformations au gel-dégel. Par exemple, à la fin du 1^{er} cycle, contrairement au cas sans surcharge (σ_0), l'application de la contrainte axiale de 100 kPa montre clairement que la déformation résiduelle dépend de la saturation liquide initiale du matériau.

Afin de mieux analyser l'influence de la contrainte axiale, la figure 7.13 montre l'exemple des déformations axiales de CFL-S95 sous l'effet d'une contrainte axiale de 0 et de 100 kPa au cours du 1^{er} cycle de gel-dégel.

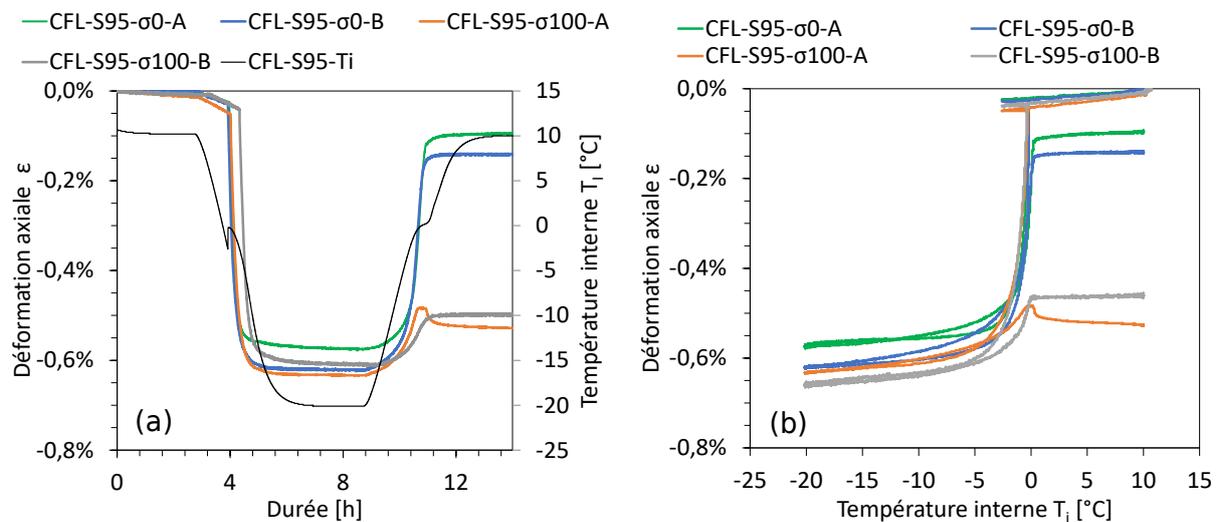


FIGURE 7.13 – (a) Profils de déformation et de température pour CFL-S95 et (b) courbes de déformation-température lors du 1^{er} cycle de gel-dégel.

Malgré les faibles écarts, on note tout d'abord une bonne répétabilité des mesures de déformations au gel-dégel entre échantillons similaires (indices A et B). Par ailleurs, on constate des contractions axiales comprises entre -0.55 et -0.65% à la fin du gel (lorsque la température interne atteint -20 °C) pour les échantillons quelle que soit la contrainte axiale appliquée. Cela semble indiquer que l'application de la contrainte axiale de 100 kPa impacte peu les déformations lors de la phase de gel. Cependant, lors du dégel, on remarque que le gonflement des échantillons sans surcharge (σ_0) atteint des déformations résiduelles de -0.1% pour CFL-S95- σ_0 -A et -0.15% pour CFL-S95- σ_0 -B alors que, pour les échantillons sous charge (σ_{100}), le gonflement au dégel s'arrête à $-0.5 \pm 0.05\%$.

On peut ainsi dire que l'application de la contrainte axiale limite principalement le regonflement au dégel des échantillons sans pour autant augmenter la contraction lors du gel. Par conséquent, le chargement mécanique augmente significativement la déformation résiduelle à la fin du cycle. Cette tendance s'est observée pour tous les échantillons des

trois terres subissant des déformations associées au gel-dégel.

Afin de comprendre l'influence de la saturation liquide et de la contrainte axiale sur la durabilité au gel-dégel de la terre compactée, il convient d'étudier le comportement à long terme c'est-à-dire sous plusieurs cycles de gel-dégel.

7.2.5 Influence de la répétition des cycles

L'ensemble des courbes de déformation au cours des 12 cycles de gel-dégel est présenté en annexe 8.3 pour les trois matériaux terre étudiés. A titre d'exemple, les figures 7.14.(a) et (b) montrent l'évolution des déformations au gel-dégel sur les échantillons des trois terres conditionnés à une saturation liquide initiale $S_{L0} = 95\%$.

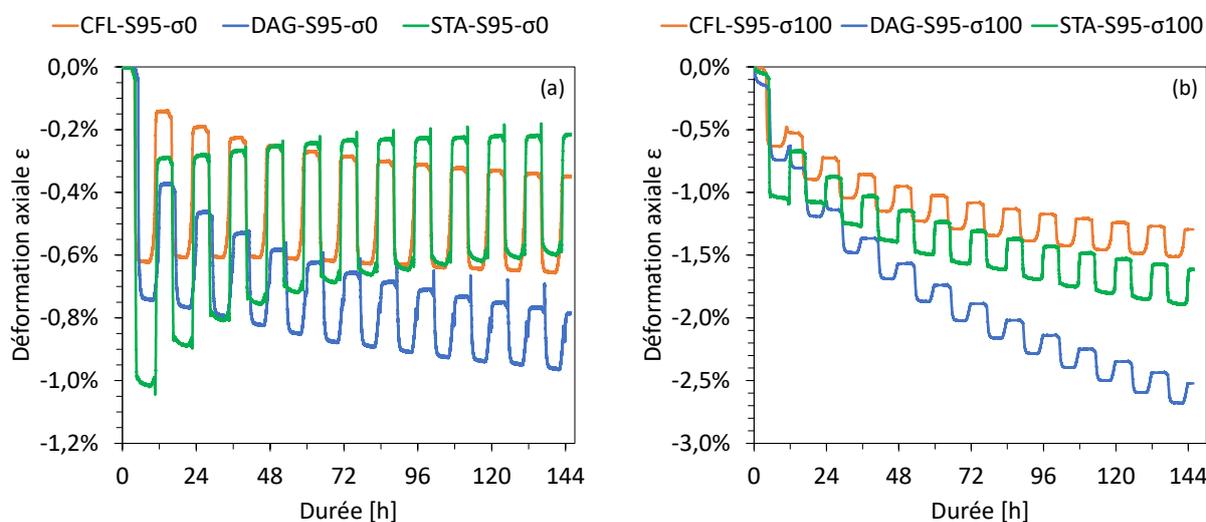


FIGURE 7.14 – Évolution des déformations axiales au cours des 12 cycles de gel-dégel sur les échantillons à $S_{L0} = 95\%$ (a) sans surcharge et (b) sous charge de 100 kPa.

La répétition des cycles montre clairement l'impact de la nature du matériau et de la contrainte verticale sur les déformations axiales au gel-dégel. On remarque qu'au cours des cycles de gel-dégel, la terre DAG présente une accumulation de retrait axial plus importante que celle des deux autres matériaux notamment sous chargement mécanique. A la fin des 12 cycles, on observe un tassement cumulé de 2.5% pour DAG-S95-σ100 alors qu'il vaut environ 1.2% pour CFL-S95-σ100 et 1.5% pour STA-S95-σ100. Cela peut s'expliquer par la très faible résistance mécanique au dégel de DAG-S95 qui était légèrement supérieure à 150 kPa alors que CFL-S95 et STA-S95 présentaient des résistances à la compression de 340 kPa et 280 kPa respectivement. Pour les trois matériaux, on remarque que l'irréversibilité des déformations au gel-dégel est principalement marquée lors des premiers cycles. Avec la répétition des cycles, la composante irréversible des déformations axiales s'amortit notamment pour CFL et STA.

Pour mieux évaluer l'influence de la répétition des cycles, on s'intéresse alors à l'évolution de la déformation résiduelle par cycle de gel-dégel. En effet, la déformation résiduelle reflète la modification de la microstructure et des propriétés mécaniques [256]. Cette déformation résiduelle ε_{res} correspond à la différence de déformations axiales entre la fin et le début du cycle considéré.

$$\varepsilon_{res} = \varepsilon_f - \varepsilon_i \quad (7.3)$$

où ε_i et ε_f sont respectivement la déformation initiale et la déformation finale à un cycle donné.

La figure 7.15 montre l'évolution de la déformation résiduelle avec le nombre de cycles de gel-dégel appliqués sur les échantillons en conditions hydriques pathologiques (S75, S85 et S95) pour CFL, DAG et STA.

Lors des premiers cycles, les déformations résiduelles sont plus accentuées avec l'augmentation de la saturation liquide initiale et du chargement mécanique. Néanmoins, avec la répétition des cycles, on observe que l'ensemble des échantillons présentent de moins en moins de déformations résiduelles. Ce résultat montre que la majeure partie de l'endommagement au gel-dégel se produit lors des premiers cycles. Au-delà de 8^e cycle, la déformation résiduelle évolue peu voire est presque nulle pour tous les échantillons des terres CFL et STA. Toutefois, les échantillons DAG-S85- σ 100 et DAG-S95- σ 100 présentent encore des déformations résiduelles notables qui sont comprises entre -0.1 et -0.15% à la fin des 12 cycles de gel-dégel. Il est donc possible que l'endommagement au gel-dégel continue toujours à se produire et que le nombre de cycles appliqués soit insuffisant pour atteindre l'état d'équilibre de la microstructure permettant de résorber les endommagements internes due à l'action combinée des cycles de gel-dégel et de la contrainte axiale de 100 kPa.

A la lumière de ces résultats, il peut être conclu, à ce stade, que les déformations au gel-dégel ne se produisent que sous les conditions d'humidification pathologiques étudiées ($S_{L0} \geq 75\%$). Dans ce cas, la terre compactée non saturée présente une contraction au gel et un gonflement au dégel et l'augmentation de la saturation liquide intensifie ces déformations au gel-dégel. L'application d'une contrainte axiale tend à limiter le regonflement au dégel, ce qui induit des déformations permanentes plus importantes par rapport aux échantillons sans surcharge à saturation liquide égale. La répétition des cycles montre une réduction progressive des déformations résiduelles indiquant l'atténuation des endommagements internes du matériau soumis au gel-dégel grâce à la restructuration des pores. Néanmoins, une analyse approfondie est nécessaire pour mieux comprendre les mécanismes associés aux déformations du matériau et notamment sous l'action combinée du gel-dégel et d'une contrainte axiale constante.

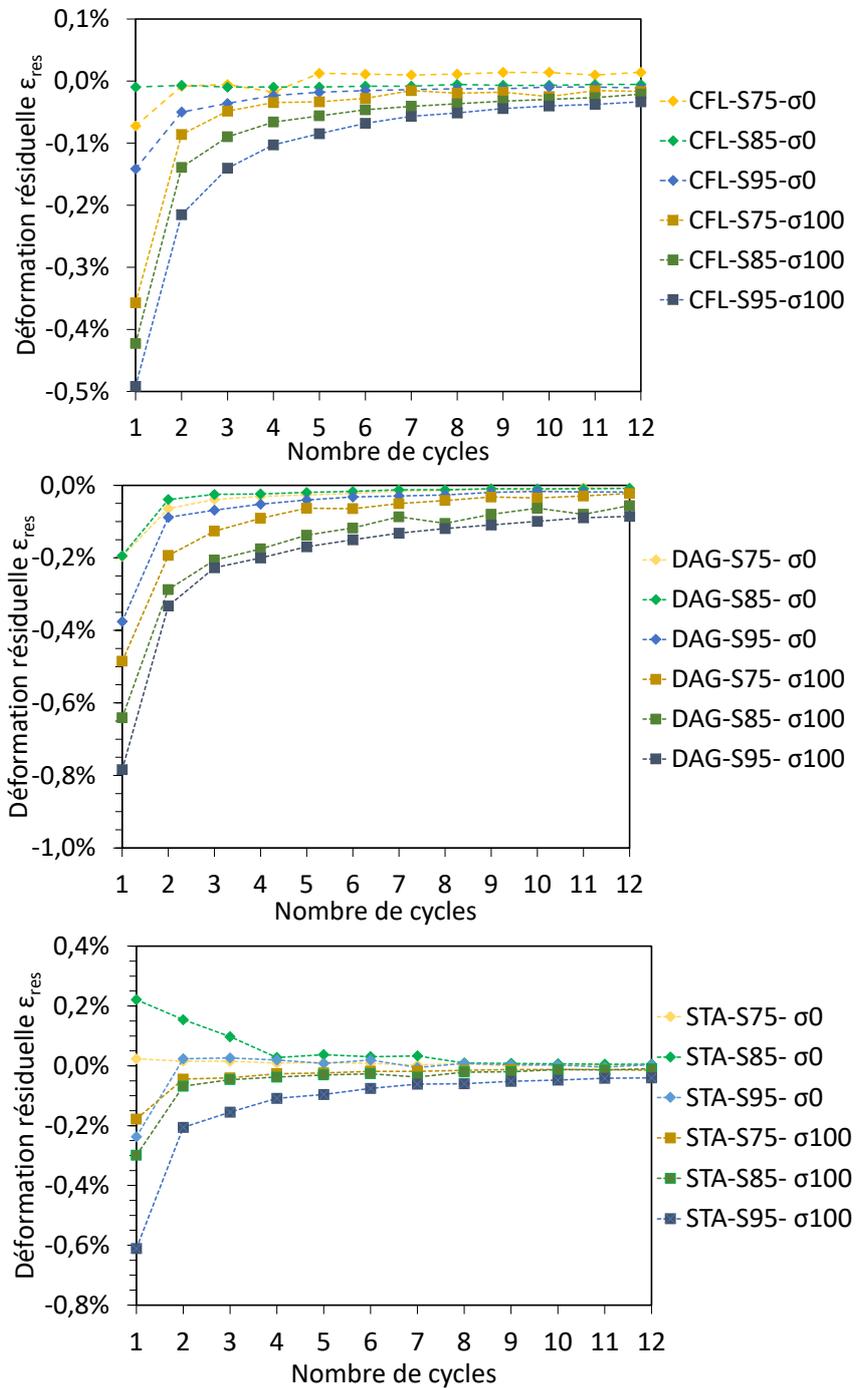


FIGURE 7.15 – Déformations résiduelles au cours des 12 cycles de gel-dégel pour CFL, DAG et STA.

7.3 Discussions

7.3.1 Compréhension du mécanisme de retrait au gel

Contrairement aux matériaux poreux saturés qui gonflent avec la formation de la glace, notre étude expérimentale montre que les matériaux en terre crue non saturés présentent un retrait lors du gel. Dans la littérature, le retrait volumique au gel a été observé dans plusieurs études expérimentales sur des sols compactés. Pour un sol argileux peu plastique (avec un indice de plasticité $I_p = 20\%$), Lu et al. [209] ont montré que les échantillons compactés à une saturation liquide de $S_{L0} = 63$ et 84% présentent un retrait au gel tandis qu'un gonflement au gel est noté pour les échantillons confectionnées à $S_{L0} = 97\%$. En étudiant le comportement au gel de cinq sols différents avec des fractions argileuses (de particules inférieures à $2 \mu\text{m}$) de 23, 32, 50, 55 et 75% , les travaux expérimentaux d'Hamilton [146] ont mis en évidence un retrait au gel pour des échantillons compactés à un degré de saturation inférieur à 90% alors qu'au-delà de cette valeur, l'expansion volumique prédominait. L'étude comparative de ces différents sols a aussi montré que l'ampleur du retrait au gel augmentait avec la teneur en argiles du sol. Cependant, la comparaison de ces études avec nos résultats ne peut être immédiate. En effet, dans notre étude, les échantillons sont tous fabriqués à l'OPM puis portés chacun à la saturation liquide initiale visée. Contrairement, dans les travaux cités ci-dessus ([146, 209]), chaque échantillon est directement compacté à la saturation liquide souhaitée ; ce qui peut conduire à une microstructure différente entre les échantillons d'un même sol suivant la position de la teneur en eau de compactage par rapport à celle à l'OPM de ces matériaux (voir sous section 2.1.1). Néanmoins, malgré cette différence dans la méthode de préparation des échantillons, ces études expérimentales confirment bien le mécanisme de retrait au gel pour des sols compactés non saturés.

Le mécanisme de retrait-gonflement au gel-dégel est généralement attribué au transfert d'eau liquide dans la microstructure entre les pores inter-agrégats et des pores intra-agrégats [87, 146, 187]. Cette échange d'eau entre les pores intra et inter-agrégats est illustré sur la figure 7.16.

Lors du refroidissement, l'eau contenue dans les pores de taille importante qui sont majoritairement des pores inter-agrégats se solidifie alors que certains pores intra-agrégats peuvent rester non gelés. Ainsi, si le volume des plus gros pores (initialement vides) est suffisant pour contenir l'expansion volumique de 9% associée à la solidification de l'eau interstitielle. Cette dernière peut avoir lieu sans générer de pressions hydrauliques et la glace interstitielle se forme sous pression atmosphérique. En parallèle, le processus de migration d'eau liquide (cryosuccion) des petits pores vers les zones gelés se produit à cause de la dépression de l'eau liquide au contact des cristaux de glace formés dans les

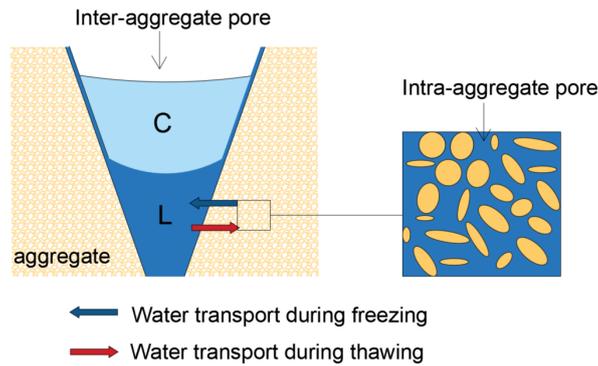


FIGURE 7.16 – Schéma du transport d'eau liquide entre les pores inter-agrégats et intra-agrégats lors du gel et du dégel, modifié d'après [209].

pores les plus larges [106]. De surcroît, la cryosuction est d'autant plus importante que la température décroît lors du refroidissement. Cette migration d'eau liquide lors du gel conduit à un retrait similaire à celui induit par la dessiccation des particules d'argiles de la matrice solide. Pendant le dégel, le potentiel d'eau liquide est augmenté et l'eau aspirée peut retourner dans les petits pores précédemment "séchés". L'humidification des particules argileuses dans les pores provoque alors le gonflement de la matrice solide pendant la dégel. Ainsi, ce mécanisme de retrait au gel et de gonflement au dégel, aussi souligné dans [146, 209], est très similaire au processus de retrait-gonflement dû aux cycles d'humidification-séchage des sols argileux [40, 277, 305].

Cependant, le schéma de la figure 7.16 ne décrit pas l'intégralité du processus de formation de glace dans la microstructure car il se peut que le front de gel atteigne les pores intra-agrégats à une certaine température de gel. Ainsi, il est intéressant d'estimer la proportion de pores inter-agrégats et intra-agrégats contenant de la glace. A partir de la méthode de calcul détaillée dans la sous-section 5.6.1, il est possible d'identifier les tailles maximales de pores gelables $d_h(S_{L0})$ et des pores non gelés $d_c(T)$ à partir de la distribution de tailles de pores. La figure 7.17 montre la localisation de l'eau liquide (L), des cristaux de glace (C) et de l'air (G) suivant le type de pores pour une saturation liquide initiale $S_{L0} = 75\%$ et une température de gel de $T = -20\text{ °C}$.

On constate qu'une grande partie des pores gelés sont de type inter-agrégat pour les matériaux CFL et DAG ; de ce fait ; l'eau liquide est principalement acheminée à l'extérieur des pores intra-agrégats. En revanche, pour la terre STA, la formation de glace se produit majoritairement dans la porosité intra-agrégat, ce qui peut potentiellement limiter le processus de transfert d'eau vers les pores inter-agrégats et par conséquent le retrait au gel. Cette analyse est cohérente avec le faible retrait au gel de STA-S75 et STA-S85 en comparaison aux échantillons de CFL et DAG à saturation liquide identique. Néanmoins, elle n'apporte pas de justification de la forte contraction de STA-S95.

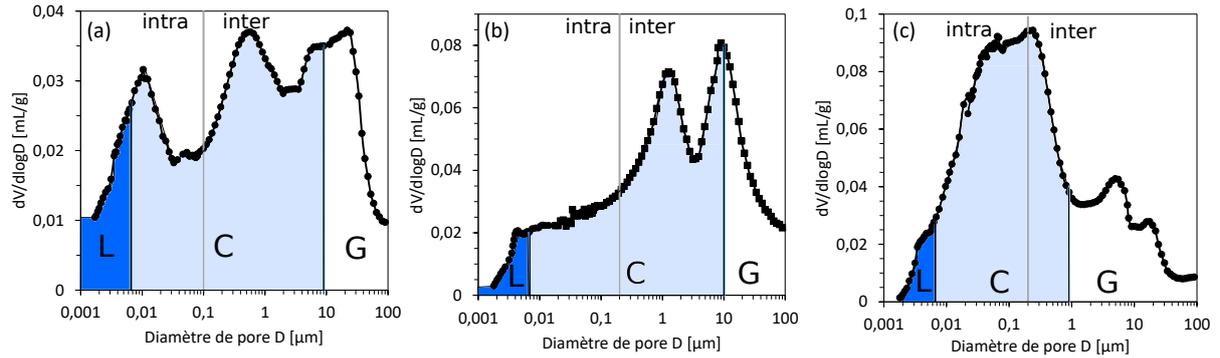


FIGURE 7.17 – Localisation de chaque phase à $S_{L0} = 75\%$ et $T = -20\text{ °C}$ pour (a) CFL, (b) DAG et (c) STA suivant les pores inter-agrégats et les pores intra-agrégats.

7.3.2 Analyse de l'impact de la contrainte verticale

Les résultats des essais de gel-dégel ont montré que l'application d'une contrainte axiale de 100 kPa augmente significativement les déformations résiduelles. Sous l'action prolongée d'une contrainte mécanique, un matériau solide visco-élastique peut subir une déformation continue dans le temps appelée fluage. En effet, dans la littérature, le caractère visco-élastique du comportement des sols est généralement souligné dans le cas saturé et gelé [133, 331]. Dans cette partie, nous chercherons à mettre en évidence l'impact du chargement mécanique sur les déformations au gel-dégel des échantillons. Au regard des résultats expérimentaux, deux hypothèses peuvent expliquer l'origine des déformations permanentes supplémentaires dues à la contrainte axiale : le fluage ou le couplage du gel-dégel et de la contrainte axiale.

Pour vérifier la première hypothèse, des essais de fluage sont réalisés sur des échantillons cylindriques de chaque terre aux différentes conditions hydriques initiales étudiées. Pour cela, des bâtis œdométriques sans leurs cellules, comme illustré sur la figure 7.18, sont utilisés pour appliquer une contrainte axiale constante de 100 kPa sur les échantillons cylindriques.

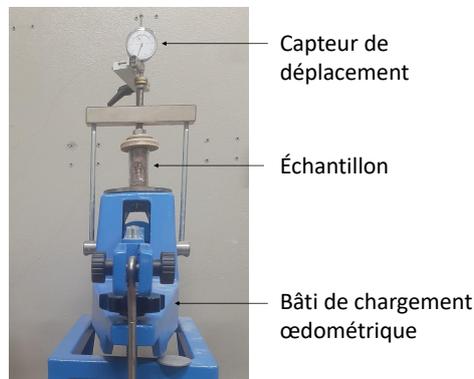


FIGURE 7.18 – Illustration du dispositif d'essai de fluage sous 100 kPa à $T = 20\text{ °C}$.

L'essai de fluage est réalisé dans une salle régulée à une température de 20 ± 2 °C durant au moins 144 h (durée des 12 cycles de gel-dégel) afin de permettre la comparaison des résultats avec les déformations au gel-dégel sous charge. Les courbes de fluage obtenues pour chaque configuration d'essai sont présentées sur la figure 7.19.

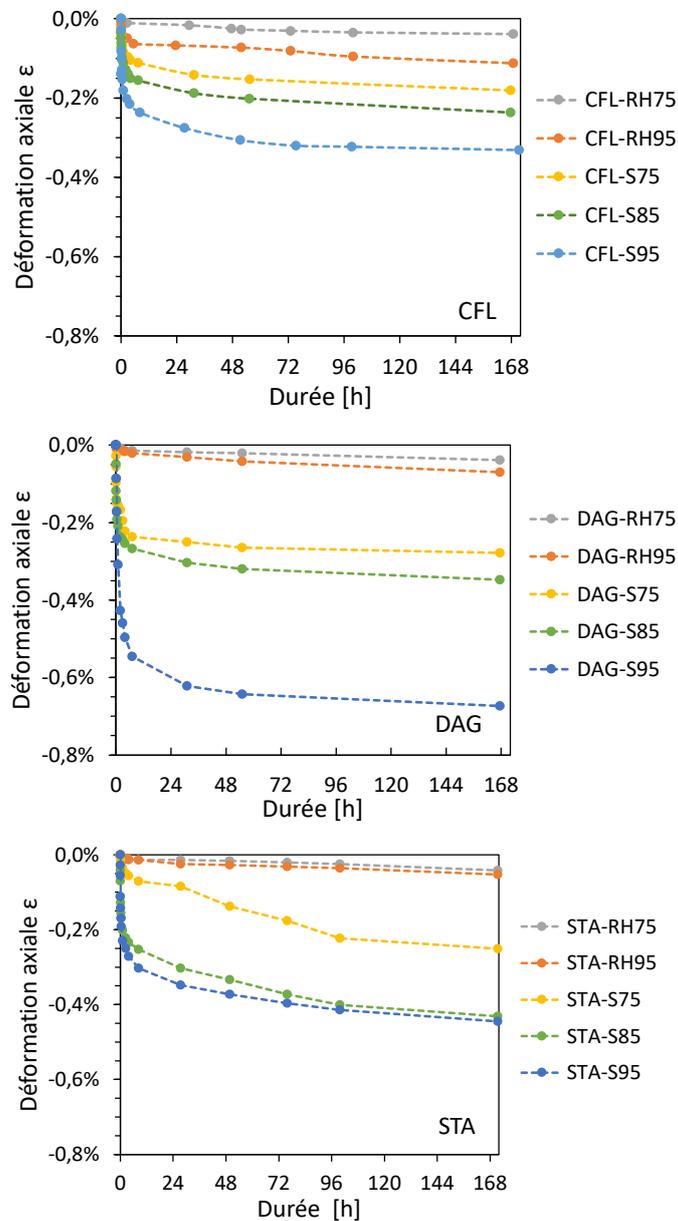


FIGURE 7.19 – Mesure des courbes de fluage sous charge σ_{100} à $T = 20$ °C.

On remarque que l'amplitude des déformations au fluage s'accroît avec la saturation liquide initiale. Ce résultat est cohérent avec les études expérimentales du fluage sur des sols non saturés [91, 330, 355]. Aussi, on remarque que les échantillons de DAG présentent les tassements au fluage les plus importants dans les conditions d'humidification pathologiques.

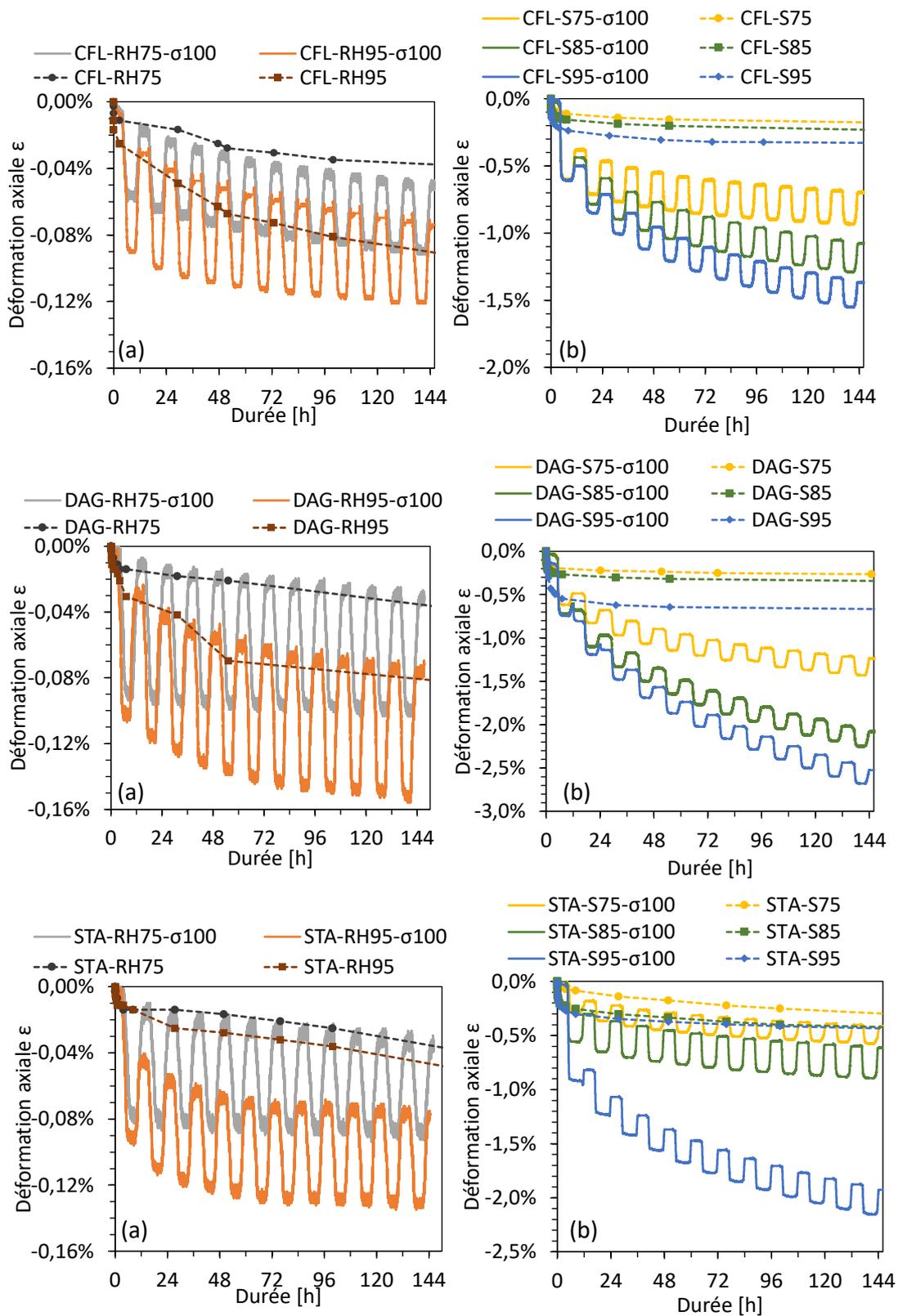


FIGURE 7.20 – Comparaison des déformations au fluage (en pointillés) avec les déformations au gel-dégel (en trait continu) pour CFL, DAG et STA.

La comparaison des déformations entre le fluage et le gel-dégel sous charge est présentée sur la figure 7.20.

Pour les deux conditions hygroscopiques (RH75 et RH95), bien qu'un écart entre STA-RH95 (fluage) et STA-RH95- σ 100 (gel-dégel) soit relevé, on constate, sur la quasi-totalité des échantillons, que les déformations sous charge dues aux sollicitations thermiques ont une amplitude similaire aux déformations dues au fluage. Cela montre que les déformations sous charge constante peuvent être attribuées principalement au mécanisme de fluage dans les conditions hygroscopiques pour lesquelles il n'y a pas de formation importante de glace lors des variations thermiques.

En revanche, pour les fortes humidifications (S75, S85 et S95), la figure 7.20 montre que l'amplitude des déformations due au fluage à +20 °C sont trois à cinq fois plus faibles que les déformations au gel-dégel sous la surcharge de 100 kPa pour CFL et DAG. Cet écart est toutefois moindre mais toujours significatif pour les échantillons STA-S75 et STA-S85.

Pour la terre CFL, un essai de fluage est aussi réalisé sur des échantillons maintenus gelés à -20 °C dans l'enceinte climatique. Les résultats ont montré que les échantillons gelés présentent des déformations au fluage beaucoup plus faibles (inférieures à -0.02%) sous la contrainte axiale de 100 kPa. En effet, par rapport à la résistance à la compression des échantillons gelés (de l'ordre de 10 MPa), une contrainte axiale de 100 kPa est trop faible pour mobiliser des déformations visco-élastiques significatives sur des échantillons gelés. Généralement, l'étude du comportement visco-élastique des sols gelés est réalisée sous des contraintes axiales ou déviatoriques de l'ordre de 5 MPa [103, 331]. Dans le cas de fortes saturations liquides susceptibles d'induire une formation importante de glace, on peut donc dire que les déformations au gel-dégel sous charge sont principalement causées par le couplage entre la contrainte axiale et les cycles de gel-dégel.

Étant donné que l'essai de gel-dégel des matériaux poreux non saturés sous charge constante constitue une nouveauté expérimentale, il n'a pas été possible de confronter nos résultats à des données issues de la littérature. Néanmoins, nous avons vu dans cette campagne expérimentale que les sollicitations cycliques de gel-dégel sur les matériaux non saturés induisent un processus qui pourrait s'apparenter au séchage/ré-humidification de la matrice argileuse. Ainsi, il est fort probable que certains mécanismes physico-mécaniques attribués à l'humidification-séchage des sols non saturés sous contrainte mécanique constante soient transposables dans notre étude.

Par exemple, Alonso et al. [26] ont identifié sur des sols gonflants exposés à des cycles d'humidification-séchage qu'un gonflement libre est possible sous de faibles contraintes verticales alors que l'expansion est fortement limitée pour des échantillons des sols sous contrainte verticale importante. Les auteurs ont également conclu que l'ampleur de la

contraction cumulée augmente avec l'augmentation de la contrainte verticale appliquée et que la déformation résiduelle diminue avec la répétition de cycles de mouillage et de séchage.

Étant donné que ces comportements ne peuvent pas être modélisés avec les approches élastoplastiques classiques comme le "Barcelone Basic Model" (BBM), Alonso et al. [25] ont proposé une extension du modèle BBM nommée "Barcelone Expansive Model" (BExM). Ce modèle met en évidence la nécessité de considérer deux échelles : d'une part la microstructure, correspondant à la microporosité qui est le siège de phénomènes de retrait et gonflement élastiques de la matrice argileuse, et d'autre part la macrostructure correspondant à la macroporosité qui est le siège des réarrangements structurels. Le couplage entre ces deux échelles se traduit par la possibilité de phénomènes plastiques de la macroporosité induits par les déformations élastiques à l'échelle de la microporosité qui résultent, elles mêmes, des transferts d'eau entre les deux échelles. Cette interaction est prise en compte par la définition de deux surfaces de charge additionnelles, nommées SI ("Suction Increase") pour le retrait et SD ("Suction Decrease") pour le gonflement.

Ce type d'approche pourrait s'adapter au cas du gel-dégel des matériaux terre non saturés. En effet, comme cela est mentionné plus haut, l'abaissement du potentiel de l'eau liquide lorsque la température diminue (et que la quantité de glace augmente) induit des échanges d'eau entre la microporosité et la macroporosité. Il est alors fort probable que les phénomènes irréversibles observés expérimentalement soient la conséquence d'un réarrangement structurel causé par des processus de retrait-gonflement locaux des particules d'argiles. Avec la répétition des cycles, si ceux-ci n'aboutissent pas à la ruine du sol, l'évolution progressive de la macrostructure conduit à l'émergence d'un arrangement permettant la réduction voire la résorption totale des déformations plastiques (irréversibles) lors des cycles suivants.

7.4 Conclusion

L'essai de gel-dégel sous charge constante a permis d'identifier l'influence de la saturation liquide et de la contrainte axiale sur les déformations axiales lorsque plusieurs cycles de températures entre +10 et -20 °C sont appliqués sur les échantillons en terre crue de CFL, DAG et STA.

L'étude des deux conditions hivernales normales (RH75% et RH95%) montre que les matériaux en terre présentent des déformations réversibles uniquement dues aux dilatations thermiques. Dans les conditions d'humidification pathologiques, les matériaux montrent, en plus des dilatations thermiques, des déformations associées au gel-dégel de l'eau interstitielle. Ces déformations au gel-dégel augmentent principalement en fonction

de la saturation liquide initiale. Les échantillons de terre non saturés présentent un retrait au gel et un gonflement au dégel. Ce comportement mécanique est typique des matériaux poreux non saturés pour lesquels les cristaux de glace se forment dans les grands pores sous pression atmosphérique alors que les petits pores peuvent rester non gelés. Ainsi, la cryosuccion, qui est le processus de transport de l'eau liquide des pores non gelés vers les sites gelés, conduit à une contraction et à la consolidation des particules d'argiles lors du gel. Avec la répétition des cycles, les déformations résiduelles synonymes d'un réarrangement internes s'amenuisent et les échantillons tendent vers un comportement élastique réversible.

L'application d'une contrainte axiale de 100 kPa conduit, pour les humidifications non pathologiques (RH75% et RH95%), à des déformations similaires à celles dues au seul fluage du matériau. En revanche, pour les fortes saturations liquide (S75, S85, S95), la surcharge provoque une limitation du gonflement au dégel, sans pour autant augmenter significativement le retrait au gel : cela induit une accumulation importante de déformation résiduelle sur l'ensemble du cycle de gel-dégel. Les essais de fluage ont indiqué que les déformations résiduelles au gel-dégel sous charge ne peuvent pas être uniquement attribuées au fluage. Il existe un fort couplage entre les cycles de gel-dégel et la charge verticale, que l'on peut rapprocher du cas des cycles d'humidification-séchage des sols non saturés sous charge. Les modèles élastoplastiques comme le BExM peuvent fournir des éléments théoriques de compréhension sur l'origine du fort caractère irréversible des déformations des matériaux terre non saturés sous l'action combinée du gel-dégel et de la contrainte axiale. Cependant, ces modèles ne permettent pas de décrire clairement les mécanismes physico-mécaniques associés au gel-dégel des matériaux poreux non saturés. Pour cela, une approche thermo-poromécanique pourrait fournir des informations intéressantes sur les processus de déformations au gel-dégel.

Chapitre 8

Modélisation du comportement au gel-dégel

Contents

8.1	Modélisation de la température interne	159
8.1.1	Écriture de l'équation de la chaleur	159
8.1.2	Interpolation numérique de la courbe de gel-dégel	161
8.1.3	Résolution de l'équation de chaleur et discussions	163
8.2	Modélisation de la déformation au gel-dégel	170
8.2.1	Formulation des lois de comportement poroélastique	170
8.2.2	Détermination expérimentale du coefficient de Biot	172
8.2.3	Homogénéisation des propriétés mécaniques	174
8.2.4	Simulation de la déformation axiale et discussions	180
8.3	Conclusion	182

Ce chapitre présente une modélisation du comportement thermo-mécanique de la terre crue exposée au gel-dégel. Pour ce faire, dans un premier temps, la mise en équation et la résolution du problème de transfert de chaleur sont proposées afin de reproduire le profil de la température interne du matériau au cours du gel-dégel. Par la suite, une loi de comportement poroélastique est formulée pour simuler l'évolution de la déformation axiale suivant la température du matériau terre en conditions d'humidification pathologiques. Une confrontation des résultats numériques avec les mesures expérimentales de température et de déformation axiale du chapitre 7 est présentée pour apprécier la pertinence du modèle proposé. Ainsi, cette modélisation thermo-poroélastique permettra de vérifier et de discuter des hypothèses formulées, au regard des résultats expérimentaux, sur les processus physico-mécaniques majeurs gouvernant le comportement au gel-dégel du matériau terre suivant sa saturation liquide initiale et la contrainte axiale appliquée.

Notons, en préambule, que les grandeurs thermophysiques des différentes phases (liquide, air et glace) nécessaires pour la modélisation sont présentées dans le tableau 8.1. Cette étude numérique portera sur les échantillons en conditions d'humidification pathologiques (S75, S85 et S95) des matériaux DAG et STA dont les propriétés thermophysiques utilisées pour la simulation sont détaillées dans le tableau 8.2.

TABLE 8.1 – Grandeurs thermophysiques des différentes phases pour la simulation.

Paramètre	Définition	Valeur	Unité	Référence
ρ_L	Masse volumique de l'eau liquide	999	kg.m^{-3}	[201]
c_L	Capacité thermique l'eau liquide	4219.4	$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$	[201]
ρ_G	Masse volumique de l'air	1.292	kg.m^{-3}	[201]
c_G	Capacité thermique l'air	1007	$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$	[201]
ρ_C	Masse volumique de la glace	917	kg.m^{-3}	[201]
c_C	Capacité thermique la glace	2110	$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$	[201]
k_C	Module de compressibilité de la glace	7810	MPa	[77]
g_C	Module de cisaillement de la glace	3000	MPa	[77]

TABLE 8.2 – Propriétés thermophysiques de DAG et STA pour la simulation.

Paramètre	Définition	DAG	STA	Unité
ϕ	Porosité initiale	0.31	0.36	-
ρ_d	Masse volumique sèche	1850	1790	kg.m^{-3}
ρ_S	Masse volumique du squelette	2690	2710	kg.m^{-3}
c_S	Capacité thermique du squelette	560	490	$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
α_{th}	Coefficient de dilatation thermique	2.5×10^{-5}	3.0×10^{-5}	K^{-1}

8.1 Modélisation de la température interne

8.1.1 Écriture de l'équation de la chaleur

En considérant le second principe de la thermodynamique dans le cas d'une transformation réversible, le bilan entropique d'un matériau poreux non saturé avec un changement de phase liquide-glace donne :

$$T \left(\frac{\partial \Sigma}{\partial t} \right) = \frac{\delta Q}{dt} \quad (8.1)$$

où Σ [J.K^{-1}] représente l'entropie globale du milieu poreux et Q [J] la quantité de chaleur échangée avec l'extérieur. L'entropie globale du matériau poreux peut s'exprimer comme suit :

$$\Sigma = \sum_{i=S,L,C,G} m_i s_i \quad (8.2)$$

avec m_i la masse et s_i l'entropie spécifique de chaque phase notée i .

En supposant la pression totale de l'air constante et l'entropie spécifique comme une fonction de la température, on peut alors écrire pour chaque phase :

$$d(m_i s_i) = \rho_i V_i \frac{c_i}{T} dT + s_i dm_i \quad (8.3)$$

où ρ_i , V_i et c_i sont respectivement la masse volumique, le volume et la capacité thermique spécifique de chaque phase du milieu poreux.

En négligeant la variation de masse de gaz dans le matériau poreux lors du gel-dégel et en admettant qu'il n'y a aucun échange d'eau entre l'échantillon et l'extérieur, l'équation de conservation de masse de l'eau dans l'échantillon donne :

$$dm_{L0} = dm_L + dm_C = 0 \quad (8.4)$$

La combinaison des relations (8.2-8.4) permet d'établir la relation ci-dessous :

$$T \left(\frac{\partial \Sigma}{\partial t} \right) = \rho c_p V \frac{\partial T}{\partial t} - \Delta h_{fus}(T) \frac{\partial m_C}{\partial t} \quad (8.5)$$

où V est le volume de l'échantillon. $\Delta h_{fus}(T) = T(s_L - s_C)$ correspond à l'enthalpie spécifique associée à la fusion de la glace à une température T . Le terme ρc_p représente la capacité thermique volumique apparente du matériau poreux à pression constante définie comme suit :

$$\rho c_p = (1 - \phi) \rho_{SCS} + \phi (S_L \rho_{LCL} + S_C \rho_{CC} + S_G \rho_{GC}) \quad (8.6)$$

avec ϕ la porosité apparente du matériau et S_i le degré de saturation de la phase i .

En considérant l'égalité de potentiels chimiques entre l'eau liquide et la glace, l'enthalpie spécifique de fusion de la glace peut s'exprimer comme :

$$\Delta h_{fus}(T) = \Delta h_{fus}^0 + (c_L - c_C)(T - T_0) \quad (8.7)$$

où $\Delta h_{fus}^0 = T_0(s_L^0 - s_C^0) = 334.1 \times 10^3 \text{ J.kg}^{-1}$ représente l'enthalpie spécifique de fusion à 0 °C [201]. Une expression simplifiée, consistant à négliger la variation de l'entropie spécifique avec la température pour chaque phase, est parfois également utilisée :

$$\Delta h_{fus}^{simpl}(T) = T(s_L^0 - s_C^0) = T \frac{\Sigma_{fus}}{\rho_L} \quad (8.8)$$

avec $\Sigma_{fus} = \rho_L(s_L^0 - s_C^0)$.

La figure 8.1 montre, sur la plage de températures comprises entre 0 et -20°C, la comparaison de $\Delta h_{fus}(T)$, $\Delta h_{fus}^{simpl}(T)$ avec l'expression de l'enthalpie de fusion proposée par Randall [270] qui a été utilisée au chapitre 5 pour l'analyse des essais de calorimétrie à basses températures. On constate que les valeurs de $\Delta h_{fus}(T)$ sont très proches de celles obtenues de Randall ; ce qui n'est pas le cas pour $\Delta h_{fus}^{simpl}(T)$.

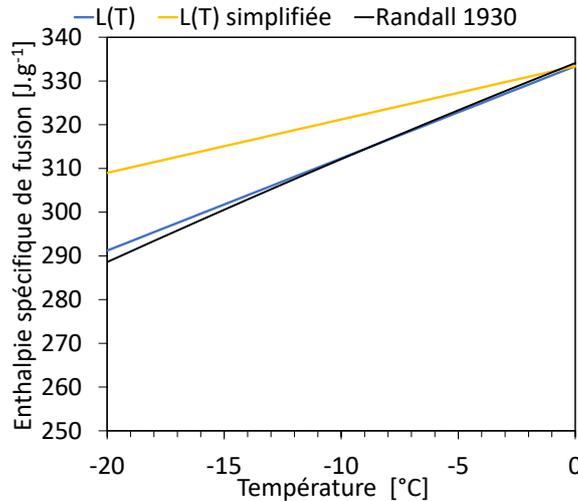


FIGURE 8.1 – Expressions de la chaleur latente de fusion en fonction de la température.

Pour le calcul de la quantité de chaleur échangée avec l'extérieur, compte-tenu de la faible dimension et de la forte conductivité thermique des échantillons cylindriques des terres étudiées, nous ferons l'hypothèse que ces derniers sont assimilables à des corps à température homogène. Nous pouvons alors écrire :

$$\frac{\delta Q}{dt} = Ah(T_e - T) \quad (8.9)$$

avec A [m^2] la surface d'échange de chaleur entre l'échantillon et l'environnement, T la température de l'échantillon, T_e la température de l'enceinte climatique et h [$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$] le coefficient de convection thermique à la surface de l'échantillon.

Il est à noter que la validité de cette hypothèse de corps à température homogène nécessite que le nombre de Biot (noté B_i) reste inférieur à 0.1, soit :

$$B_i = \frac{hL_c}{\lambda_{th}} \leq 0.1 \quad (8.10)$$

où L_c qui représente la longueur caractéristique de l'échantillon, c'est-à-dire son rayon ($L_c = 17.5$ mm) et λ_{th} représente sa conductivité thermique. Pour la terre compactée quasi-saturée (teneur en eau de fabrication), on peut admettre $\lambda_{th} = 2.4$ $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ [63]. Ainsi, la condition sur le nombre de Biot impose que h soit inférieur à 14 $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$.

En conservant l'expression générale de la chaleur latente (eq.8.7) et en remarquant que $m_C = V\phi\rho_C S_C$, l'utilisation des relations (8.5) et (8.9) dans le bilan entropique (eq.8.1) permet d'établir l'équation de transfert de chaleur comme suit :

$$\rho c_p V \frac{\partial T}{\partial t} = Ah(T_e - T) + V\phi\rho_C \Delta h_{fus}(T) \frac{\partial S_C}{\partial t} \quad (8.11)$$

8.1.2 Interpolation numérique de la courbe de gel-dégel

Pour la résolution de l'équation de transfert de chaleur (eq.8.11), il est nécessaire d'implémenter numériquement la variation de la saturation en glace avec la température. Pour ce faire, des fonctions d'interpolation sont proposées pour reproduire numériquement les courbes de gel-dégel à partir des données expérimentales obtenues via la mesure diélectrique (chapitre 5). Dans la littérature, la relation de Van Genuchten est la fonction d'interpolation la plus utilisée pour exprimer les courbes de gel-dégel des matériaux poreux saturés comme les ciments [107] et les sols [280]. Initialement, il s'agit d'une formulation de l'évolution de la saturation liquide en fonction de la pression capillaire pour modéliser la courbe de rétention d'eau des sols [128]. Un des intérêts de cette formulation est de reproduire la forme de sigmoïde observée expérimentalement avec un nombre limité de paramètres de calage. Pour modéliser l'hystérésis, deux fonctions d'interpolation sont proposées : l'une pour la courbe de gel et l'autre pour la courbe de dégel.

Pour chaque courbe notée i ($i = g$ pour le gel et $i = d$ pour le dégel), la relation de Van Genuchten formulée pour le gel-dégel donne l'expression générale de $S_{L,i}(T)$ comme suit :

$$S_{L,i}(T) = S_{ri} + (S_{L0} - S_{ri}) f_{n_i T_i}(T) \quad (8.12)$$

où S_{L0} est le degré de saturation liquide initiale du matériau, S_{r_i} est la saturation liquide résiduelle qui traduit la quantité d'eau non gelable et $f_{n_i, T_i}(T)$ une fonction de T qui s'écrit comme suit :

$$f_{n_i, T_i}(T) = \left(1 + n_i \left(\frac{T}{T_i} \right)^{\frac{1}{1-n_i}} \right)^{-n_i} \quad (8.13)$$

avec T_i le point d'inflexion correspondant au pic de nucléation (cas du gel) ou de fusion (cas du dégel) et n_i un paramètre d'interpolation permettant de décrire la forme de la courbe.

Dans le cas où une courbe (gel ou dégel) présente plusieurs points d'inflexion, il est possible de remplacer $f_{n_i, T_i}(T)$ par une somme de fonctions, chacune reproduisant un des points d'inflexion. Cependant, cela n'est pas nécessaire dans notre étude puisque les courbes de gel-dégel obtenues pour les matériaux DAG et STA ne présentent qu'un seul point d'inflexion, que ce soit en gel ou en dégel. Une illustration de ce constat est donnée sur la figure 8.2.

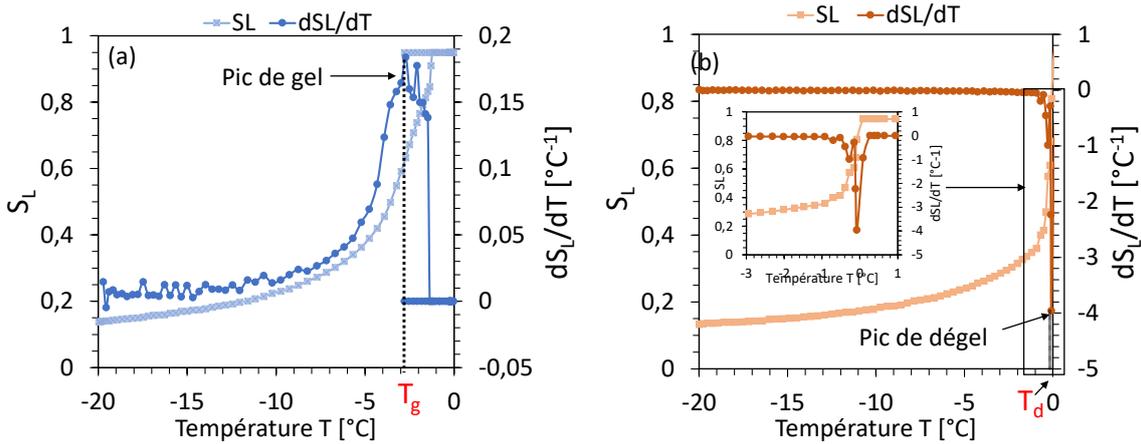


FIGURE 8.2 – Identification des températures caractéristiques T_g et T_d à partir de la dérivée de S_L suivant T lors (a) du gel et (b) du dégel. Cas de DAG-S95.

Ainsi, pour une saturation liquide initiale S_{L0} donnée, le modèle comprend quatre paramètres à renseigner : d'une part S_{r_g} et n_g pour reproduire la branche de gel et d'autre part S_{r_d} et n_d pour la branche de dégel. Néanmoins, la continuité de la courbe de gel-dégel impose une égalité des deux branches à la température minimale T_{min} correspondant à la fin du gel et au début du dégel :

$$S_{L,g}(T_{min}) = S_{L,d}(T_{min}) \quad (8.14)$$

La combinaison des eqs.(8.12 - 8.14) permet alors d'imposer le paramètre S_{r_d} grâce

à la relation suivante :

$$S_{rd} = \frac{S_{L,g}(T_{min}) - S_{L0}f_{n_d,T_d}(T_{min})}{1 - f_{n_d,T_d}(T_{min})} \quad (8.15)$$

8.1.3 Résolution de l'équation de chaleur et discussions

L'interpolation des courbes de gel-dégel est réalisée par le biais d'un programme Matlab permettant d'ajuster les paramètres S_{rg} et n_g pour la courbe de gel et n_d pour la courbe de dégel par la méthode des moindres carrés. Les valeurs obtenues sont reportées dans le tableau 8.3.

TABLE 8.3 – Paramètres d'interpolation des courbes de gel-dégel de DAG et STA.

	Fixés		Ajustés				Corrélation	
	T_g [°C]	T_d [°C]	n_g	S_{rg}	n_d	S_{rd}	R_g^2	R_d^2
DAG-S75	-1.8	-0.05	0.57	0.105	0.26	0.014	0.997	0.997
DAG-S85	-1	-0.05	0.5	0.105	0.26	0.013	0.996	0.994
DAG-S95	-2	-0.02	0.59	0.102	0.25	0.011	0.999	0.986
STA-S75	-2.2	-0.18	0.6	0.051	0.35	0.0002	0.997	0.994
STA-S85	-1.8	-0.15	0.6	0.065	0.36	0.017	0.999	0.991
STA-S95	-2.8	-0.15	0.64	0.066	0.35	0.0035	0.999	0.99

On constate une très bonne interpolation des courbes expérimentales, traduite par des coefficients de corrélation R^2 de l'ordre de 0.99. La correspondance des courbes numériques et expérimentales est illustrée sur la figure 8.3. En outre, on remarque que, pour une terre donnée, les valeurs de S_{rg} et n_d sont quasi-identiques quelle que soit la saturation liquide initiale. Cela montre que les paramètres n_d traduisant la forme de la courbe de dégel et S_{rg} correspondant à la quantité d'eau non gelable dépendent principalement de la microstructure. Ce constat est cohérent avec la relation établie dans le chapitre 5 entre la courbe de dégel, la saturation liquide d'eau non gelée et la microstructure du matériau poreux.

Pour la résolution numérique de l'équation de chaleur (8.11), un schéma d'Euler explicite est adopté avec un pas de temps de 0.1 s. Le profil de température externe T_e utilisé est celui de la température de consigne de l'enceinte climatique imposée pour l'essai de gel-dégel sous charge constante décrit sur la figure 7.4. La condition initiale imposée pour la résolution du problème est donnée par :

$$T(t = 0) = T_e(t = 0) = T_{max} \quad (8.16)$$

où T_{max} représente la température maximale imposée au début de l'essai qui correspond à la température de dégel $T_{max} = 10$ °C.

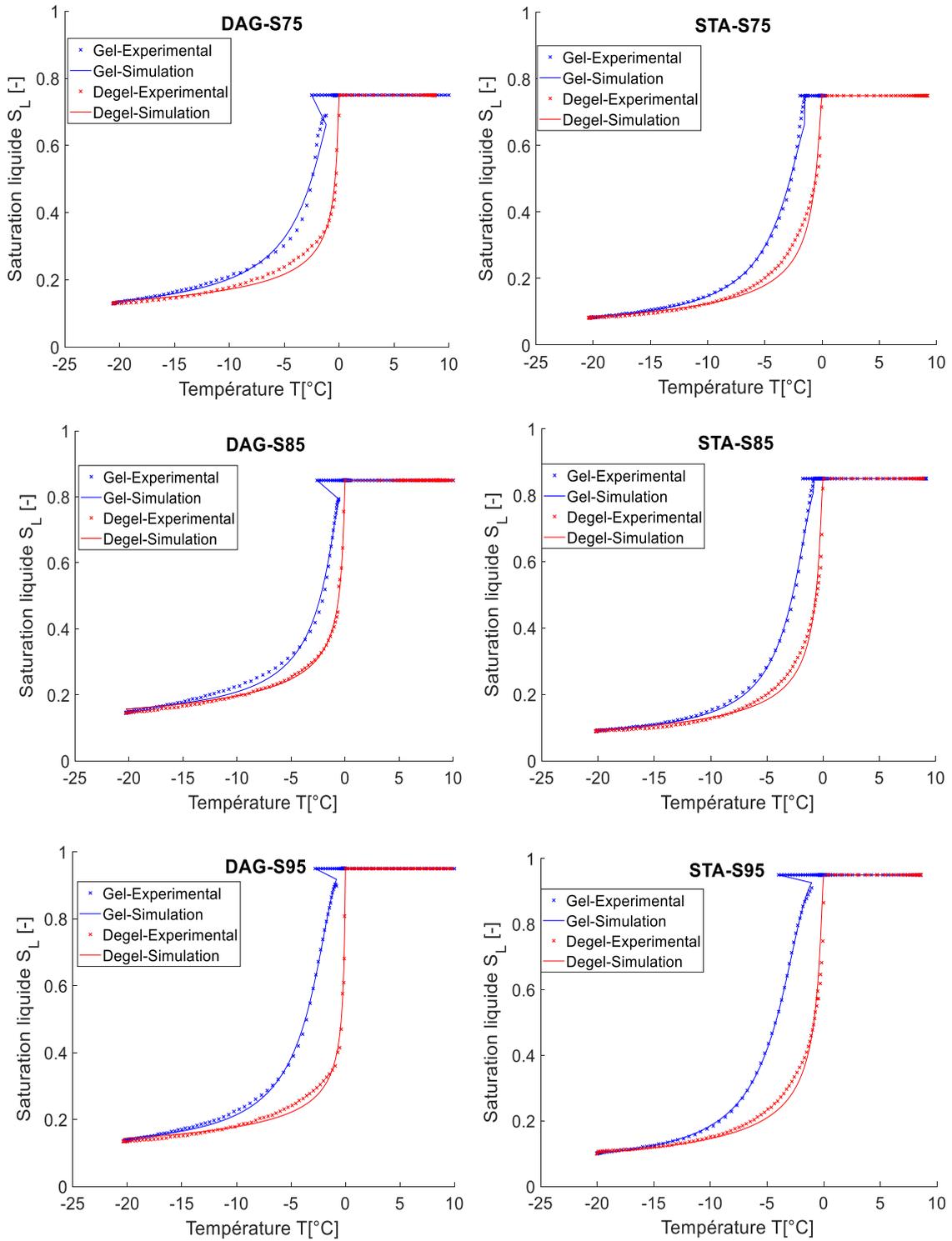


FIGURE 8.3 – Résultats de l'interpolation des courbes de gel-dégel pour DAG et STA.

Dans un premier temps, il est nécessaire de déterminer, à partir des résultats expérimentaux de température interne, la valeur du coefficient de convection thermique h permettant la meilleure simulation numérique du profil de température interne. Pour ce faire, nous avons utilisé les résultats en amont de la solidification de l'eau, lors du refroidissement du système. En effet, dans ce cas, $S_C = 0$ et la variation de température du système est uniquement gouvernée par le mécanisme de convection thermique.

Les résultats montrent une forte sensibilité au paramètre h . L'exemple de DAG-S75 est donné sur la figure 8.4 pour différentes valeurs de h .

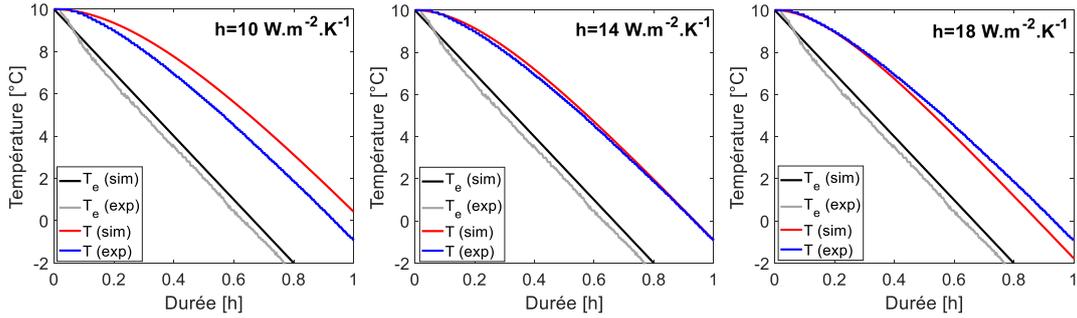


FIGURE 8.4 – Détermination expérimentale de h avec le profil de température interne, exemple de DAG-S75.

On peut observer une différence préalable de température externe (T_e) entre les valeurs mesurées et les valeurs simulées numériquement. Cela peut alors induire un écart identique, qui sera considéré acceptable, entre la température interne simulée et la température interne expérimentale. On remarque donc que la valeur de h permettant une simulation numérique correcte se situe à la limite de la condition imposée par le nombre de Biot telle que définie dans la relation (8.10) (soit, pour rappel à $h \leq 14 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$) voire au-dessus dans le cas de DAG-S85 (avec $h = 18 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$). Afin de respecter la contrainte sur le paramètre h , on retiendra un coefficient de convection thermique $h = 14 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ pour tous les matériaux.

L'autre grandeur qu'il est nécessaire de quantifier pour la réalisation du calcul thermique est la variation temporelle de la saturation en glace. Pour ce faire deux options sont possibles.

La première consiste à considérer que les changements de phase de l'eau sont instantanés. Autrement dit, dès que la température atteint la valeur permettant le gel ou le dégel dans un pore, celui-ci se produit instantanément. Dans ce cas, la saturation en glace (en gel ou en dégel) devient une fonction unique de la température, et il est possible de décomposer sa dérivée temporelle comme suit :

$$\frac{\partial S_C}{\partial t} = \frac{\partial S_C}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (8.17)$$

où $\frac{\partial S_C}{\partial T}$ est obtenu via la dérivée des courbes de gel-dégel interpolées. La combinaison des eqs.(8.17) et (8.11) permet d'obtenir la relation suivante, qui sera qualifiée de "modèle équilibre" :

$$\rho c_p V \frac{\partial T}{\partial t} = Ah(T_e - T) + V \phi \rho_C \Delta h_{fus}(T) \frac{\partial S_C}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (8.18)$$

Les profils de températures ainsi que la variation de la saturation en glace en fonction de la température obtenus avec le modèle équilibre sont présentés sur la figure 8.5 pour STA-S95.

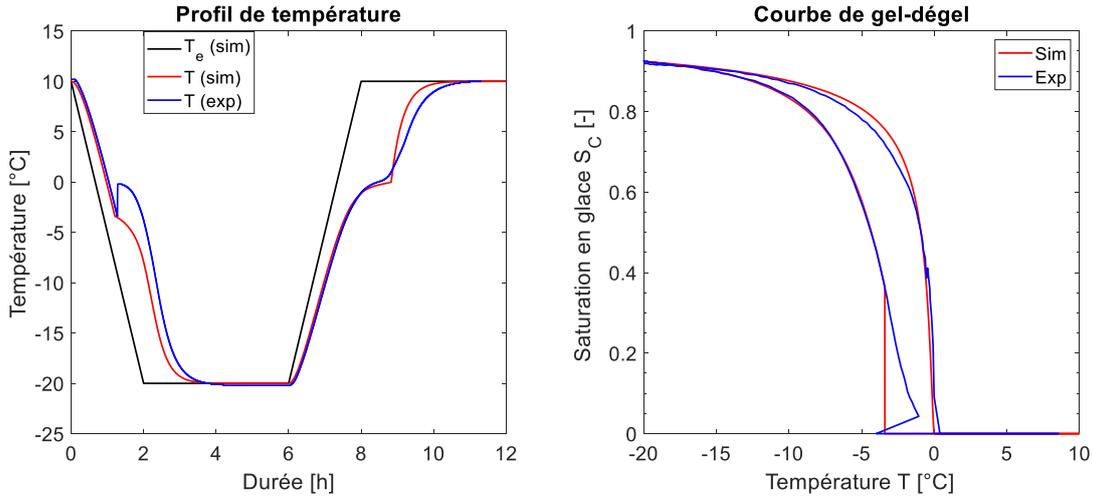


FIGURE 8.5 – Comparaison entre les données expérimentales et les résultats de simulation numérique avec le modèle équilibre, exemple de STA-S95.

On remarque que le plateau de température au dégel est relativement bien représenté avec le modèle équilibre. Cependant, la hausse de température observée expérimentalement lors de la nucléation instantanée de la glace n'est pas reproduite. Ce constat est valable pour les deux matériaux et les trois saturations liquides initiales. On peut alors en déduire que le modèle équilibre ne permet pas de reproduire l'ensemble des phénomènes observés lors du changement de phase liquide-glace. Une seconde approche est alors réalisée pour considérer la cinétique associée à la solidification de l'eau interstitielle. Dans ce cas, nous introduisons une loi cinétique d'ordre 1 associée au gel ou au dégel qui s'exprime comme suit :

$$\frac{\partial S_C}{\partial t} = \beta(S_C^{eq} - S_C) \quad (8.19)$$

où S_C^{eq} est la saturation en glace calculée avec la relation de Van Genuchten correspondant au modèle équilibre et S_C la solution calculée avec le modèle cinétique. Le coefficient β [s^{-1}] est la constante cinétique associée au gel et dégel.

Les figures 8.6 et 8.7 montrent les résultats de la simulation numérique pour DAG et STA respectivement. On constate qu'une constante cinétique $\beta = 0.01 \text{ s}^{-1}$ donne une très bonne corrélation entre la simulation numérique et les mesures expérimentales du profil de température interne et de la courbe de gel-dégel par rapport au modèle équilibre. Néanmoins, à $S_{L0} = 0.95$ pour les deux matériaux (DAG-S95 et STA-S95), on constate un écart de température au pic de nucléation. On peut aussi noter des écarts associés au plateau de fusion. Malgré ces écarts, il semble que ce modèle cinétique convient pour reproduire le pic de température associé à la nucléation de la glace et par conséquent le profil de température interne au gel-dégel.

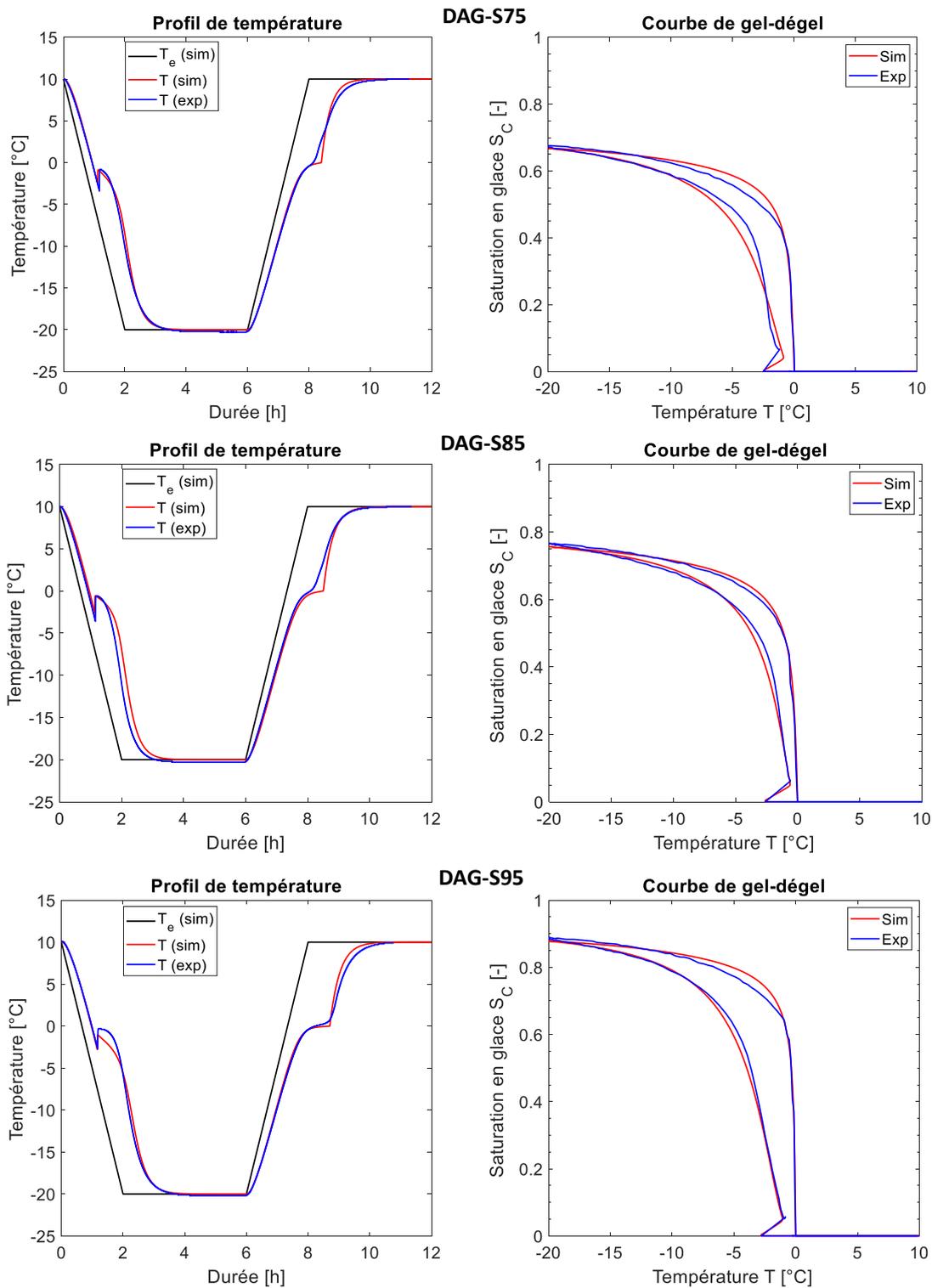


FIGURE 8.6 – Simulation numérique des profils de température et des courbes de gel-dégel pour DAG-S75 (en haut), DAG-S85 (en bas) et DAG-S95 (en bas).

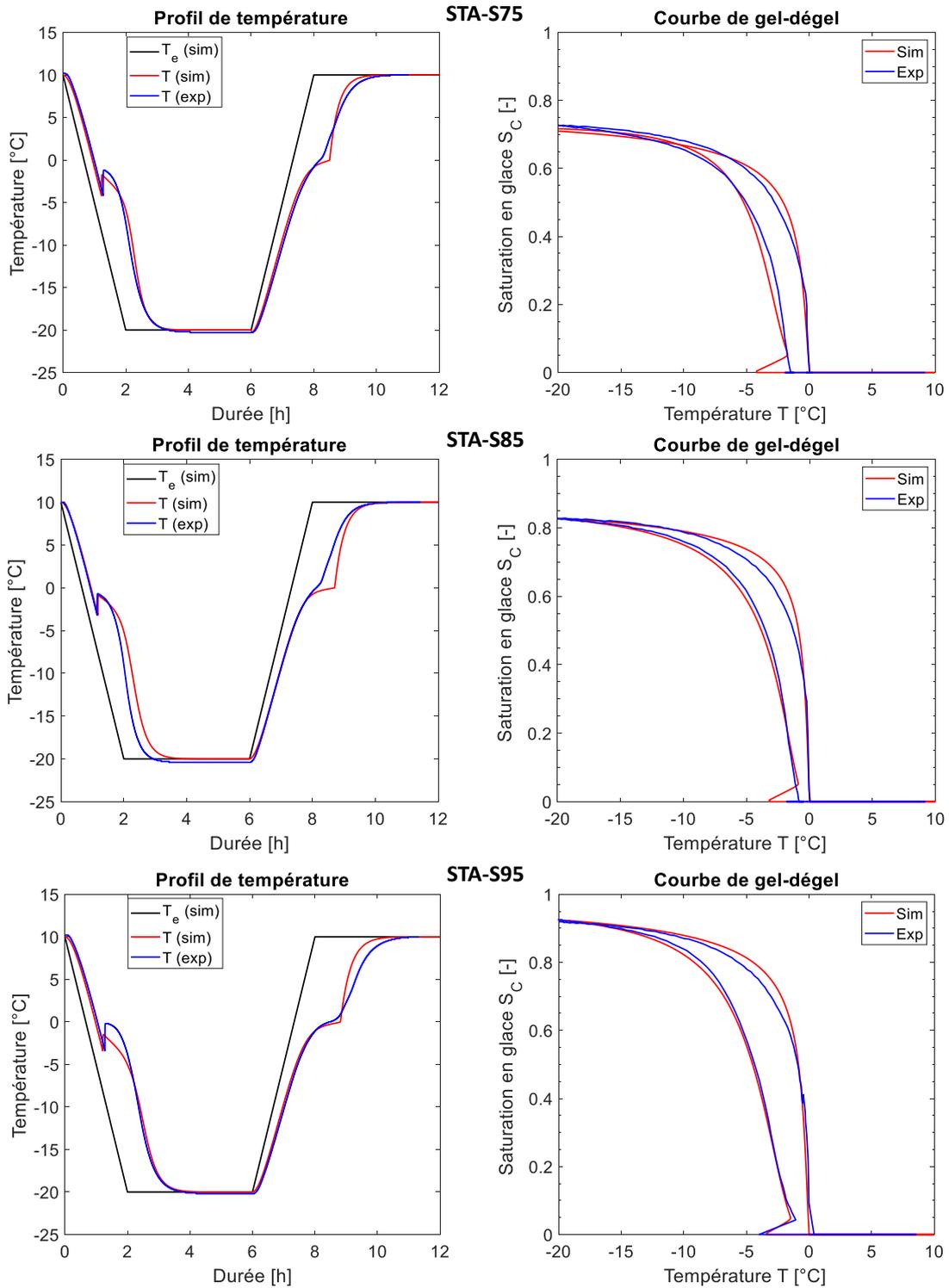


FIGURE 8.7 – Simulation numérique des profils de température et des courbes de gel-dégel pour STA-S75 (en haut), STA-S85 (en bas) et STA-S95 (en bas).

8.2 Modélisation de la déformation au gel-dégel

8.2.1 Formulation des lois de comportement poroélastique

Dans le chapitre 7, les essais de gel-dégel sur les échantillons en conditions d'humidification pathologiques et sous une charge constante (σ_0 ou σ_{100}) ont montré un retrait au gel et un gonflement au dégel qui semblent être liés à la quantité de glace formée et au développement de pressions internes (dans les pores). Au regard des mesures expérimentales de déformations, l'approche poromécanique peut fournir une compréhension du rôle de ces processus physico-mécaniques sur le comportement au gel-dégel du matériau terre. La théorie de la poroélasticité initialement formulée par Biot [47] a été largement développée pour les matériaux poreux grâce aux travaux de Coussy [78] en considérant les lois thermodynamiques de conservation de masse et d'énergie. Par la suite, plusieurs études ont montré l'intérêt des lois de comportement poromécanique pour modéliser les déformations des matériaux saturés (bi-phasiques) exposés à des sollicitations hydriques et/ou thermiques telles que le séchage-humidification [80, 83] ou le gel-dégel [82, 347]. En outre, pour considérer les phénomènes irréversibles dus à l'endommagement des matériaux poreux, les lois de la poromécanique ont aussi été étendues pour une modélisation élastoplastique du comportement au gel-dégel des sols saturés [203], des ciments [206] ou des roches [162]. Dans le cas de matériaux poreux tri-phasiques, quelques études numériques ont également proposé une modélisation des déformations via une approche thermo-poromécanique. Par exemple, une modélisation des déformations est proposée dans le cas de la cristallisation de sels dans un matériau poreux non saturé (liquide, air et cristaux de sels) [76] ou dans le cas de matériaux cimentaires exposés au gel (liquide, air et cristaux de glace) [204]. Cette dernière étude a mis en évidence l'impact de la saturation liquide initiale sur le mécanisme de déformations au gel ; néanmoins elle ne propose pas une modélisation de la déformation au dégel. Dans ce contexte, nous proposons alors une approche thermo-poroélastique pour simuler les déformations axiales lors du 1^{er} cycle de gel-dégel sur les matériaux poreux non saturés DAG et STA.

L'écriture sous forme tensorielle de la loi de comportement thermo-poroélastique pouvant être associée à la déformation d'un matériau poreux élastique linéaire isotrope est donnée par la loi d'état (formulée dans [79]) :

$$\boldsymbol{\sigma} = \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \quad (8.20)$$

où $\boldsymbol{\sigma}$ et $\boldsymbol{\varepsilon}$ sont respectivement les tenseurs de contrainte et de déformation et Ψ représente l'énergie libre complémentaire de déformation. Dans le cadre général de la poroélasticité, Ψ est supposé suivre la forme quadratique suivante :

$$\Psi = \left[\boldsymbol{\sigma} + \frac{1}{2} \left(\left(K - \frac{2G}{3} \right) \epsilon \boldsymbol{\delta} + 2G\boldsymbol{\varepsilon} \right) - \left(\sum_{i=L,C,G} b_i \Delta P_i + 3\alpha_{th} K \Delta T \right) \boldsymbol{\delta} \right] : \boldsymbol{\varepsilon} + f(P_i, T) \quad (8.21)$$

où $\Delta P_i = P_i - P_i^0$ représente la variation de pression de la phase i et $\Delta T = T - T_0$ la variation de température du milieu. $\epsilon = \text{tr}(\boldsymbol{\varepsilon})$ est la déformation volumique du matériau. $\boldsymbol{\delta}$ représente le tenseur d'identité d'ordre 2. Les paramètres K , G et α_{th} sont respectivement le module d'élasticité volumique, le module de cisaillement et le coefficient de dilatation linéaire thermique du matériau poreux. b_i représente le coefficient de Biot partiel de la phase i considérée. Enfin, $f(P_i, T)$ regroupe l'ensemble des termes de l'énergie libre Ψ qui ne dépendent pas de $\boldsymbol{\varepsilon}$.

En admettant la condition d'iso-déformation, il est possible de considérer $b_i = S_i b$ où b est le coefficient de Biot généralisé défini comme suit :

$$b = 1 - \frac{K}{k_S} \quad (8.22)$$

avec k_S le module d'élasticité volumique du squelette solide.

La combinaison des deux précédentes relations donne ainsi la loi de comportement suivante, qui sera qualifiée de "globale" par la suite :

$$\boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\sigma}_0 = \left(K - \frac{2G}{3} \right) \epsilon \boldsymbol{\delta} + 2G\boldsymbol{\varepsilon} - \left(\sum_{i=L,C,G} b S_i \Delta P_i \right) \boldsymbol{\delta} - 3\alpha_{th} K \Delta T \boldsymbol{\delta} \quad (8.23)$$

L'application de cette loi de comportement à notre cas d'étude où seule la contrainte normale axiale, notée σ , est non nulle permet d'exprimer la déformation axiale, notée ε , sous la forme :

$$\varepsilon = \frac{\Delta \sigma}{E} + \frac{1 - 2\nu}{E} \left(\sum_{i=L,C,G} b S_i \Delta P_i \right) + \alpha_{th} \Delta T \quad (8.24)$$

avec $E = 9KG/(3K + G)$ le module d'Young et $\nu = (3K - 2G)/(6K + 2G)$ le coefficient de Poisson.

Dans le cas de la terre compactée non saturée, nous pouvons admettre que la pression de gaz reste constante au cours du gel-dégel : $P_G = P_{atm}$. En outre, au vu des résultats expérimentaux, nous pouvons aussi supposer que la glace se forme sans surpression. Ainsi, la pression de la glace reste constante lors du gel-dégel et égale à la pression de l'air $P_C = P_G$. Nous considérerons alors que $\Delta P_G = \Delta P_C = 0$. Ainsi, la relation (8.24) peut se réduire à l'expression ci-dessous :

$$\varepsilon = \frac{\Delta\sigma}{E} + \frac{1-2\nu}{E} b S_L \Delta P_L + \alpha_{th} \Delta T \quad (8.25)$$

où ΔP_L s'exprime grâce à l'égalité des potentiels chimiques entre l'eau liquide et la glace comme suit :

$$\Delta P_L = \Sigma_{fus} \Delta T \quad (8.26)$$

Une autre approche, qualifiée d'"incrémentale", est aussi proposée pour cette étude. L'approche incrémentale repose sur l'hypothèse que la transformation poroélastique ne se produit pas entre t_0 et t mais par pas successifs entre les configurations aux temps t et $t + dt$. Suivant cette approche, la relation (8.25) se réécrit :

$$d\varepsilon = \frac{d\sigma}{E} + \frac{1-2\nu}{E} b S_L dP_L + \alpha_{th} dT \quad (8.27)$$

avec :

$$dP_L = \Sigma_{fus} dT \quad (8.28)$$

8.2.2 Détermination expérimentale du coefficient de Biot

En condition isotherme, la partie sphérique de la loi de comportement poroélastique (eq.8.23) s'écrit :

$$\epsilon = \frac{1}{K} \Delta\sigma_m - \frac{b}{K} \Delta P_\Phi \quad (8.29)$$

où $\sigma_m = \frac{1}{3} \text{tr}(\boldsymbol{\sigma})$ est la contrainte moyenne appliquée sur l'échantillon et P_Φ la pression du gaz interne aux pores. A partir de cette relation, le module d'élasticité volumique K et le coefficient de Biot b peuvent s'exprimer comme suit :

$$K = \frac{\partial\sigma_m}{\partial\epsilon}; \quad b = -K \frac{\partial\epsilon}{\partial P_\Phi} \quad (8.30)$$

Cette équation montre que le coefficient de Biot représente la fraction de la déformation volumique due à la variation de pression de pores à contrainte totale constante.

Les équations (8.30) fournissent une méthode expérimentale pour évaluer le coefficient de Biot avec un matériau poreux sec. Cela consiste à appliquer initialement une compression isotrope en modifiant par incrément la pression de confinement et en maintenant la pression de pores nulle. La mesure de la déformation volumique permet d'évaluer, dans un premier temps, le module d'élasticité volumique du matériau sec noté K^{sec} . Ensuite, une seconde étape consiste à appliquer un incrément de pression de pores en maintenant constante la contrainte totale. Sur ce chemin de chargement, il est possible,

finalement, de déterminer le coefficient de Biot b grâce à la mesure de la déformation volumique. Une procédure de chargement similaire a aussi été proposée pour évaluer les propriétés poroélastiques d'une pâte cimentaire durcie [132].

Dans notre étude, l'essai est réalisé dans une cellule triaxiale permettant de piloter séparément la pression de confinement et la pression interstitielle par contrôle de la pression d'air injecté. Le choix de l'injection d'air par rapport à l'eau était, en effet, judicieux pour maintenir l'état sec du matériau. Une description complète de la cellule triaxiale utilisée et de ses capteurs (déplacement, pression) est fournie dans [65]. Le chemin de chargement-déchargement associé à la pression de confinement et la pression interne est présenté sur la figure 8.8.

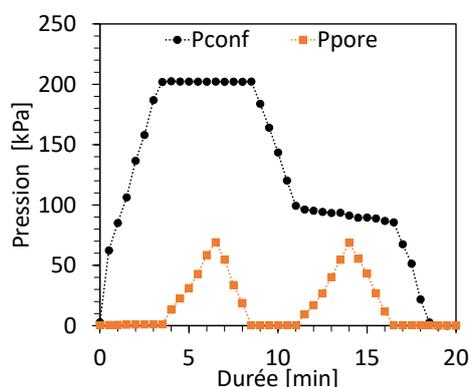


FIGURE 8.8 – Profil de la pression de confinement P_{conf} et de la pression de pores P_{pore} .

La valeur de module d'élasticité volumique retenue correspond à la mesure sur le chemin de déchargement de 200 à 100 kPa. Les résultats de module d'élasticité volumique K^{sec} et de coefficient de Biot b pour les trois terres étudiées sont reportés dans le tableau 8.4. A partir de ces deux mesures, l'eq.(8.22) permet de déterminer, à l'état sec, le module de compressibilité du squelette solide k_S^{sec} .

TABLE 8.4 – Résultats de la mesure de b , K^{sec} et du calcul de k_S^{sec} pour chaque terre à l'état sec.

Propriétés	CFL	DAG	STA
b [-]	0.78	0.72	0.65
K^{sec} [MPa]	261	241	218
k_S^{sec} [MPa]	1186	861	623

On remarque que les valeurs de k_S^{sec} sont très faibles comparées à celles obtenues dans la littérature qui sont de l'ordre de la dizaine de GPa [46, 131]. En effet, les échantillons étant séchés à 105 °C, le squelette solide comprend, en plus des grains minéraux des sols, l'eau non évaporable à cette température de séchage. De ce fait, la compressibilité du squelette solide correspond davantage à celle de l'eau liquide ($K_L = 1.79$ GPa [77]) qui,

d'autant plus, peut être réduite à cause de la présence de bulles d'air lors de l'application de la pression interstitielle.

8.2.3 Homogénéisation des propriétés mécaniques

Dans cette partie, une procédure d'homogénéisation est proposée pour déterminer numériquement l'évolution des propriétés mécaniques (module d'Young et coefficient de Poisson) au cours d'un cycle de gel-dégel. En effet, à l'état gelé, le matériau terre non saturé peut être considéré comme un milieu hétérogène composé de deux phases solides (squelette solide et cristaux de glace) et deux phases sous forme de fluide (eau liquide et gaz). Le schéma d'homogénéisation doit alors permettre de déterminer les caractéristiques macroscopiques du matériau à partir des propriétés microstructurales et mécaniques de chaque constituant du matériau. Pour cela, il est possible de choisir un schéma d'homogénéisation multi-échelle.

Pour chaque échelle, la méthode d'homogénéisation comprend trois étapes : la description, la localisation et l'homogénéisation [104]. La description consiste à identifier les différentes phases (au sens mécanique) de la microstructure du VER (du milieu hétérogène) considéré. La localisation vise à déterminer les relations des états de contrainte-déformation entre l'échelle microscopique et l'échelle macroscopique. L'homogénéisation permet de combiner les lois de comportement contrainte-déformation entre les échelles micro-macro avec les relations de localisation.

Dans notre étude, l'homogénéisation des propriétés mécaniques s'effectuera en trois étapes comme représenté sur la figure 8.9.

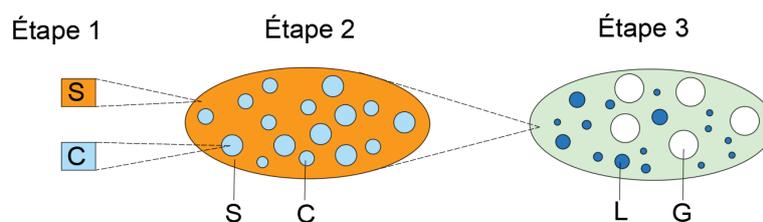


FIGURE 8.9 – Représentation du schéma d'homogénéisation de la terre compactée gelée.

La première étape vise à caractériser les propriétés mécaniques des deux phases solides qui sont le squelette solide (S) et les cristaux de glace (C). La deuxième étape consiste à évaluer les propriétés mécaniques homogénéisées de la matrice solide qui est un assemblage du squelette solide et des cristaux de glace. Finalement, les caractéristiques macroscopiques du matériau sont déterminées en tenant compte des pores remplis par l'eau liquide L et le gaz G . Pour la résolution du problème d'homogénéisation, chaque VER est défini par une morphologie d'Eshelby représentée par des inclusions sphériques

noyées dans un milieu de référence qui constitue la phase dominante [104]. Ainsi, suivant le choix du milieu de référence, deux schémas d'homogénéisation seront adoptés : le modèle auto-cohérent dans le cas où le milieu de référence est le milieu homogénéisé (absence de phase dominante) [152] ou le schéma de Mori-Tanaka dans lequel une phase prédominante dans le VER est définie comme étant le milieu de référence [232].

Étape 1 : Propriétés mécaniques de la glace et du squelette solide

Les propriétés mécaniques de la glace utilisées dans notre étude numérique sont présentées dans le tableau 8.1 avec un module d'élasticité volumique $k_C = 7810$ MPa et un module de cisaillement $g_C = 3000$ MPa.

Pour le squelette solide qui correspond aux grains solides de la terre et à l'eau non évaporable à 105 °C, les propriétés mécaniques évoluent en fonction de l'état d'hydratation de la matrice argileuse. Ainsi, il est possible de déterminer ses propriétés mécaniques à partir des mesures expérimentales du module d'Young E en fonction de la saturation liquide initiale S_{L0} à l'état non gelé. En effet, dans cet état, la terre crue compactée comprend le squelette solide qui constitue la seule phase solide considéré comme le milieu de référence. Ainsi, l'inversion des équations d'homogénéisation suivant le schéma de Mori-Tanaka (eq.8.31) permet d'obtenir les modules de compressibilité k_S et de cisaillement g_S du squelette solide à partir des propriétés macroscopiques de la terre compactée K et G :

$$K = \frac{4k_S g_S (1 - \phi)}{3\phi k_S + 4g_S}; \quad G = \frac{g_S (8g_S + 9k_S) (1 - \phi)}{6\phi (2g_S + k_S) + 8g_S + 9k_S} \quad (8.31)$$

Précisément, K et G sont respectivement le module d'élasticité volumique et le module de cisaillement de la terre compactée obtenus à partir des résultats expérimentaux en considérant la terre comme un matériau élastique, linéaire et isotrope.

Les essais de chargement-déchargement sur des échantillons non gelés de DAG et de STA à +10 et 0 °C avant la formation de glace permettent d'établir une relation numérique entre le module d'Young E [MPa] et la saturation liquide S_L du matériau. La figure 8.10 montre pour les deux températures une très bonne approximation de cette relation ($R^2 > 0.98$) grâce à une fonction polynomiale d'ordre 2. Par ailleurs, on constate un faible écart entre les deux températures. Ainsi, dans la suite, nous retiendrons la relation obtenue à $T = +10$ °C. En supposant un coefficient de Poisson $\nu = 0.25$ pour les deux matériaux terre [60, 66], le calcul de K et de G puis l'inversion du schéma de Mori-Tanaka avec les relations (8.31) donnent l'évolution du module d'élasticité volumique k_S et du module de cisaillement g_S du squelette solide de chaque matériau terre en fonction de la saturation liquide initiale représentée sur la figure 8.11. On remarque que les valeurs de k_S pour les faibles saturations liquides sont très similaires au module de compressibilité volumique du

squelette solide obtenu via les essais de compression isotrope et de variation de pression interstitielle sur les échantillons secs de DAG et STA (tableau 8.4).

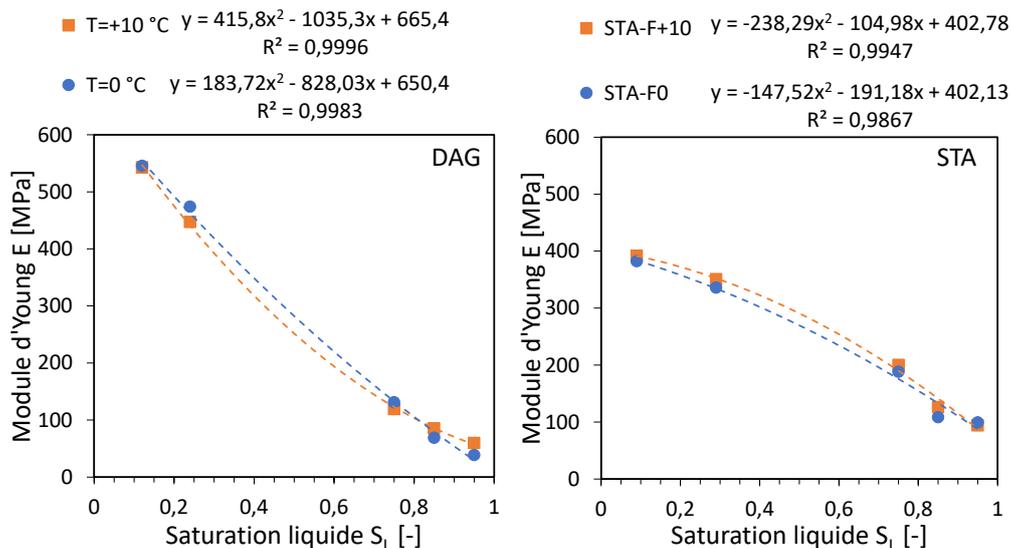


FIGURE 8.10 – Données expérimentales et régression polynomiale du module d'Young E en fonction de la saturation liquide S_L à 10 et 0 °C pour (a) DAG et (b) STA.

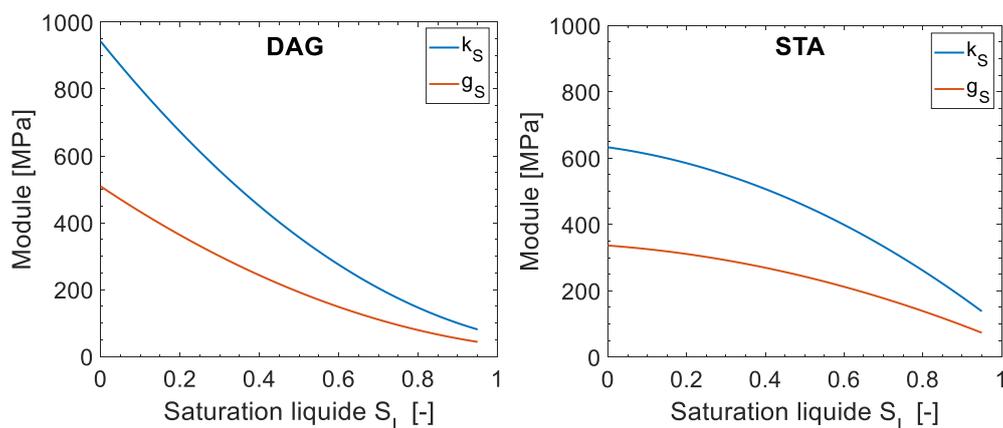


FIGURE 8.11 – Résultats numériques du module d'élasticité volumique k_S (en rouge) et du module de cisaillement g_S (en bleu) du squelette solide en fonction de la saturation liquide S_L pour DAG et STA.

Étape 2 : Homogénéisation de la matrice solide

Dans le cas gelé, la matrice solide de la terre compactée est composée du squelette solide et de la glace. En admettant une inclusion d'Eshelby, un schéma auto-cohérent peut être adopté car les deux phases solides ont chacun un impact significatif sur les propriétés de la matrice solide. Par conséquent, l'homogénéisation permet d'exprimer, en fonction de la saturation en glace (S_C), les caractéristiques mécaniques de la matrice solide considérée comme le milieu de référence via les relations suivantes :

$$K_M = f_S k_S A_S^v + f_C k_C A_C^v \quad (8.32)$$

$$G_M = f_S g_S A_S^d + f_C g_C A_C^d \quad (8.33)$$

où K_M et G_M représentent les modules de compressibilité et de cisaillement de la matrice solide (squelette + glace).

Le terme f_i constitue la fraction volumique de la phase i dans la matrice solide. Au cours du gel-dégel, les fractions volumiques de la glace (f_C) et du squelette solide (f_S) peuvent s'exprimer comme suit :

$$f_C = \frac{\phi S_C}{1 - \phi(S_L + S_G)}; \quad f_S = 1 - f_C \quad (8.34)$$

Dans les relations (8.32) et (8.33), pour chaque phase i , A_i^v et A_i^d sont respectivement les coefficients volumiques et déviatoriques du tenseur de localisation de la déformation. Leurs expressions sont données ci-dessous :

$$A_i^v = \frac{\left(1 + \alpha_0 \left(\frac{k_i}{k_0} - 1\right)\right)^{-1}}{\sum_{r=S,C} f_r \left(1 + \alpha_0 \left(\frac{k_r}{k_0} - 1\right)\right)^{-1}}; \quad A_i^d = \frac{\left(1 + \beta_0 \left(\frac{g_i}{g_0} - 1\right)\right)^{-1}}{\sum_{r=S,C} f_r \left(1 + \beta_0 \left(\frac{g_r}{g_0} - 1\right)\right)^{-1}} \quad (8.35)$$

avec

$$\alpha_0 = \frac{3k_0}{3k_0 + 4g_0}; \quad \beta_0 = \frac{6(k_0 + 2g_0)}{5(3k_0 + 4g_0)} \quad (8.36)$$

où k_0 et g_0 sont respectivement le module d'élasticité volumique et le module de cisaillement du milieu de référence. Le choix du schéma auto-cohérent impose comme milieu de référence la matrice solide homogénéisé; on a alors $k_0 = K_M$ et $g_0 = G_M$.

Étape 3 : Homogénéisation du matériau terre

Au cours du gel-dégel, le matériau terre est composé d'une matrice solide considérée comme un milieu homogène (avec le squelette solide et les pores contenant les cristaux de glace) et de deux phases non solides dans les pores non gelés (eau liquide et gaz). En considérant que l'eau liquide et le gaz sont des phases drainées (fluides), le schéma d'homogénéisation du matériau terre peut être représenté par la matrice solide comme milieu de référence comprenant des inclusions d'Eshelby qui constituent les pores remplis d'eau liquide et d'air. Dans ce cas, le schéma de Mori-Tanaka permet d'estimer les propriétés macroscopiques de la terre compactée en fonction de la saturation en glace :

$$K^{hom} = \frac{4K_M G_M (1 - \phi_F)}{3\phi_F K_M + 4G_M}; \quad G^{hom} = \frac{G_M (8G_M + 9K_M) (1 - \phi_F)}{6\phi_F (2G_M + K_M) + 8G_M + 9K_M} \quad (8.37)$$

où $\phi_F = \phi \cdot (S_L + S_G)$ représente la fraction volumique de pores occupés par les fluides (l'eau liquide et le gaz) au cours du gel-dégel.

En considérant un comportement isotrope du matériau terre au cours du gel-dégel, les équations (8.37) permettent finalement d'exprimer l'évolution du module d'Young et du coefficient de Poisson avec la saturation en glace. Les figures 8.12 et 8.13 présentent une confrontation des résultats numériques issus de l'homogénéisation avec les données expérimentales pour DAG-S95 et STA-S95 respectivement. Avec $g_C = 3000$ MPa, on remarque que les valeurs homogénéisées du module d'Young sont significativement plus importantes que les données expérimentales. Cette tendance est aussi observée pour les deux autres saturations liquides initiales (S75 et S85). Une raison de cette différence peut être le fait que le schéma d'homogénéisation de la matrice solide ne considère pas l'existence de la couche d'eau liquide non gelable entre les cristaux de glace et les parois des pores. En effet, cette couche d'eau liquide qui entoure la glace dans les pores peut réduire significativement la contrainte de cisaillement entre les deux phases solides. Ainsi, en choisissant une valeur réduite du module de cisaillement de la glace ($g_C = 1000$ MPa), les valeurs numériques sont davantage cohérentes avec les résultats expérimentaux pour tous les matériaux étudiés. Cette valeur de module de cisaillement de la glace sera donc retenue dans cette étude numérique. Malgré cette correction apportée, on constate des écarts notables pour les valeurs de saturation en glace comprises entre 0.6 et 0.8 qui correspondent aux points de mesures à -5 °C lors des essais de chargement-déchargement à température contrôlée. Cette différence peut être due à la sensibilité des mesures expérimentales avec la quantité de glace pouvant présenter de fortes fluctuations à cette température (-5 °C) proche du point de nucléation et de fusion de la glace.

Par ailleurs, le schéma d'homogénéisation permet aussi d'estimer l'évolution du coefficient de Poisson de la terre compactée en fonction de la saturation en glace donnée sur les figures 8.12 et 8.13 pour DAG et STA respectivement. A l'opposé de la simulation en considérant $g_C = 3000$ MPa, le calcul avec $g_C = 1000$ MPa montre une nette augmentation du coefficient de Poisson de 0.25 à 0.31-0.32 avec la saturation en glace. Ce résultat numérique semble assez cohérent puisque lors du gel, le matériau terre tend à adopter un comportement mécanique similaire à celui de la glace qui possède un coefficient de Poisson compris entre 0.3 et 0.33 [125, 294].

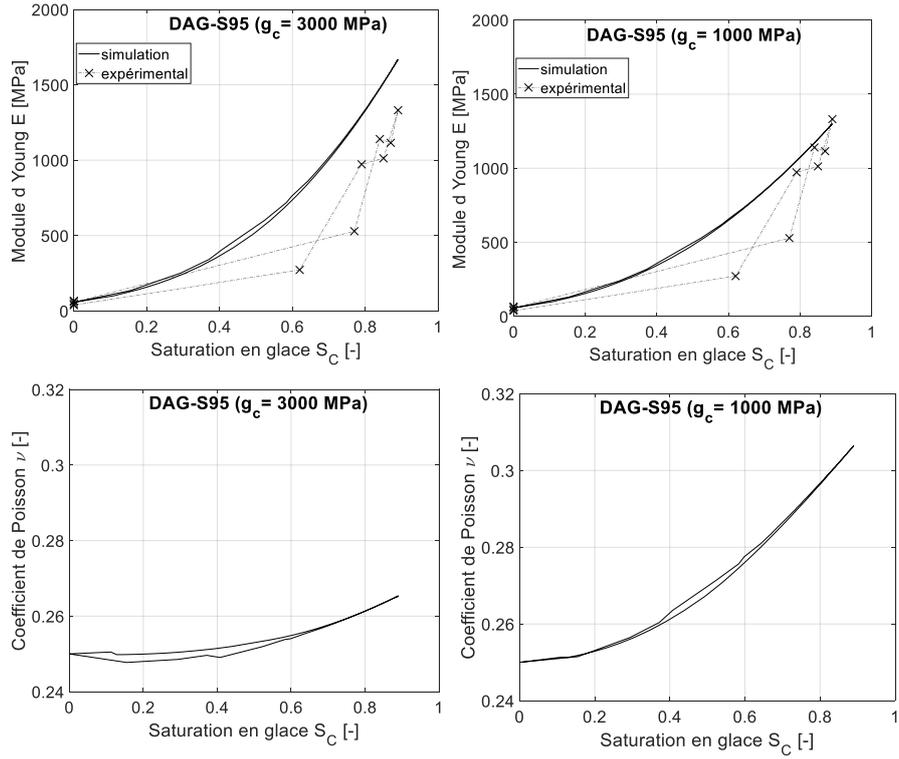


FIGURE 8.12 – Évaluation numérique du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν en fonction de la saturation en glace S_C , cas de DAG-S95.

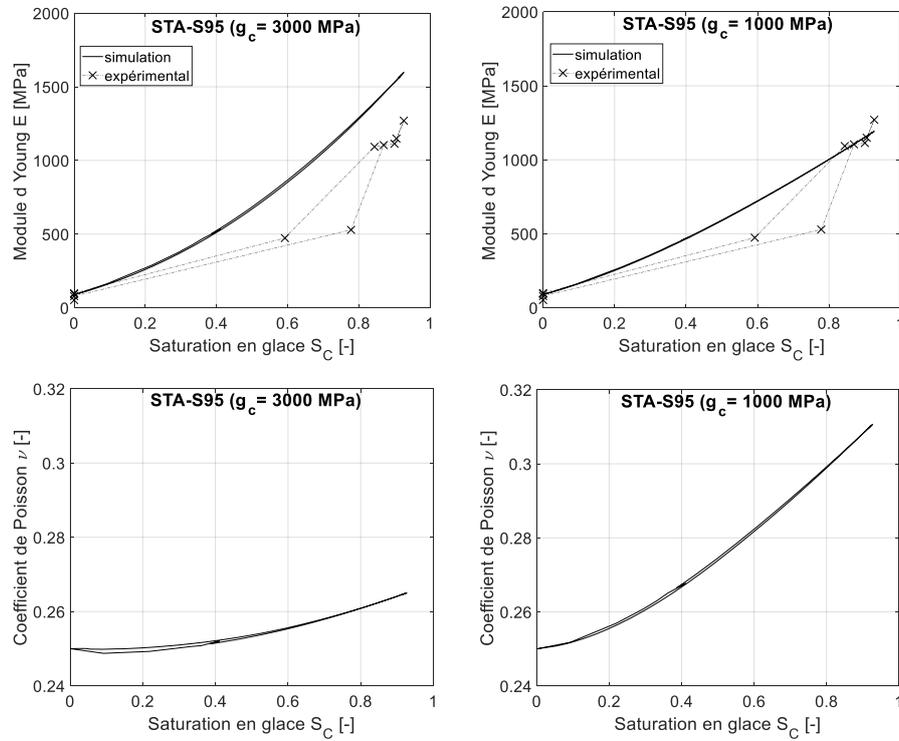


FIGURE 8.13 – Simulation numérique du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν en fonction de la saturation en glace S_C , cas de STA-S95.

8.2.4 Simulation de la déformation axiale et discussions

A partir du profil de température de l'enceinte, la simulation numérique de la déformation axiale au gel-dégel est possible grâce à la résolution numérique, dans un code de calcul Matlab, de l'équation de la chaleur (eq.8.11) avec l'interpolation de la courbe de gel-dégel et de la loi de comportement poroélastique globale (eq.8.25) ou incrémentale (eq.8.27) avec l'homogénéisation de propriétés élastiques. La figure 8.14 présente une confrontation des résultats numériques avec les mesures de déformations au gel-dégel pour les deux matériaux terre en conditions d'humidification pathologiques.

Cette comparaison des résultats montre que le calcul de la déformation axiale avec la loi incrémentale suit correctement les tendances observées expérimentalement contrairement à l'approche globale. Malgré l'écart de déformations entre les valeurs expérimentales et simulées dans le cas de STA-S95 et l'absence de déformation résiduelle positive comme il a été observé expérimentalement pour STA-S85- σ_0 , la formulation incrémentale donne une bonne corrélation entre les déformations mesurées et celles prédites par le modèle thermo-poroélastique. A contrario, la simulation de la déformation avec la loi globale présente un important gonflement à la suite de la formation de glace essentiellement due à l'augmentation du module d'Young E . Également, on remarque que l'approche incrémentale permet de reproduire la déformation résiduelle à la fin du cycle de gel-dégel ; ce qui est impossible avec l'approche globale.

La modélisation thermo-poroélastique confirme bien que les déformations au gel-dégel des matériaux terre non saturés sont majoritairement gouvernées par le mécanisme de cryosuccion (obtenu numériquement avec les hypothèses $dP_C = dP_G = 0$ et $dP_L = \Sigma_{fus}dT \leq 0$). La formulation incrémentale convient mieux pour considérer la modification progressive des propriétés mécaniques du matériau avec la saturation en glace S_C . En effet, la résolution numérique du problème mécanique par un calcul incrémental permet d'estimer successivement les incréments de déformation dus aux incréments de température tout en considérant l'évolution des lois de contrainte-déformation du matériau entre chaque étape. De ce fait, la formulation incrémentale est très intéressante pour considérer les phénomènes de non-linéarité et d'irréversibilités au gel-dégel se traduisant par la déformation résiduelle à la fin du cycle. L'intérêt de la formulation incrémentale pour le comportement des géomatériaux a aussi été souligné par Darve et Servant [88].

Cependant, il convient de noter que l'approche thermo-poroélastique proposée dans cette étude présente quelques limitations dans la simulation des déformations au gel-dégel. L'inconvénient majeur de la loi de comportement thermo-poroélastique est de ne pas pouvoir étudier l'influence de la contrainte axiale sur les déformations de la terre compactée lors du gel-dégel. En effet, le contrainte étant constante, la formulation incrémentale (eq.8.27) impose $d\sigma = 0$ pour le calcul de la déformation axiale quelle que

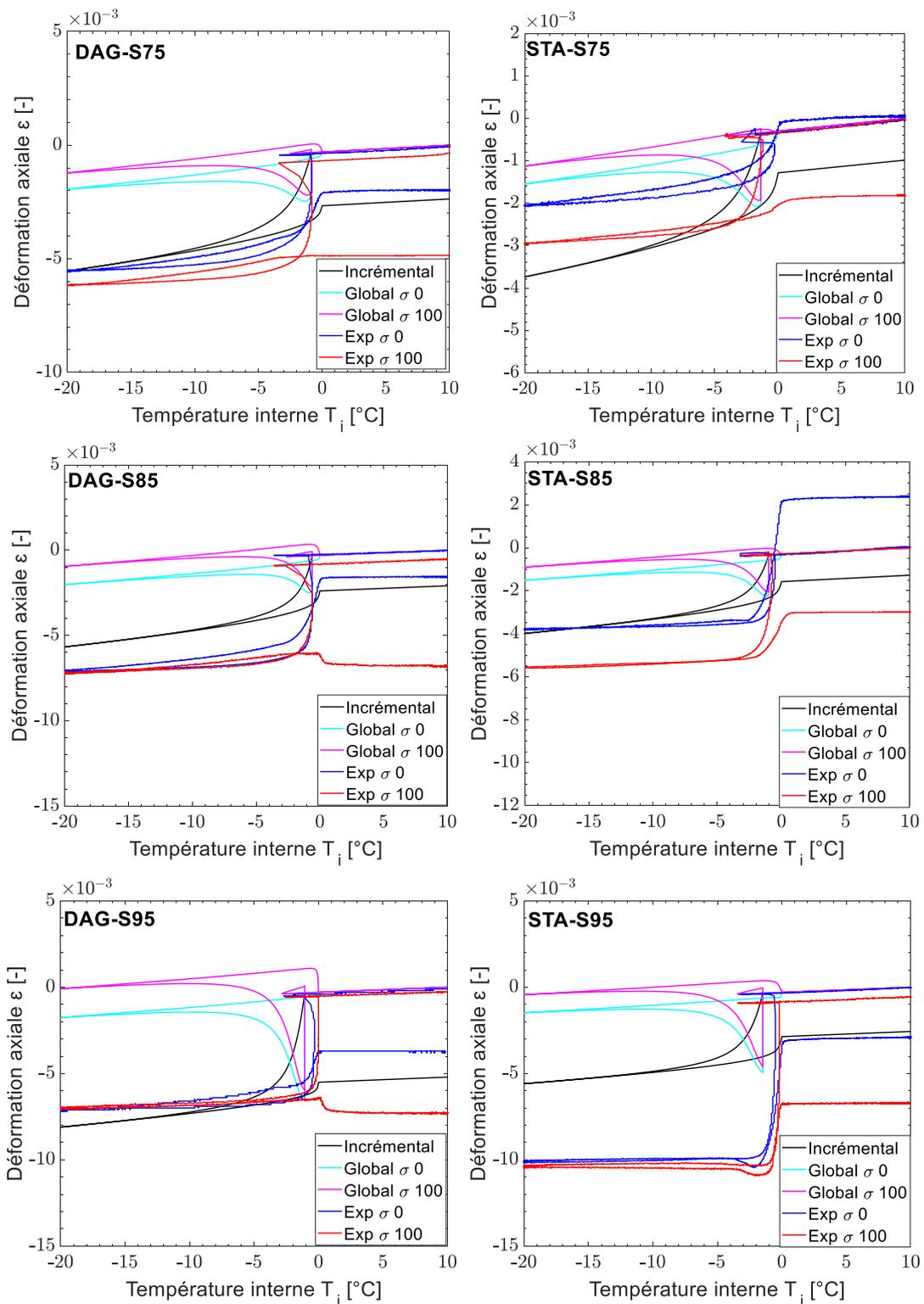


FIGURE 8.14 – Comparaison de la simulation numérique et de la mesure expérimentale des déformations axiales au cours d'un cycle de gel-dégel.

soit la contrainte axiale appliquée. Ainsi, il est impossible de considérer l'influence du chargement mécanique sur les déformations au gel-dégel. Avec la formulation globale, il est possible de faire une distinction entre les deux niveaux de chargement "Global σ_0 " et "Global σ_{100} ". Néanmoins, sur la figure 8.14, cette distinction se traduit par une faible différence dans les déformations simulées.

Notons enfin que la déformation résiduelle obtenue avec la formulation incrémentale de la loi de comportement est liée à l'hystérésis entre la branche de gel et de dégel. Cette déformation permanente ne représente pas l'irréversibilité due à la modification des propriétés physico-mécaniques et/ou à l'état de chargement mécanique. Dans ce cas, le modèle proposé ne pourra pas, par exemple, reproduire la réduction progressive des déformations résiduelles avec la répétition des cycles de gel-dégel.

8.3 Conclusion

Le but de cette étude numérique est de fournir une compréhension des processus physico-mécaniques majeurs à travers leur intégration ou identification dans la modélisation du comportement thermo-mécanique du matériau terre exposé au gel-dégel. Des fonctions numériques de la relation de Van Genuchten permettent une bonne interpolation des courbes expérimentales de gel-dégel. La résolution de l'équation de transfert de chaleur par convection montre que la prise en compte de la cinétique associée au changement de phase liquide-glace est nécessaire pour simuler correctement le profil de température interne des matériaux terre soumis au gel-dégel.

Un modèle poroélastique est développé pour simuler la déformation axiale observée au cours du 1^{er} cycle de gel-dégel via une loi incrémentale et une loi globale. Un schéma d'homogénéisation multi-échelle reproduit correctement l'évolution des propriétés élastiques (module d'Young et coefficient de Poisson) avec la quantité de glace formée. Pour cela, il convient de considérer une réduction du module de cisaillement de la glace due à la présence de la couche d'eau non gelable. L'hypothèse du mécanisme de cryosuccion et l'intégration de la modification du comportement mécanique du matériau avec la formation de glace montrent que la loi incrémentale fournit une meilleure simulation du profil de déformation au cours du gel-dégel. Le calcul de la déformation via une approche globale échoue en raison de l'importante modification des propriétés élastiques notamment du module d'Young avec la quantité de glace. Bien que la modélisation thermo-poroélastique ne convienne pas pour reproduire l'influence de la contrainte axiale sur les déformations au gel-dégel, elle simule correctement du retrait au gel, du gonflement au dégel et de la déformation résiduelle à la fin du cycle. Ainsi, cette modélisation permet de conclure que les mécanismes de cryosuccion et de durcissement de la terre crue avec la formation de

glace jouent un rôle prépondérant sur les déformations au gel-dégel à court terme (lors du 1^{er} cycle de gel-dégel).

Conclusion générale et perspectives

Dans cette thèse, l'objectif principal des activités de recherche a été de fournir une identification des conditions et une compréhension des mécanismes de gel-dégel sur la terre crue compactée pour la construction.

Dans le chapitre 4, la première campagne expérimentale a montré que la terre compactée (avec ou sans ajout de ciment) peut subir de fortes dégradations dans le cas où les cycles de gel-dégel sont combinés à une absorption d'eau. L'action couplée du gel-dégel et de l'humidification pathologique se manifeste par une forte et rapide augmentation de la quantité d'eau dans le matériau et une importante perte de masse par écaillage. Dans le cas de la terre crue, cette accumulation d'eau qui est due à la cryosuccion et la cryo-déformation est la principale cause de la fissuration et de l'effondrement du matériau au gel-dégel. Ce constat est cohérent avec les diagnostics sur site de bâtis en terre crue à la suite de la période hivernale qui attribuent l'effondrement à la forte humidification de la structure.

Afin de déterminer les conditions nécessaires à la solidification de l'eau dans la terre crue, un dispositif de mesure de la courbe de gel-dégel a été mis au point dans le chapitre 5. Une analyse microstructurale a permis d'établir un lien entre le degré de saturation liquide initiale (S_{L0}) ou l'humidité relative d'équilibre (RH) d'un matériau poreux non saturé et la variation de température nécessaire pour la formation de glace. En situations d'humidités normales, cette étude a montré une absence (pour $RH = 75\%$) et une faible quantité (pour $RH = 95\%$) de glace pour des températures hivernales au-dessus de -20 °C. Cependant, pour les conditions d'humidification pathologiques ($S_{L0} = 75\%$, $S_{L0} = 85\%$ et $S_{L0} = 95\%$), une importante formation de glace se produisait dans les matériaux dès que la température descend au-dessous de -3 à -4 °C.

L'impact du gel-dégel sur la modification du comportement mécanique suivant l'état hydrique des matériaux terre a été évalué dans le chapitre 6. Les essais de chargement simple et de chargement-déchargement cyclique ont montré que les quantités de glace formées en conditions d'humidités normales n'ont aucun impact sur le comportement hydromécanique de la terre crue. A l'opposé, les saturations pathologiques ont effectivement conduit à des modifications significatives du comportement et des performances

mécaniques (module élastique et résistance à la compression) suivant la quantité de glace formée dans les matériaux.

Un essai de gel-dégel sous charge constante a ensuite été développé dans le chapitre 7 pour identifier les mécanismes physiques et mécaniques associés au gel-dégel. Un bâti de chargement a été conçu pour appliquer deux niveaux de contraintes axiales d'un mur en terre crue : 0 et 100 kPa environ. Dans les conditions normales de service, la bonne résistance au gel-dégel de la terre crue a été confirmée par la mesure de déformations axiales uniquement dues aux contraction et dilatation thermiques des matériaux entre +10 °C et -20 °C. La déformation résiduelle due à l'application de la surcharge de 100 kPa a été attribuée au fluage du matériau. Cependant, dans les situations d'humidification pathologiques, les essais de gel-dégel ont montré, en plus des déformations thermiques, de fortes amplitudes de retrait au gel et de gonflement au dégel suivant la saturation liquide initiale du matériau. Ce retrait au gel a été assimilé au mécanisme de cryosuccion entre les pores inter-agrégats (gelés) et les pores intra-agrégats (non gelés). L'application de la contrainte axiale accentue davantage les déformations résiduelles qui se stabilisent généralement après un certain nombre de cycles. Cette étude a aussi permis de souligner une forte similarité de ces mécanismes associés au gel-dégel des matériaux terre non saturés avec ceux des sols gonflants soumis à des cycles d'humidification-séchage sous différentes charges verticales.

Un modèle thermo-mécanique a été développé dans le chapitre 8 pour déterminer les principaux mécanismes gouvernant le comportement au gel-dégel de la terre crue en conditions d'humidification pathologiques. La relation de Van-Genuchten a fourni une très bonne interpolation des courbes de gel-dégel des différents matériaux. Le profil de température interne a pu être correctement reproduit grâce à l'intégration d'une loi cinétique liée à la formation de glace dans l'équation de transfert de chaleur par convection. Un schéma d'homogénéisation multi-échelle a permis de bien prédire la modification des propriétés élastiques (module d'Young et coefficient de Poisson) avec la quantité de glace formée. Finalement, il a été démontré qu'une approche incrémentale de la loi thermo-poroélastique convenait mieux pour simuler les déformations axiales au cours d'un cycle de gel-dégel. Bien qu'elle ne permette pas de considérer ni l'influence de la contrainte axiale ni les phénomènes irréversibles (plasticité, endommagement) cette modélisation thermo-poroélastique a finalement permis de souligner le rôle majeur de la cryosuccion et la modification des propriétés mécaniques sur le comportement au gel-dégel de la terre crue.

Les résultats de cette thèse permettent donc de confirmer la bonne tenue des structures en terre crue en saisons hivernales en l'absence de pathologies humides. En effet, une forte humidification de la terre crue, comme au jeune âge de la construction, est le facteur

principal de l'endommagement au gel-dégel. Ce dernier se manifeste principalement par un tassement résiduel de la structure pouvant être plus accentué en zones basses à cause de l'état de contrainte et de saturation. Les dégradations sont davantage sévères, même dans le cas d'une terre stabilisée au ciment, si le gel-dégel est couplé à une absorption d'eau, ce qui peut conduire à un effondrement précoce de la structure en terre crue.

Plusieurs pistes de recherche peuvent être envisagés pour de futures études sur la durabilité au gel-dégel des constructions en terre.

Bien que les essais soient toujours réalisés au moins sur deux terres différentes, une étude plus approfondie de l'influence de la microstructure serait envisageable. On a pu constater des comportements au gel-dégel assez complexes et bien différents entre les trois matériaux (ampleur du retrait au gel, de la déformation résiduelle). Cela pourrait s'expliquer par la porosité initiale (densité sèche) ou même la double structure des pores (proportion de la porosité intra-agrégat et inter-agrégat) pouvant influencer les mécanismes de retrait-gonflement et de déformation résiduelle. Aussi, l'étude sur différentes structures de pores d'une même terre en modifiant, par exemple, les paramètres de compactage (masse volumique sèche ou teneur en eau de fabrication) permettra de considérer l'hétérogénéité dans un mur en pisé. Une comparaison de la distribution de tailles de pores avant et après essai de gel-dégel pourrait aussi fournir un certain nombre d'informations sur l'influence du gel-dégel sur la modification de la microstructure.

Dans le cas d'une application au pisé, il serait aussi intéressant d'identifier expérimentalement les mécanismes de déformation et d'endommagement à l'échelle de la structure en considérant le gradient thermique puisque le gel n'affecte que la surface extérieure d'un mur en service. Cette étude pourrait décrire le mécanisme de transport d'eau à l'échelle de la structure entre les zones gelés (à l'extérieur) et non gelés (à l'intérieur) suivant l'état de saturation. En outre, on pourrait analyser l'influence de la nature des granulats (gélifs ou non gélifs) sur les mécanismes de déformation et d'endommagement au gel-dégel. Pour cette étude, un point central serait de bien comprendre l'impact de la cinétique de gel sur le processus de formation de glace et par conséquent sur les mécanismes de dégradations des matériaux au gel-dégel. Ainsi, il serait envisageable de définir un critère seuil de saturation en glace traduisant la saturation en glace critique au-delà de laquelle le matériau subit des déformations ou/et des endommagements dus au gel-dégel.

Concernant la modélisation thermo-mécanique, une extension de la loi incrémentale vers un modèle poro-élastoplastique représenterait un axe d'approfondissement intéressant pour la compréhension de l'influence de la contrainte axiale sur les déformations au gel-dégel des matériaux poreux non saturés sous chargement mécanique. Pour cela, le bâti de chargement pourrait être amélioré pour permettre une mesure des déformations radiales et donc de la déformation volumique au cours du gel-dégel. Une confrontation

de ces mesures expérimentales avec une simulation du comportement volumique de la terre crue exposée à plusieurs cycles de gel-dégel fournirait des moyens intéressants pour prédire la durabilité au gel-dégel des constructions en terre crue.

Annexe

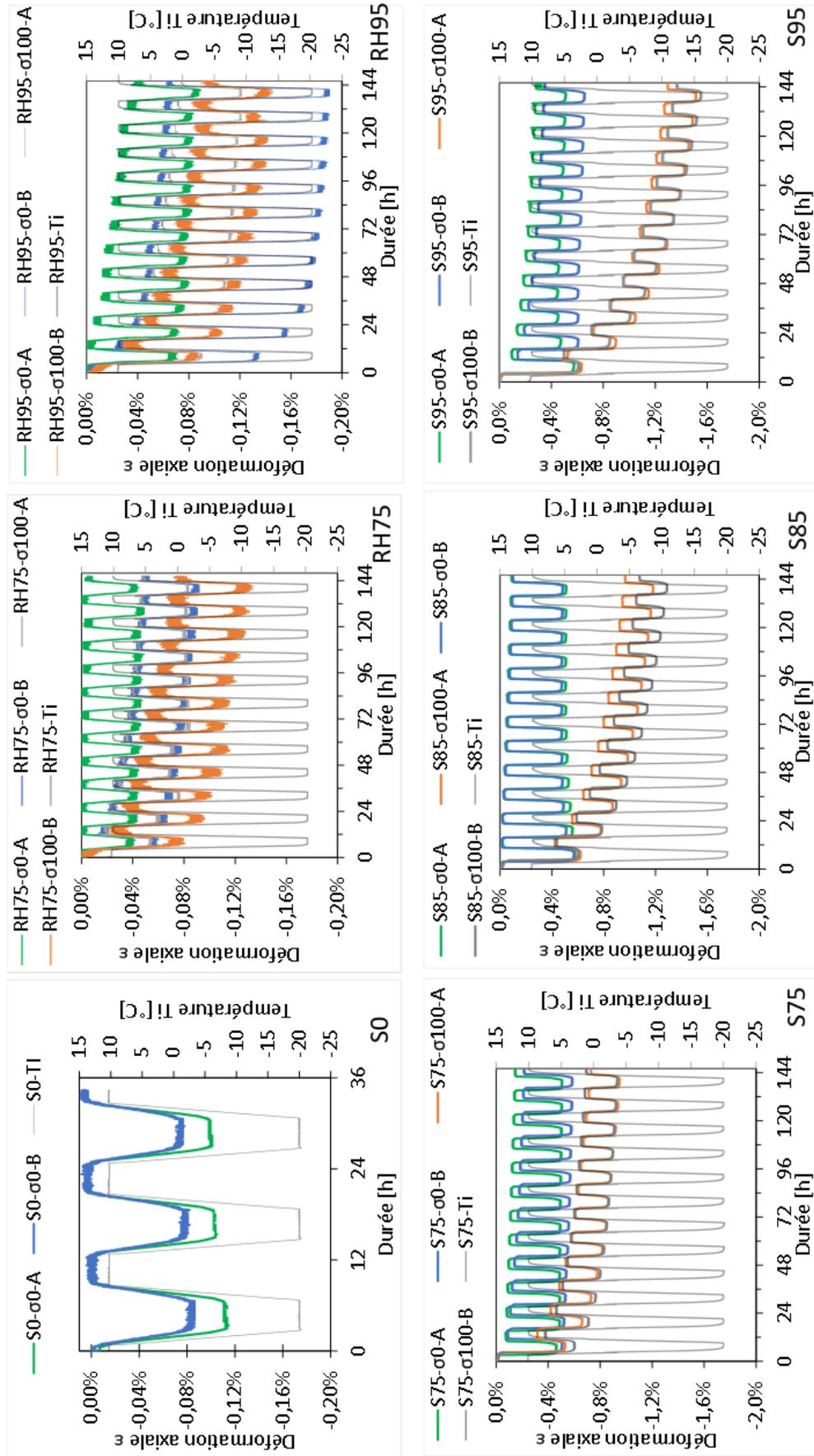


FIGURE 8.15 – Ensemble des courbes de déformations au gel-dégel sous charge constante pour la terre CFL.

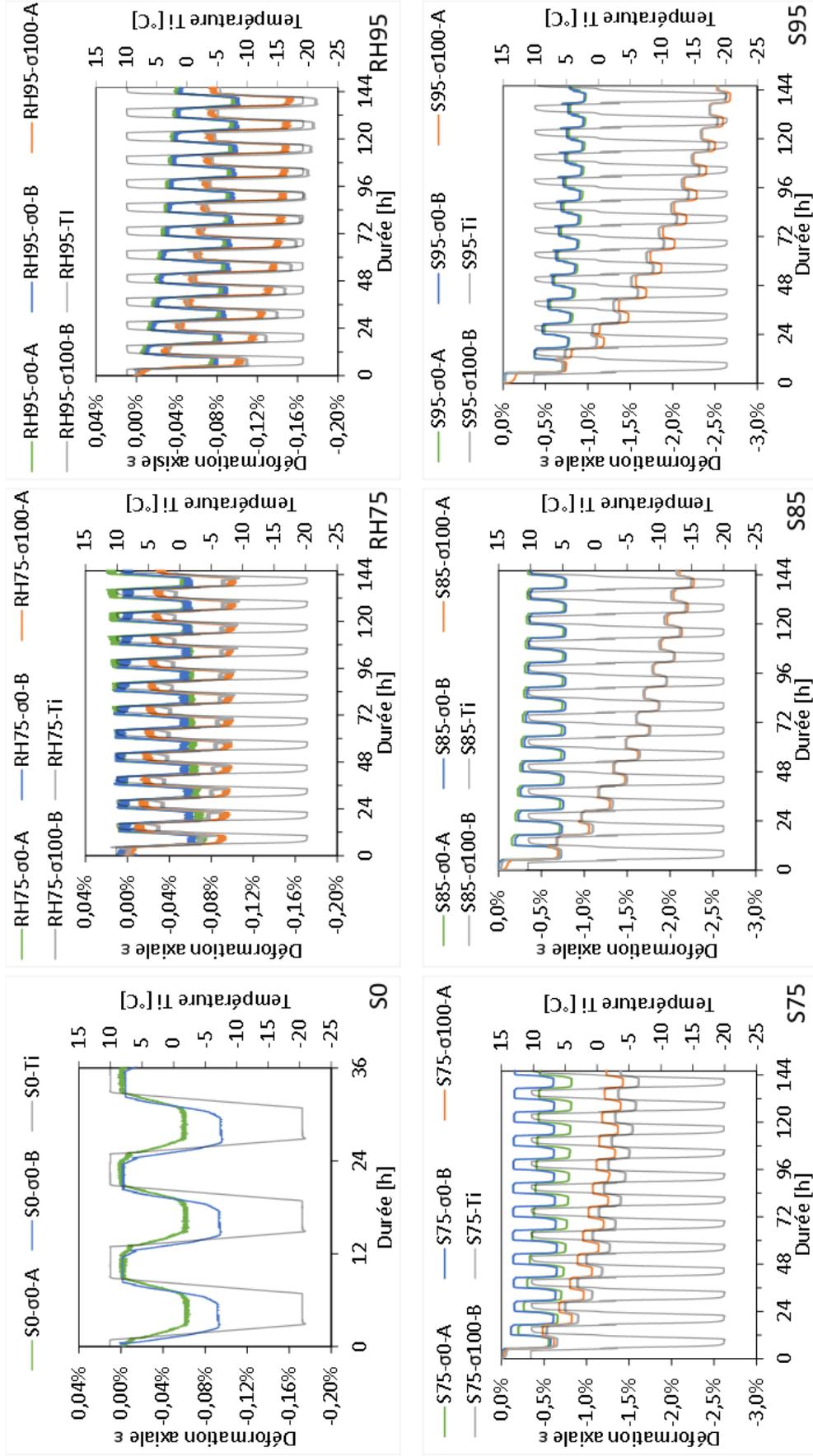


FIGURE 8.16 – Ensemble des courbes de déformations au gel-dégel sous charge constante pour la terre DAG.

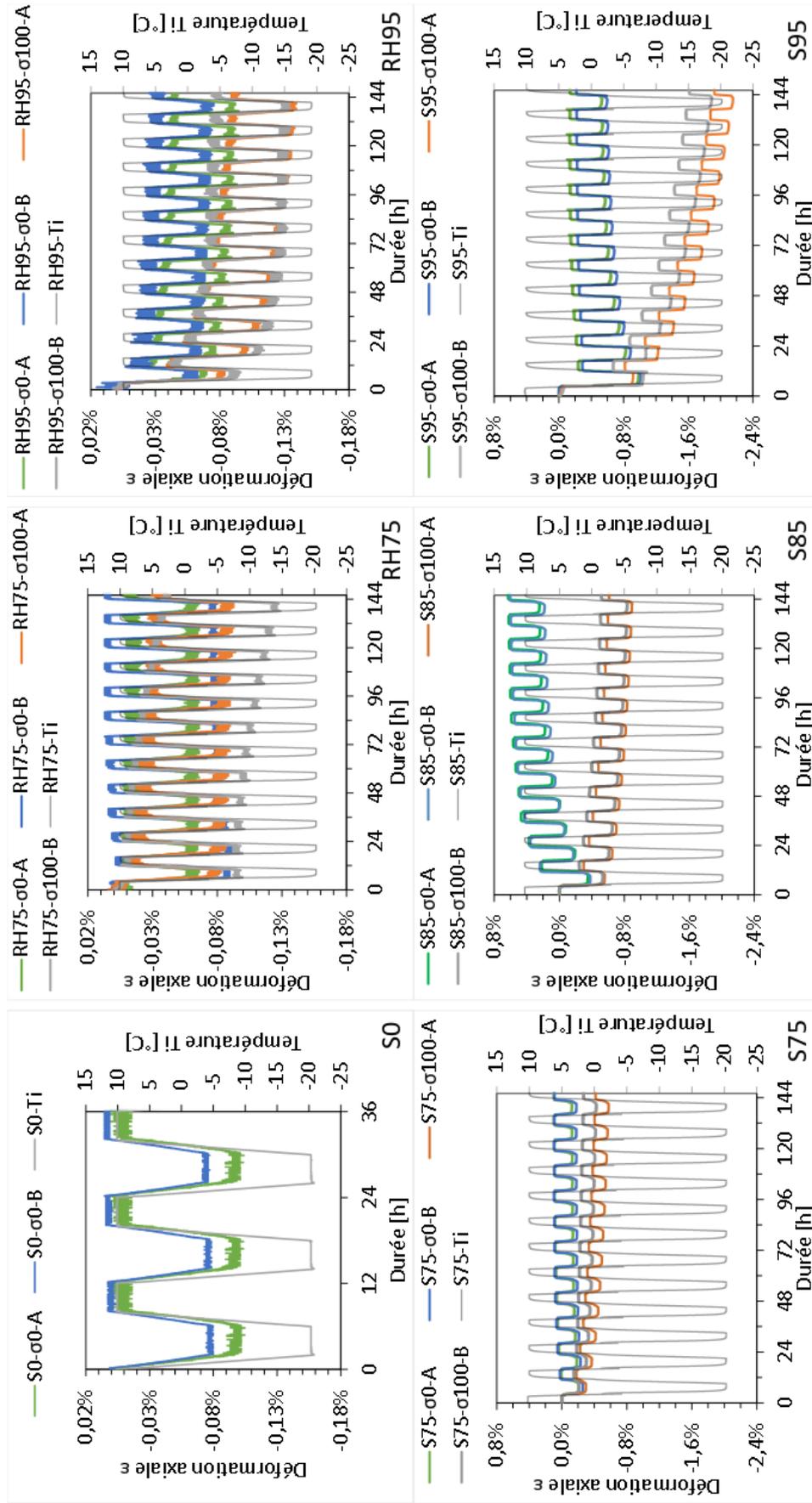


FIGURE 8.17 – Ensemble des courbes de déformations au gel-dégel sous charge constante pour la terre STA.

Bibliographie

- [1] AFNOR. « NF EN 1015-18-Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 18 : détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité du mortier durci ». Brev. 2003.
- [2] AFNOR. « NF EN ISO 12571 - Hygrothermal performance of building materials and products — Determination of hygroscopic sorption properties ». Brev. 2021.
- [3] AFNOR. « NF EN ISO 14688-1-Reconnaissance et essais géotechniques - Identification et classification des sols - Partie 1 : identification et description ». Brev. 2019.
- [4] AFNOR. « NF EN ISO 17892-3-Reconnaissance et essais géotechniques - Essais de laboratoire sur les sols - Partie 3 : détermination de la masse volumique des particules solides ». Brev. 2019.
- [5] AFNOR. « NF EN ISO 17892-4-2018-Reconnaissance et essais géotechniques - Essais de laboratoire sur les sols - Partie 4 : Détermination de la distribution granulométrie des particules ». Brev. 2018.
- [6] 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 tache. » Brev. 1998.
- [7] AFNOR. « NF P94-093-Sols : reconnaissance et essais - Détermination des références de compactage d'un matériau - Essai Proctor Normal - Essai Proctor modifié ». Brev. 2014.
- [8] AFNOR. « NF P98-234-2 Essais relatifs aux chaussées - Comportement au gel - Partie 2 : essai de gonflement au gel des sols et matériaux granulaires traités ou non de D inférieur ou égal 20 mm. » Brev. ([Paris]). 1996.
- [9] AFNOR. « NF-EN-722-22 Méthodes d'essai des éléments de maçonnerie - Partie 22 : détermination de la résistance au gel/dégel des éléments de maçonnerie en terre cuite ». Brev. 2018.

- [10] AFNOR. « NF-P11-300-Exécution des terrassements - Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières ». Brev. 1992.
- [11] AFNOR. « NF-P18-424-Béton - Essai de gel sur béton durci - Gel dans l'eau - Dégel dans l'eau ». Brev. 2008.
- [12] AFNOR. « NF-P18-425-Béton- Essai de gel sur béton durci - Gel dans l'air - Dégel dans l'eau ». Brev. 2008.
- [13] AFNOR. « XP P13-901-Briques et Blocs de terre crue pour murs et cloisons - Définitions - Spécifications - Méthodes d'essai - Conditions de réception ». Brev. 2022.
- [14] AFNOR. « XP-P18-420-Béton - Essai d'écaillage des surfaces de béton durci exposées au gel en présence d'une solution saline ». Brev. 2012.
- [15] Rafael AGUILAR, Javier NAKAMATSU, Eduardo RAMÍREZ, Mariela ELGEGREN, Jorge AYARZA, Suyeon KIM, Miguel A. PANDO et Luis ORTEGA-SAN-MARTIN. « The potential use of chitosan as a biopolymer additive for enhanced mechanical properties and water resistance of earthen construction ». In : *Construction and Building Materials* 114 (2016), p. 625-637. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2016.03.218](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.218).
- [16] Syed AHMED, Charles William LOVELL et Sidney DIAMOND. « Pore Sizes and Strength of Compacted Clay ». In : *Journal of the Geotechnical Engineering Division* 100.4 (1974), p. 407-425. DOI : [10.1061/AJGEB6.0000035](https://doi.org/10.1061/AJGEB6.0000035).
- [17] Camillo AIRÒ FARULLA, Alessio FERRARI et Enrique ROMERO. « Volume change behaviour of a compacted scaly clay during cyclic suction changes ». In : *Canadian Geotechnical Journal* 47.6 (2010), p. 688-703. ISSN : 0008-3674, 1208-6010. DOI : [10.1139/T09-138](https://doi.org/10.1139/T09-138).
- [18] Mohsen AJDARI, Ghassem HABIBAGAH et Farimah MASROURI. « The role of suction and degree of saturation on the hydro-mechanical response of a dual porosity silt-bentonite mixture ». In : *Applied Clay Science* 83-84 (2013), p. 83-90. ISSN : 01691317. DOI : [10.1016/j.clay.2013.08.020](https://doi.org/10.1016/j.clay.2013.08.020).
- [19] M. AKYURT, G. ZAKI et B. HABEEBULLAH. « Freezing phenomena in ice-water systems ». In : *Energy Conversion and Management* 43.14 (2002), p. 1773-1789. ISSN : 01968904. DOI : [10.1016/S0196-8904\(01\)00129-7](https://doi.org/10.1016/S0196-8904(01)00129-7).
- [20] Noha AL HAFFAR. « Efficient stabilization with hydraulic binders of local earth for building construction applications ». Génie Civil. ENTPE-Université de Lyon, 2021. 251 p.

- [21] Noha AL HAFFAR, Antonin FABBRI et Fionn MCGREGOR. « Curing conditions impact on compressive strength development in cement stabilized compacted earth ». In : *Materials and Structures* 54.3 (2021), p. 103. ISSN : 1871-6873. DOI : [10.1617/s11527-021-01702-0](https://doi.org/10.1617/s11527-021-01702-0).
- [22] Sara AL HAJ SLEIMAN, Laurent IZORET, Syed Yasir ALAM, Frederic GRONDIN et Ahmed LOUKILI. « Freeze–thaw field exposure and testing the reliability of performance test temperature cycle for concrete scaling in presence of de-icing salts ». In : *Materials and Structures* 55.1 (2021), p. 2. ISSN : 1871-6873. DOI : [10.1617/s11527-021-01831-6](https://doi.org/10.1617/s11527-021-01831-6).
- [23] E.E. ALONSO, Antonio GENS et David HIGHT. « Special Problem Soils. General Report. In Proceedings of the 9th European Conference of Soil Mechanics and Foundation Engineering ». In : *Dublin* (1987), p. 1087-1146.
- [24] E.E. ALONSO, E. ROMERO, C. HOFFMANN et E. GARCÍA-ESCUADERO. « Expansive bentonite–sand mixtures in cyclic controlled-suction drying and wetting ». In : *Engineering Geology* 81.3 (2005), p. 213-226. ISSN : 00137952. DOI : [10.1016/j.enggeo.2005.06.009](https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2005.06.009).
- [25] E.E. ALONSO, J. VAUNAT et A. GENS. « Modelling the mechanical behaviour of expansive clays ». In : *Engineering Geology* 54.1 (1999), p. 173-183. ISSN : 00137952. DOI : [10.1016/S0013-7952\(99\)00079-4](https://doi.org/10.1016/S0013-7952(99)00079-4).
- [26] EE ALONSO, A LLORET, A GENS et DQ YANG. « Experimental behaviour of highly expansive double-structure clay ». In : *PROCEEDINGS OF THE FIRST INTERNATIONAL CONFERENCE ON UNSATURATED SOILS*. T. Volume 1. 1995.
- [27] Basuki AMPERA et Taner AYDOGMUS. « Recent Experiences with Cement and Lime – Stabilization of Local Typical Poor Cohesive Soil ». In : 2005, p. 121-144. ISBN : 1611-1605.
- [28] D. M. ANDERSON et A. R. TICE. « The Unfrozen Interfacial Phase in Frozen Soil Water Systems ». In : *Physical Aspects of Soil Water and Salts in Ecosystems*. Sous la dir. d’A. HADAS, D. SWARTZENDRUBER, P. E. RIJTEMA, M. FUCHS et B. YARON. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 1973, p. 107-124. ISBN : 978-3-642-65523-4. DOI : [10.1007/978-3-642-65523-4_12](https://doi.org/10.1007/978-3-642-65523-4_12).
- [29] Duwayne M. ANDERSON. « Undercooling, Freezing Point Depression, and Ice Nucleation of Soil Water ». In : *Israel Journal of Chemistry* 6.3 (1968), p. 349-355. ISSN : 0021-2148. DOI : [10.1002/ijch.196800044](https://doi.org/10.1002/ijch.196800044).

- [30] Alessandro ARRIGONI, Christopher BECKETT, Daniela CIANCIO et Giovanni DOTELLI. « Life cycle analysis of environmental impact vs. durability of stabilised rammed earth ». In : *Construction and Building Materials* 142 (2017), p. 128-136. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2017.03.066](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.066).
- [31] Alessandro ARRIGONI, Anne-Cécile GRILLET, Renato PELOSATO, Giovanni DOTELLI, Christopher T.S. BECKETT, Monika WOLOSZYN et Daniela CIANCIO. « Reduction of rammed earth's hygroscopic performance under stabilisation : an experimental investigation ». In : *Building and Environment* 115 (2017), p. 358-367. ISSN : 03601323. DOI : [10.1016/j.buildenv.2017.01.034](https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2017.01.034).
- [32] Portland Cement ASSOCIATION. « Soil-cement laboratory handbook ». Brev. (Sko-
kie). 1992.
- [33] J.E. AUBERT et M. GASC-BARBIER. « Hardening of clayey soil blocks during freezing and thawing cycles ». In : *Applied Clay Science* 65-66 (2012), p. 1-5. ISSN : 01691317. DOI : [10.1016/j.clay.2012.04.014](https://doi.org/10.1016/j.clay.2012.04.014).
- [34] Tezera F. AZMATCH, David C. SEGO, Lukas U. ARENSON et Kevin W. BIGGAR. « New ice lens initiation condition for frost heave in fine-grained soils ». In : *Cold Regions Science and Technology* 82 (2012), p. 8-13. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2012.05.003](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2012.05.003).
- [35] Reinhold BADMANN, Norbert STOCKHAUSEN et Max Josef SETZER. « The statistical thickness and the chemical potential of adsorbed water films ». In : *Journal of Colloid and Interface Science* 82.2 (1981), p. 534-542. ISSN : 00219797. DOI : [10.1016/0021-9797\(81\)90395-7](https://doi.org/10.1016/0021-9797(81)90395-7).
- [36] Dirch H. BAGER et Erik J. SELLEVOLD. « Ice formation in hardened cement paste, Part I — room temperature cured pastes with variable moisture contents ». In : *Cement and Concrete Research* 16.5 (1986), p. 709-720. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/0008-8846\(86\)90045-1](https://doi.org/10.1016/0008-8846(86)90045-1).
- [37] Rafael BAKER et Sam FRYDMAN. « Unsaturated soil mechanics ». In : *Engineering Geology* 106.1 (2009), p. 26-39. ISSN : 00137952. DOI : [10.1016/j.enggeo.2009.02.010](https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2009.02.010).
- [38] Nemkumar BANTHIA, Michel PIGEON et Luc LACHANCE. « Calorimetric study of freezable water in cement paste ». In : *Cement and Concrete Research* 19.6 (1989), p. 939-950. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/0008-8846\(89\)90107-5](https://doi.org/10.1016/0008-8846(89)90107-5).

- [39] Elliott P. BARRETT, Leslie G. JOYNER et Paul P. HALENDA. « The Determination of Pore Volume and Area Distributions in Porous Substances. I. Computations from Nitrogen Isotherms ». In : *Journal of the American Chemical Society* 73.1 (1951), p. 373-380. ISSN : 0002-7863. DOI : [10.1021/ja01145a126](https://doi.org/10.1021/ja01145a126).
- [40] Adnan A. BASMA, Azim S. AL-HOMOUD, Abdallah I. HUSEIN MALKAWI et Mohamed A. AL-BASHABSHEH. « Swelling-shrinkage behavior of natural expansive clays ». In : *Applied Clay Science* 11.2 (1996), p. 211-227. ISSN : 01691317. DOI : [10.1016/S0169-1317\(96\)00009-9](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(96)00009-9).
- [41] R. BECKER et W. DÖRING. « Kinetische Behandlung der Keimbildung in übersättigten Dämpfen ». In : *Annalen der Physik* 416.8 (1935), p. 719-752. ISSN : 0003-3804. DOI : [10.1002/andp.19354160806](https://doi.org/10.1002/andp.19354160806).
- [42] C.T.S. BECKETT, P.A. JAQUIN et J.-C. MOREL. « Weathering the storm : A framework to assess the resistance of earthen structures to water damage ». In : *Construction and Building Materials* 242 (2020), p. 118098. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2020.118098](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118098).
- [43] Christopher Thomas Stone BECKETT. « The Role of Material Structure in Compacted Earthen Building Materials : Implications for Design and Construction ». Thèse de doct. Durham University, 2011.
- [44] Dalia BEDNARSKA et Marcin KONIORCZYK. « Freezing of partly saturated cementitious materials – Insight into properties of pore confined solution and microstructure ». In : *Construction and Building Materials* 251 (2020), p. 118895. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2020.118895](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118895).
- [45] Syriac BÉJAOUÏ, Eliane REVERTÉGAT et Jean-Pierre BOURNAZEL. « Mécanismes de formation de la glace au sein des pâtes de ciment et des bétons ». In : *Revue Française de Génie Civil* 6.7 (2002), p. 1309-1332. ISSN : 1279-5119. DOI : [10.1080/12795119.2002.9692411](https://doi.org/10.1080/12795119.2002.9692411).
- [46] Malik BELMOKHTAR, Pierre DELAGE, Anh-Minh TANG, Hamza MENACEUR et Nathalie CONIL. « Poroelasticity of the Callovo–Oxfordian Claystone ». In : *Rock Mechanics and Rock Engineering* 50 (2017). DOI : [10.1007/s00603-016-1137-3](https://doi.org/10.1007/s00603-016-1137-3).
- [47] Maurice A. BIOT. « General Theory of Three-Dimensional Consolidation ». In : *Journal of Applied Physics* 12.2 (1941), p. 155-164. ISSN : 0021-8979. DOI : [10.1063/1.1712886](https://doi.org/10.1063/1.1712886).
- [48] Shashank BISHNOI et Taketo UOMOTO. « Strain–temperature hysteresis in concrete under cyclic freeze–thaw conditions ». In : *Cement and Concrete Composites* 30.5 (2008), p. 374-380. ISSN : 09589465. DOI : [10.1016/j.cemconcomp.2008.01.005](https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.01.005).

- [49] Marco BITTELLI, Markus FLURY et Gaylon S. CAMPBELL. « A thermodielectric analyzer to measure the freezing and moisture characteristic of porous media ». In : *Water Resources Research* 39.2 (2003). ISSN : 0043-1397. DOI : [10.1029/2001WR000930](https://doi.org/10.1029/2001WR000930).
- [50] J.H. de BOER, B.C. LIPPENS, B.G. LINSEN, J.C.P. BROEKHOFF, A. van den HEUVEL et Th. J. OSINGA. « Thet-curve of multimolecular N₂-adsorption ». In : *Journal of Colloid and Interface Science* 21.4 (1966), p. 405-414. ISSN : 00219797. DOI : [10.1016/0095-8522\(66\)90006-7](https://doi.org/10.1016/0095-8522(66)90006-7).
- [51] S. BRAGA, Juan José MILÓN GUZMÁN et Hugo PACHECO. « A study of cooling rate of the supercooled water inside of cylindrical capsules ». In : *International Journal of Refrigeration-revue Internationale Du Froid - INT J REFRIG* 32 (2009), p. 953-959. DOI : [10.1016/j.ijrefrig.2008.10.014](https://doi.org/10.1016/j.ijrefrig.2008.10.014).
- [52] Johan C. P. BROEKHOFF et Wim P. van BEEK. « Scanning studies on capillary condensation and evaporation of nitrogen. Part 2.—Analysis of ascending and descending scanning curves within B-type hysteresis loops ». In : *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions 1 : Physical Chemistry in Condensed Phases* 75.0 (1979), p. 42-55. ISSN : 0300-9599. DOI : [10.1039/F19797500042](https://doi.org/10.1039/F19797500042).
- [53] F. C. BROWN. « The Frequent Bursting of Hot Water Pipes in Household Plumbing Systems ». In : *Phys. Rev.* 8.5 (1916), p. 500-503. DOI : [10.1103/PhysRev.8.500](https://doi.org/10.1103/PhysRev.8.500).
- [54] M. BRUN, A. LALLEMAND, G. LORETTE, J. F. QUINSON, M. RICHARD, L. EYRAUD et C. EYRAUD. « Changement d'état liquide [math] solide dans les milieux poreux : I. — Étude expérimentale de la solidification de l'eau et du benzène ». In : *J. Chim. Phys.* 70 (1973), p. 973-978. ISSN : 0021-7689. DOI : [10.1051/jcp/1973700973](https://doi.org/10.1051/jcp/1973700973).
- [55] Maurice BRUN, André LALLEMAND, Jean-François QUINSON et Charles EYRAUD. « A new method for the simultaneous determination of the size and shape of pores : the thermoporometry ». In : *Thermochimica Acta* 21.1 (1977), p. 59-88. ISSN : 0040-6031. DOI : [10.1016/0040-6031\(77\)85122-8](https://doi.org/10.1016/0040-6031(77)85122-8).
- [56] Stephen BRUNAUER, P. H. EMMETT et Edward TELLER. « Adsorption of Gases in Multimolecular Layers ». In : *Journal of the American Chemical Society* 60.2 (1938), p. 309-319. ISSN : 0002-7863. DOI : [10.1021/ja01269a023](https://doi.org/10.1021/ja01269a023).
- [57] Agostino Walter BRUNO. « Hygro-mechanical characterisation of hypercompacted earth for building construction ». Thèse de doct. Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2016.

- [58] Agostino Walter BRUNO, Domenico GALLIPOLI et Céline PERLOT. « Effect of freezing-thawing cycles on the physical and mechanical properties of fired and unfired earth bricks ». In : *Journal of Building Engineering* 52 (2022), p. 104501. ISSN : 23527102. DOI : [10.1016/j.jobbe.2022.104501](https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2022.104501).
- [59] Q.B. BUI, J.C. MOREL, B.V. VENKATARAMA REDDY et W. GHAYAD. « Durability of rammed earth walls exposed for 20 years to natural weathering ». In : *Building and Environment* 44.5 (2009), p. 912-919. ISSN : 03601323. DOI : [10.1016/j.buildenv.2008.07.001](https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2008.07.001).
- [60] Quoc-Bao BUI, Jean-Claude MOREL, Stéphane HANS et Peter WALKER. « Effect of moisture content on the mechanical characteristics of rammed earth ». In : *Construction and Building Materials* 54 (2014), p. 163-169. ISSN : 0950-0618. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.067>.
- [61] James M. CAMPBELL et Hugo K. CHRISTENSON. « Nucleation- and Emergence-Limited Growth of Ice from Pores ». In : *Phys. Rev. Lett.* 120.16 (2018), p. 165701. DOI : [10.1103/PhysRevLett.120.165701](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.120.165701).
- [62] Angela CASARELLA, Alessandro TARANTINO et Alice DI DONNA. « Micromechanical interpretation of thermo-plastic behaviour of clays ». In : *E3S Web of Conferences* 205 (2020). Sous la dir. de J.S. MCCARTNEY et I. TOMAC, p. 09003. ISSN : 2267-1242. DOI : [10.1051/e3sconf/202020509003](https://doi.org/10.1051/e3sconf/202020509003).
- [63] Pierre-Antoine CHABRIAC. « Mesure du comportement hygrothermique du pisé ». Matériaux. Lyon : ENTPE-Université de Lyon, 2014.
- [64] Pierre-Antoine CHABRIAC, Antonin FABBRI, Jean-Claude MOREL, Jean-Paul LAURENT et Joachim BLANC-GONNET. « A Procedure to Measure the in-Situ Hygrothermal Behavior of Earth Walls ». In : *Materials (Basel, Switzerland)* 7.4 (2014), p. 3002-3020. ISSN : 1996-1944. DOI : [10.3390/ma7043002](https://doi.org/10.3390/ma7043002).
- [65] Florian CHAMPIRE. « Étude expérimentale du comportement hydro-mécanique de la terre crue compactée pour la construction ». Génie Civil. ENTPE-Université de Lyon, 2017. 189 p.
- [66] Florian CHAMPIRÉ, Antonin FABBRI, Jean-Claude MOREL, Henry WONG et Fionn MCGREGOR. « Impact of relative humidity on the mechanical behavior of compacted earth as a building material ». In : *Construction and Building Materials* 110 (2016), p. 70-78. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2016.01.027](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.01.027).
- [67] R. J. CHANDLER et C. I. GUTIERREZ. « The filter-paper method of suction measurement ». In : *Géotechnique* 36.2 (1986), p. 265-268. ISSN : 0016-8505. DOI : [10.1680/geot.1986.36.2.265](https://doi.org/10.1680/geot.1986.36.2.265).

- [68] Susanta CHATTERJI. « Aspects of the freezing process in a porous material–water system : Part 1. Freezing and the properties of water and ice ». In : *Cement and Concrete Research* 29.4 (1999), p. 627-630. ISSN : 0008-8846. DOI : [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00035-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00035-6).
- [69] Parul CHAUHAN, Noemie PRIME et Olivier PLE. « Benefit of Unsaturated Soil Mechanics Approach on the Modeling of Early-Age Behavior of Rammed Earth Building ». In : *Materials* 15 (2022), p. 362-388. DOI : [10.3390/ma15010362](https://doi.org/10.3390/ma15010362).
- [70] S. CHELLAIAH et R. VISKANTA. « On the supercooling during freezing of water saturated porous media ». In : *International Communications in Heat and Mass Transfer* 16.2 (1989), p. 163-172. ISSN : 07351933. DOI : [10.1016/0735-1933\(89\)90017-1](https://doi.org/10.1016/0735-1933(89)90017-1).
- [71] Yongqiang CHEN, Zhifang ZHOU, Jinguo WANG, Yan ZHAO et Zhi DOU. « Quantification and division of unfrozen water content during the freezing process and the influence of soil properties by low-field nuclear magnetic resonance ». In : *Journal of Hydrology* 602 (2021), p. 126719. ISSN : 00221694. DOI : [10.1016/j.jhydrol.2021.126719](https://doi.org/10.1016/j.jhydrol.2021.126719).
- [72] Qing CHENG, Chao-Sheng TANG, Hao ZENG, Cheng ZHU, Ni AN et Bin SHI. « Effects of microstructure on desiccation cracking of a compacted soil ». In : *Engineering Geology* 265 (2020), p. 105418. ISSN : 00137952. DOI : [10.1016/j.enggeo.2019.105418](https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2019.105418).
- [73] Martin CHRIST et Jun-Boum PARK. « Ultrasonic technique as tool for determining physical and mechanical properties of frozen soils ». In : *Cold Regions Science and Technology* 58.3 (2009), p. 136-142. ISSN : 0165-232X. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2009.05.008>.
- [74] Hugo K CHRISTENSON. « Confinement effects on freezing and melting ». In : *Journal of Physics : Condensed Matter* 13.11 (2001), R95-R133. ISSN : 0953-8984. DOI : [10.1088/0953-8984/13/11/201](https://doi.org/10.1088/0953-8984/13/11/201).
- [75] David J CORR, Paulo J.M MONTEIRO et Jacob BASTACKY. « Observations of ice lens formation and frost heave in young Portland cement paste ». In : *Cement and Concrete Research* 33.10 (2003), p. 1531-1537. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/S0008-8846\(03\)00103-0](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00103-0).
- [76] O COUSSY. « Deformation and stress from in-pore drying-induced crystallization of salt ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 54.8 (2006), p. 1517-1547. ISSN : 00225096. DOI : [10.1016/j.jmps.2006.03.002](https://doi.org/10.1016/j.jmps.2006.03.002).

- [77] O COUSSY. « Poromechanics of freezing materials ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 53.8 (2005), p. 1689-1718. ISSN : 00225096. DOI : [10.1016/j.jmps.2005.04.001](https://doi.org/10.1016/j.jmps.2005.04.001).
- [78] O. COUSSY. « A general theory of thermoporoelastoplasticity for saturated porous materials ». In : *Transport in Porous Media* 4.3 (1989). ISSN : 0169-3913, 1573-1634. DOI : [10.1007/BF00138040](https://doi.org/10.1007/BF00138040).
- [79] Olivier COUSSY. *Poromechanics*. John Wiley & Sons, 2004.
- [80] Olivier COUSSY, Patrick DANGLA, T. LASSABATÈRE et Véronique BAROGHEL-BOUNY. « The Equivalent Pore Pressure and the Swelling and Shrinkage of Cement-Based Materials ». In : *Materials and Structures* 37 (2012), p. 15-20. DOI : [10.1007/BF02481623](https://doi.org/10.1007/BF02481623).
- [81] Olivier COUSSY et Paulo J.M. MONTEIRO. « Errata to “Poroelastic model for concrete exposed to freezing temperatures” [Cement and Concrete Research 38 (2008) 40–48] ». In : *Cement and Concrete Research* 39.4 (2009), p. 371-372. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2009.01.009](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.01.009).
- [82] Olivier COUSSY et Paulo J.M. MONTEIRO. « Poroelastic model for concrete exposed to freezing temperatures ». In : *Cement and Concrete Research* 38.1 (2008), p. 40-48. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2007.06.006](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.06.006).
- [83] COUSSY O., EYMARD R. et LASSABATÈRE T. « Constitutive Modeling of Unsaturated Drying Deformable Materials ». In : *Journal of Engineering Mechanics* 124.6 (1998), p. 658-667. DOI : [10.1061/\(ASCE\)0733-9399\(1998\)124:6\(658\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9399(1998)124:6(658)).
- [84] R.W. CRANSTON et F.A. INKLEY. « 17 The Determination of Pore Structures from Nitrogen Adsorption Isotherms ». In : *Advances in Catalysis* 9 (1957), p. 143-154. ISSN : 9780120078097. DOI : [10.1016/S0360-0564\(08\)60163-7](https://doi.org/10.1016/S0360-0564(08)60163-7).
- [85] Confédération de la construction en terre CRUE. *Guide des bonnes pratiques de la construction en terre crue-Brique de terre crue*. 15 octobre 2020. France, 2020. 55 p.
- [86] Confédération de la construction en terre CRUE. *Guide des bonnes pratiques de la construction en terre crue-Pisé*. 53 t. 13 décembre 2018. France, 2018.
- [87] D. F. DAGESSE. « Freezing-induced bulk soil volume changes ». In : *Canadian Journal of Soil Science* 90.3 (2010), p. 389-401. DOI : [10.4141/CJSS09054](https://doi.org/10.4141/CJSS09054).
- [88] Felix DARVE et Guillaume SERVANT. « Fundamentals of constitutive equations for geomaterials ». In : *Degradations and Instabilities in Geomaterials*. Sous la dir. d’Ioannis Vardoulakis FELIX DARVE. T. 461. International Centre for Mechanical Sciences. Springer, 2004, p. 1-33. DOI : [10.1007/978-3-7091-2768-1_1](https://doi.org/10.1007/978-3-7091-2768-1_1).

- [89] Robert W. DAY. « Closure to “Swell-Shrink Behavior of Compacted Clay” ». In : *Journal of Geotechnical Engineering* 121.4 (1995), p. 386-387. DOI : [10.1061/\(ASCE\)0733-9410\(1995\)121:4\(386\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9410(1995)121:4(386)).
- [90] DAY ROBERT W. « Swell-Shrink Behavior of Compacted Clay ». In : *Journal of Geotechnical Engineering* 120.3 (1994), p. 618-623. DOI : [10.1061/\(ASCE\)0733-9410\(1994\)120:3\(618\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9410(1994)120:3(618)).
- [91] Vincenzo DE GENNARO, Pierre DELAGE, Yu Jun CUI, Christian SCHROEDER et Frédéric COLLIN. « Time-dependent behaviour of oil reservoir chalk : A multiphase approach ». In : *Soils and Foundations* 43.4 (2003). DOI : [10.3208/sandf.43.4_131](https://doi.org/10.3208/sandf.43.4_131).
- [92] P DELAGE, M.D HOWAT et Y.J CUI. « The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay ». In : *Engineering Geology* 50.1 (1998), p. 31-48. ISSN : 00137952. DOI : [10.1016/S0013-7952\(97\)00083-5](https://doi.org/10.1016/S0013-7952(97)00083-5).
- [93] P. DELAGE. « On the thermal impact on the excavation damaged zone around deep radioactive waste disposal ». In : *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* 5.3 (2013), p. 179-190. ISSN : 16747755. DOI : [10.1016/j.jrmge.2013.04.002](https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2013.04.002).
- [94] Pierre DELAGE, Martine AUDIGUIER, Yu-Jun CUI et Michael D HOWAT. « Microstructure of a compacted silt ». In : *Canadian Geotechnical Journal* 33.1 (1996), p. 150-158. ISSN : 0008-3674, 1208-6010. DOI : [10.1139/t96-030](https://doi.org/10.1139/t96-030).
- [95] Pierre DELAGE et Guy LEFEBVRE. « Study of the structure of the sensitive Champlain Clay and of its evolution during consolidation ». In : *Canadian Geotechnical Journal - CAN GEOTECH J* 21 (1984), p. 21-35. DOI : [10.1139/t84-003](https://doi.org/10.1139/t84-003).
- [96] H H DELONG. « Rammed Earth Walls ». In : (1959), p. 21.
- [97] Maxim DEPRez, Tim DE KOCK, Geert DE SCHUTTER et Veerle CNUUDE. « A review on freeze-thaw action and weathering of rocks ». In : *Earth-Science Reviews* 203 (2020), p. 103143. ISSN : 00128252. DOI : [10.1016/j.earscirev.2020.103143](https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2020.103143).
- [98] Sidney DIAMOND. « Mercury porosimetry : An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials ». In : *Cement and Concrete Research* 30.10 (2000), p. 1517-1525. ISSN : 0008-8846. DOI : [10.1016/S0008-8846\(00\)00370-7](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00370-7).
- [99] Sidney DIAMOND. « Pore Size Distributions in Clays ». In : *Clays and Clay Minerals* 18.1 (1970), p. 7-23. ISSN : 1552-8367. DOI : [10.1346/CCMN.1970.0180103](https://doi.org/10.1346/CCMN.1970.0180103).

- [100] AE DIF et WF BLUEMEL. « Expansive soils under cyclic drying and wetting ». In : *Geotechnical Testing Journal* 14.1 (1991), p. 96-102. DOI : [10.1520/GTJ10196J](https://doi.org/10.1520/GTJ10196J).
- [101] Hadi DIVANEDARI et Hamid ESKANDARI-NADDAF. « Insights into surface crack propagation of cement mortar with different cement fineness subjected to freezing/thawing ». In : *Construction and Building Materials* 233 (2020), p. 117207. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2019.117207](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117207).
- [102] N. Ernest DORSEY. « The Freezing of Supercooled Water ». In : *Transactions of the American Philosophical Society* 38.3 (1948), p. 247-328. ISSN : 00659746. DOI : [10.2307/1005602](https://doi.org/10.2307/1005602).
- [103] H. ECKARDT. « Creep behaviour of frozen soils in uniaxial compression tests ». In : *Ground Freezing* 13.1 (1979), p. 185-195. ISSN : 0013-7952. DOI : [10.1016/0013-7952\(79\)90031-0](https://doi.org/10.1016/0013-7952(79)90031-0).
- [104] John Douglas ESHELBY. « The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems ». In : *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and physical sciences* 241.1226 (1957), p. 376-396. DOI : [10.1098/rspa.1957.0133](https://doi.org/10.1098/rspa.1957.0133).
- [105] Mahzad ESMAEILI-FALAK, Hooshang KATEBI et Akbar JAVADI. « Experimental Study of the Mechanical Behavior of Frozen Soils - A Case Study of Tabriz Subway ». In : *Periodica Polytechnica Civil Engineering* (2017). ISSN : 1587-3773, 0553-6626. DOI : [10.3311/PPci.10960](https://doi.org/10.3311/PPci.10960).
- [106] D. H. EVERETT. « The thermodynamics of frost damage to porous solids ». In : *Trans. Faraday Soc.* 57.0 (1961), p. 1541-1551. DOI : [10.1039/TF9615701541](https://doi.org/10.1039/TF9615701541).
- [107] Antonin FABBRI. « Physico-mécanique des matériaux cimentaires soumis au gel-dégel ». Mécanique. Marne-La-Vallée : Université de Marne-La-Vallée, 2006.
- [108] Antonin FABBRI, Olivier COUSSY, Teddy FEN-CHONG et Paulo J. MONTEIRO. « Are Deicing Salts Necessary to Promote Scaling in Concrete? » In : *Journal of Engineering Mechanics* 134.7 (2008), p. 589-598. ISSN : 0733-9399, 1943-7889. DOI : [10.1061/\(ASCE\)0733-9399\(2008\)134:7\(589\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9399(2008)134:7(589)).
- [109] Antonin FABBRI, Teddy FEN-CHONG, Aza AZOUNI et Jean-François THIMUS. « Investigation of Water to Ice Phase Change in Porous Media by Ultrasonic and Dielectric Measurements ». In : *Journal of Cold Regions Engineering* 23.2 (2009), p. 69-90. ISSN : 0887-381X, 1943-5495. DOI : [10.1061/\(ASCE\)0887-381X\(2009\)23:2\(69\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0887-381X(2009)23:2(69)).

- [110] Antonin FABBRI, Teddy FEN-CHONG et Olivier COUSSY. « Dielectric capacity, liquid water content, and pore structure of thawing–freezing materials ». In : *Cold Regions Science and Technology* 44.1 (2006), p. 52-66. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2005.07.001](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2005.07.001).
- [111] Antonin FABBRI, Fionn MCGREGOR, Ines COSTA et Paulina FARIA. « Effect of temperature on the sorption curves of earthen materials ». In : *Materials and Structures* 50.6 (2017), p. 253. ISSN : 1359-5997, 1871-6873. DOI : [10.1617/s11527-017-1122-7](https://doi.org/10.1617/s11527-017-1122-7).
- [112] Antonin FABBRI, Jean-Claude MOREL et Domenico GALLIPOLI. « Assessing the performance of earth building materials : a review of recent developments ». In : *RILEM Technical Letters* 3 (2018), p. 46-58. DOI : [10.21809/rilemtechlett.2018.71](https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2018.71).
- [113] Antonin FABBRI, Lucile SOUDANI, Fionn MCGREGOR et Jean-Claude MOREL. « Analysis of the water absorption test to assess the intrinsic permeability of earthen materials ». In : *Construction and Building Materials* 199 (2019), p. 154-162. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2018.12.014](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.014).
- [114] G. FAGERLUND. « Determination of pore-size distribution from freezing-point depression ». In : *Matériaux et Construction* 6.3 (1973), p. 215-225. ISSN : 1871-6873. DOI : [10.1007/BF02479036](https://doi.org/10.1007/BF02479036).
- [115] C. FAIVRE, D. BELLET et G. DOLINO. « Phase transitions of fluids confined in porous silicon : A differential calorimetry investigation ». In : *The European Physical Journal B* 7.1 (1999), p. 19-36. ISSN : 1434-6028. DOI : [10.1007/s100510050586](https://doi.org/10.1007/s100510050586).
- [116] Teddy FEN-CHONG et Antonin FABBRI. « Freezing and thawing porous media : experimental study with a dielectric capacitive method ». In : *Comptes Rendus Mécanique* 333.5 (2005), p. 425-430. ISSN : 16310721. DOI : [10.1016/j.crme.2005.01.007](https://doi.org/10.1016/j.crme.2005.01.007).
- [117] Teddy FEN-CHONG, Antonin FABBRI, Mickaël THIERY et Patrick DANGLA. « Poroelastic Analysis of Partial Freezing in Cohesive Porous Materials ». In : *Journal of Applied Mechanics* 80.2 (2013). ISSN : 0021-8936. DOI : [10.1115/1.4007908](https://doi.org/10.1115/1.4007908).
- [118] Eric FERRAGE, Bruno LANSON, Boris A. SAKHAROV et Victor A. DRITS. « Investigation of smectite hydration properties by modeling experimental X-ray diffraction patterns : Part I. Montmorillonite hydration properties ». In : *American Mineralogist* 90.8 (2005), p. 1358-1374. DOI : [10.2138/am.2005.1776](https://doi.org/10.2138/am.2005.1776).

- [119] N H FLETCHER. « Structural aspects of the ice-water system ». In : *Reports on Progress in Physics* 34.3 (1971), p. 913–994-2. ISSN : 00344885. DOI : [10.1088/0034-4885/34/3/303](https://doi.org/10.1088/0034-4885/34/3/303).
- [120] Christiane FOY, Michel PIGEON et Nemkumar BANTHIA. « Freeze-thaw durability and deicer salt scaling resistance of a 0,25 water-cement ratio concrete ». In : *Cement and Concrete Research* 18.4 (1988), p. 604-614. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/0008-8846\(88\)90053-1](https://doi.org/10.1016/0008-8846(88)90053-1).
- [121] Bertrand FRANÇOIS, Lucia PALAZON et Pierre GERARD. « Structural behaviour of unstabilized rammed earth constructions submitted to hygroscopic conditions ». In : *Construction and Building Materials* 155 (2017), p. 164-175. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2017.08.012](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.08.012).
- [122] IAkov Ilich FRENKEL et Âkov Iliĉ FRENKEL. *Kinetic theory of liquids*. Clarendon Press, 1946.
- [123] Katja FRIDH. « Internal frost damage in concrete - experimental studies of destruction mechanisms ». Thèse de doct. Lund university, 2005.
- [124] Carol A. FUNG KEE FUNG et Michael F. BURKE. « Investigation of the behaviour of water on the surface of modified silica using differential scanning calorimetry ». In : *Journal of Chromatography A* 752.1 (1996), p. 41-57. ISSN : 0021-9673. DOI : [10.1016/S0021-9673\(96\)00491-8](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(96)00491-8).
- [125] P. H. GAMMON, H. KIEFTE, M. J. CLOUTER et W. W. DENNER. « Elastic Constants of Artificial and Natural Ice Samples by Brillouin Spectroscopy ». In : *Journal of Glaciology* 29.103 (1983), p. 433-460. ISSN : 0022-1430. DOI : [10.3189/S0022143000030355](https://doi.org/10.3189/S0022143000030355).
- [126] Halina GARBALIŃSKA, Magdalena BOCHENEK, Winfried MALORNY et Julia von WERDER. « Comparative analysis of the dynamic vapor sorption (DVS) technique and the traditional method for sorption isotherms determination — Exemplified at autoclaved aerated concrete samples of four density classes ». In : *Cement and Concrete Research* 91 (2017), p. 97-105. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2016.11.001](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.11.001).
- [127] A. GENS et E. E. ALONSO. « A framework for the behaviour of unsaturated expansive clays ». In : *Canadian Geotechnical Journal* 29.6 (1992), p. 1013-1032. ISSN : 0008-3674. DOI : [10.1139/t92-120](https://doi.org/10.1139/t92-120).

- [128] M. Th. van GENUCHTEN. « A Closed-form Equation for Predicting the Hydraulic Conductivity of Unsaturated Soils ». In : *Soil Science Society of America Journal* 44.5 (1980), p. 892-898. ISSN : 03615995. DOI : [10.2136/sssaj1980.03615995004400050002x](https://doi.org/10.2136/sssaj1980.03615995004400050002x).
- [129] Kalankamary P GEORGE et Donald T DAVIDSON. « Development of a freeze-thaw test for design of soil-cement ». In : *Highway Research Record* 36 (1963).
- [130] Pierre GERARD, Mohamed MAHDAD, Alexandre ROBERT MCCORMACK et Bertrand FRANÇOIS. « A unified failure criterion for unstabilized rammed earth materials upon varying relative humidity conditions ». In : *Construction and Building Materials* 95 (2015), p. 437-447. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2015.07.100](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.100).
- [131] Siavash GHABEZLOO et Jean SULEM. « Effect of the volume of the drainage system on the measurement of undrained thermo-poro-elastic parameters ». In : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 47.1 (2010), p. 60-68. ISSN : 13651609. DOI : [10.1016/j.ijrmms.2009.03.001](https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2009.03.001).
- [132] Siavash GHABEZLOO, Jean SULEM, Sylvine GUÉDON, François MARTINEAU et Jérémie SAINT-MARC. « Poromechanical behaviour of hardened cement paste under isotropic loading ». In : *Cement and Concrete Research* 38.12 (2008), p. 1424-1437. ISSN : 0008-8846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2008.06.007](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.06.007).
- [133] S.A. GHOREISHIAN AMIRI, G. GRIMSTAD et M. KADIVAR. « An elastic-viscoplastic model for saturated frozen soils ». In : *European Journal of Environmental and Civil Engineering* 26.7 (2022), p. 2537-2553. ISSN : 1964-8189. DOI : [10.1080/19648189.2016.1271361](https://doi.org/10.1080/19648189.2016.1271361).
- [134] R. R. GILPIN. « A study of factors affecting the ice nucleation temperature in a domestic water supply ». In : *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 56.4 (1978), p. 466-471. ISSN : 0008-4034. DOI : [10.1002/cjce.5450560406](https://doi.org/10.1002/cjce.5450560406).
- [135] R.R. GILPIN. « The effects of dendritic ice formation in water pipes ». In : *International Journal of Heat and Mass Transfer* 20.6 (1977), p. 693-699. ISSN : 00179310. DOI : [10.1016/0017-9310\(77\)90057-6](https://doi.org/10.1016/0017-9310(77)90057-6).
- [136] Ralph E. GRIM. « Clay Mineralogy ». In : *Science* 135.3507 (1962), p. 890-898. DOI : [10.1126/science.135.3507.890](https://doi.org/10.1126/science.135.3507.890).
- [137] Johan C GROEN, Louk A.A PEFFER et Javier PÉREZ-RAMIREZ. « Pore size determination in modified micro- and mesoporous materials. Pitfalls and limitations in gas adsorption data analysis ». In : *Microporous and Mesoporous Materials* 60.1 (2003), p. 1-17. ISSN : 13871811. DOI : [10.1016/S1387-1811\(03\)00339-1](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(03)00339-1).

- [138] P. GRÜBL et A. SOTKIN. « Rapid ice formation in hardened cement paste, mortar and concrete due to supercooling ». In : *Cement and Concrete Research* 10.3 (1980), p. 333-345. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/0008-8846\(80\)90109-X](https://doi.org/10.1016/0008-8846(80)90109-X).
- [139] A. GUETTALA, A. ABIBSI et H. HOUARI. « Durability study of stabilized earth concrete under both laboratory and climatic conditions exposure ». In : *Construction and Building Materials* 20.3 (2006), p. 119-127. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2005.02.001](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.02.001).
- [140] Lin GUO, Liguu LIU, Jun WANG, Hongxu JIN et Yuan FANG. « Long term cyclic behavior of saturated soft clay under different drainage conditions ». In : *Soil Dynamics and Earthquake Engineering* 139 (2020), p. 106362. ISSN : 02677261. DOI : [10.1016/j.soildyn.2020.106362](https://doi.org/10.1016/j.soildyn.2020.106362).
- [141] Lin GUO, Jun WANG, Yuanqiang CAI, Hanlong LIU, Yufeng GAO et Honglei SUN. « Undrained deformation behavior of saturated soft clay under long-term cyclic loading ». In : *Soil Dynamics and Earthquake Engineering* 50 (2013), p. 28-37. ISSN : 02677261. DOI : [10.1016/j.soildyn.2013.01.029](https://doi.org/10.1016/j.soildyn.2013.01.029).
- [142] Julius HAGYMASSY, Stephen BRUNAUER et R.Sh MIKHAIL. « Pore structure analysis by water vapor adsorption : I. t-Curves for water vapor ». In : *Journal of Colloid and Interface Science* 29.3 (1969), p. 485-491. ISSN : 0021-9797. DOI : [10.1016/0021-9797\(69\)90132-5](https://doi.org/10.1016/0021-9797(69)90132-5).
- [143] A. HAKIMI, H. OUISSI, M. EL KORTBI et N. YAMANI. « Un test d'humidification-séchage pour les blocs de terre comprimée et stabilisée au ciment ». In : *Materials and Structures* 31.1 (1998), p. 20-26. ISSN : 1359-5997, 1871-6873. DOI : [10.1007/BF02486410](https://doi.org/10.1007/BF02486410).
- [144] Matthew HALL et David ALLINSON. « Analysis of the hygrothermal functional properties of stabilised rammed earth materials ». In : *Building and Environment* 44.9 (2009), p. 1935-1942. ISSN : 03601323. DOI : [10.1016/j.buildenv.2009.01.007](https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2009.01.007).
- [145] George HALSEY. « Physical Adsorption on Non-Uniform Surfaces ». In : *The Journal of Chemical Physics* 16.10 (1948), p. 931-937. ISSN : 0021-9606. DOI : [10.1063/1.1746689](https://doi.org/10.1063/1.1746689).
- [146] A B HAMILTON. « Freezing Shrinkage in Compacted Clays ». In : *Canadian Geotechnical Journal* 3.1 (1966), p. 1-17. ISSN : 0008-3674. DOI : [10.1139/t66-001](https://doi.org/10.1139/t66-001).

- [147] William D. HARKINS et George JURA. « Surfaces of Solids. XIII. A Vapor Adsorption Method for the Determination of the Area of a Solid without the Assumption of a Molecular Area, and the Areas Occupied by Nitrogen and Other Molecules on the Surface of a Solid ». In : *Journal of the American Chemical Society* 66.8 (1944), p. 1366-1373. ISSN : 0002-7863, 1520-5126. DOI : [10.1021/ja01236a048](https://doi.org/10.1021/ja01236a048).
- [148] J. B. HASTED et M. SHAHIDI. « The low frequency dielectric constant of supercooled water ». In : *Nature* 262.5571 (1976), p. 777-778. ISSN : 1476-4687. DOI : [10.1038/262777b0](https://doi.org/10.1038/262777b0).
- [149] Courtney D. HATCH, Jadon S. WIESE, Cameron C. CRANE, Kenneth J. HARRIS, Hannah G. KLOSS et Jonas BALTRUSAITIS. « Water Adsorption on Clay Minerals As a Function of Relative Humidity : Application of BET and Freundlich Adsorption Models ». In : *Langmuir* 28.3 (2012), p. 1790-1803. ISSN : 0743-7463. DOI : [10.1021/la2042873](https://doi.org/10.1021/la2042873).
- [150] K.A. HEATHCOTE. « Durability of earthwall buildings ». In : *Construction and Building Materials* 9.3 (1995), p. 185-189. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/0950-0618\(95\)00035-E](https://doi.org/10.1016/0950-0618(95)00035-E).
- [151] Kevan Aubrey HEATHCOTE. « An investigation into the Erodibility of Earth Wall Units ». Thèse de doct. Sydney : University of technology, 2002. 272 p.
- [152] A. V. HERSHEY. « The Elasticity of an Isotropic Aggregate of Anisotropic Cubic Crystals ». In : *Journal of Applied Mechanics* 21.3 (1954), p. 236-240. DOI : [10.1115/1.4010899](https://doi.org/10.1115/1.4010899).
- [153] Iain HITCHCOCK, Elizabeth M. HOLT, John P. LOWE et Sean P. RIGBY. « Studies of freezing–melting hysteresis in cryoporometry scanning loop experiments using NMR diffusometry and relaxometry ». In : *Chemical Engineering Science* 66.4 (2011), p. 582-592. ISSN : 00092509. DOI : [10.1016/j.ces.2010.10.027](https://doi.org/10.1016/j.ces.2010.10.027).
- [154] Ngoc Lan HOANG. « Etudes des propriétés hydromécaniques d'un sable limoneux : de la saturation partielle à la saturation complète ». Thèse de doct. Université de Lyon, 2017.
- [155] I. M. HODGE et C. A. ANGELL. « The relative permittivity of supercooled water ». In : *The Journal of Chemical Physics* 68.4 (1978), p. 1363-1368. ISSN : 0021-9606. DOI : [10.1063/1.435955](https://doi.org/10.1063/1.435955).
- [156] Michael HOLMBOE, Susanna WOLD et Mats JONSSON. « Porosity investigation of compacted bentonite using XRD profile modeling ». In : *Journal of Contaminant Hydrology* 128.1 (2012), p. 19-32. ISSN : 01697722. DOI : [10.1016/j.jconhyd.2011.10.005](https://doi.org/10.1016/j.jconhyd.2011.10.005).

- [157] L. G. HOMSHAW. « FREEZING AND MELTING TEMPERATURE HYSTERESIS OF WATER IN POROUS MATERIALS : APPLICATION TO THE STUDY OF PORE FORM ». In : *Journal of Soil Science* 31.3 (1980), p. 399-414. ISSN : 0022-4588. DOI : [10.1111/j.1365-2389.1980.tb02090.x](https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1980.tb02090.x).
- [158] K. HORIGUCHI. « Determination of unfrozen water content by DSC. » In : *Ground freezing. Proc. 4th international conference, Sapporo, 1985* (1985), p. 33-38.
- [159] Kaoru HORIGUCHI. « Effect of cooling rate on freezing of a saturated soil ». In : *Cold Regions Science and Technology* 14.2 (1987), p. 147-153. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/0165-232X\(87\)90030-9](https://doi.org/10.1016/0165-232X(87)90030-9).
- [160] Hugo HOUBEN et Hubert GUILLAUD. « Traité de construction en terre ». In : 1989.
- [161] Shibing HUANG, Quansheng LIU, Yanzhang LIU, Zuyang YE et Aiping CHENG. « Freezing Strain Model for Estimating the Unfrozen Water Content of Saturated Rock under Low Temperature ». In : *International Journal of Geomechanics* 18.2 (2018), p. 04017137. ISSN : 1532-3641, 1943-5622. DOI : [10.1061/\(ASCE\)GM.1943-5622.0001057](https://doi.org/10.1061/(ASCE)GM.1943-5622.0001057).
- [162] Shibing HUANG, Zexin LU, Zuyang YE et Zekun XIN. « An elastoplastic model of frost deformation for the porous rock under freeze-thaw ». In : *Engineering Geology* 278 (2020), p. 105820. ISSN : 00137952. DOI : [10.1016/j.enggeo.2020.105820](https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2020.105820).
- [163] Luisa ICKES, André WELTI, Corinna HOOSE et Ulrike LOHMANN. « Classical nucleation theory of homogeneous freezing of water : thermodynamic and kinetic parameters ». In : *Physical Chemistry Chemical Physics* 17.8 (2015), p. 5514-5537. ISSN : 1463-9076, 1463-9084. DOI : [10.1039/C4CP04184D](https://doi.org/10.1039/C4CP04184D).
- [164] ASTM INTERNATIONAL. « ASTM D5298-16-Standard Test Method for Measurement of Soil Potential (Suction) Using Filter Paper ». Brev. 2016.
- [165] ASTM INTERNATIONAL. « ASTM D558 / D558M-19, Standard Test Methods for Moisture-Density (Unit Weight) Relations of Soil-Cement Mixtures ». Brev. (West Conshohocken). 2019.
- [166] ASTM INTERNATIONAL. « ASTM D560 / D560M-16, Standard Test Methods for Freezing and Thawing Compacted Soil-Cement Mixtures ». Brev. (West Conshohocken). 2016.
- [167] K. ISHIKIRIYAMA et M. TODOKI. « Evaluation of water in silica pores using differential scanning calorimetry ». In : *Thermochimica Acta* 256.2 (1995), p. 213-226. ISSN : 00406031. DOI : [10.1016/0040-6031\(94\)02174-M](https://doi.org/10.1016/0040-6031(94)02174-M).

- [168] T. ISHIZAKI, M. MARUYAMA, Y. FURUKAWA et J.G. DASH. « Premelting of ice in porous silica glass ». In : *Journal of Crystal Growth* 163.4 (1996), p. 455-460. ISSN : 00220248. DOI : [10.1016/0022-0248\(95\)00990-6](https://doi.org/10.1016/0022-0248(95)00990-6).
- [169] Sellevold J. MARCHAND E. J. {and} M. Pigeon. « Deicer Salt Scaling Deterioration—An Overview ». In : *ACI Symposium Publication* 145 (1994). DOI : [10.14359/4539](https://doi.org/10.14359/4539).
- [170] J. R. BIRCHAK, C. G. GARDNER, J. E. HIPPEL et J. M. VICTOR. « High dielectric constant microwave probes for sensing soil moisture ». In : *Proceedings of the IEEE* 62.1 (1974), p. 93-98. ISSN : 1558-2256. DOI : [10.1109/PROC.1974.9388](https://doi.org/10.1109/PROC.1974.9388).
- [171] A. H. JANSSEN, H. TALSMA, M. J. van STEENBERGEN et K. P. de JONG. « Homogeneous Nucleation of Water in Mesoporous Zeolite Cavities ». In : *Langmuir* 20.1 (2004), p. 41-45. ISSN : 0743-7463. DOI : [10.1021/la034340k](https://doi.org/10.1021/la034340k).
- [172] P. JAQUIN. « History of earth building techniques ». In : *Modern Earth Buildings*. Elsevier, 2012, p. 307-323. ISBN : 978-0-85709-026-3. DOI : [10.1533/9780857096166.3.307](https://doi.org/10.1533/9780857096166.3.307).
- [173] P. A. JAQUIN, C. E. AUGARDE, D. GALLIPOLI et D. G. TOLL. « The strength of unstabilised rammed earth materials ». In : *Géotechnique* 59.5 (2009), p. 487-490. ISSN : 0016-8505. DOI : [10.1680/geot.2007.00129](https://doi.org/10.1680/geot.2007.00129).
- [174] Udo KAAATZE. « Hydrogen Network Fluctuations and the Microwave Dielectric Properties of Liquid Water ». In : *Subsurface Sensing Technologies and Applications* 1.4 (2000), p. 377-391. ISSN : 1573-9317. DOI : [10.1023/A:1026559430935](https://doi.org/10.1023/A:1026559430935).
- [175] O KADLEC et M.M DUBININ. « Comments on the limits of applicability of the mechanism of capillary condensation ». In : *Journal of Colloid and Interface Science* 31.4 (1969), p. 479-489. ISSN : 0021-9797. DOI : [10.1016/0021-9797\(69\)90049-6](https://doi.org/10.1016/0021-9797(69)90049-6).
- [176] KANNO H., SPEEDY R. J. et ANGELL C. A. « Supercooling of Water to -92°C Under Pressure ». In : *Science* 189.4206 (1975), p. 880-881. DOI : [10.1126/science.189.4206.880](https://doi.org/10.1126/science.189.4206.880).
- [177] K.K.G.K.D. KARIYAWASAM et C. JAYASINGHE. « Cement stabilized rammed earth as a sustainable construction material ». In : *Construction and Building Materials* 105 (2016), p. 519-527. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2015.12.189](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.189).
- [178] Josef KAUFMAN. « Experimental identification of damage mechanisms in cementitious porous materials on phase transition of pore solution under frost deicing salt attack ». Thèse de doct. Lausanne : Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1999.

- [179] Josef P KAUFMANN. « Experimental identification of ice formation in small concrete pores ». In : *Cement and Concrete Research* 34.8 (2004), p. 1421-1427. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2004.01.022](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.01.022).
- [180] Lukas KAUFMANN, Claudia MARCOLLI, Beiping LUO et Thomas PETER. « Re-freeze experiments with water droplets containing different types of ice nuclei interpreted by classical nucleation theory ». In : *Atmospheric Chemistry and Physics* 17.5 (2017), p. 3525-3552. ISSN : 1680-7324. DOI : [10.5194/acp-17-3525-2017](https://doi.org/10.5194/acp-17-3525-2017).
- [181] A. G. KEENAN, R. W. MOONEY et L. A. WOOD. « The Relation between Exchangeable Ions and Water Adsorption on Kaolinite. » In : *The Journal of Physical Chemistry* 55.9 (1951), p. 1462-1474. ISSN : 0022-3654. DOI : [10.1021/j150492a006](https://doi.org/10.1021/j150492a006).
- [182] Alexey KHOKHLOV, Rustem VALIULLIN, Jörg KÄRGER, Frank STEINBACH et Armin FELDHOFF. « Freezing and melting transitions of liquids in mesopores with ink-bottle geometry ». In : *New Journal of Physics* 9.8 (2007), p. 272-272. ISSN : 1367-2630. DOI : [10.1088/1367-2630/9/8/272](https://doi.org/10.1088/1367-2630/9/8/272).
- [183] Vitaly I. KHVOROSTYANOV et Judith A. CURRY. « The Theory of Ice Nucleation by Heterogeneous Freezing of Deliquescent Mixed CCN. Part II : Parcel Model Simulation ». In : *Journal of the Atmospheric Sciences* 62.2 (2005), p. 261-285. ISSN : 1520-0469, 0022-4928. DOI : [10.1175/JAS-3367.1](https://doi.org/10.1175/JAS-3367.1).
- [184] YoungSeok KIM, Deokho CHAE, Kiju KIM et Wanjei CHO. « Physical and mechanical characteristics of frozen ground at various sub-zero temperatures ». In : *KSCSE Journal of Civil Engineering* 20.6 (2016), p. 2365-2374. ISSN : 1976-3808. DOI : [10.1007/s12205-015-0542-6](https://doi.org/10.1007/s12205-015-0542-6).
- [185] Yuki KOJIMA, Yuta NAKANO, Chihiro KATO, Kosuke NOBORIO, Kohji KAMIYA et Robert HORTON. « A new thermo-time domain reflectometry approach to quantify soil ice content at temperatures near the freezing point ». In : *Cold Regions Science and Technology* 174 (2020), p. 103060. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2020.103060](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2020.103060).
- [186] Marcin KONIORCZYK et Dalia BEDNARSKA. « Kinetics of water freezing from inorganic salt solution confined in mesopores ». In : *Thermochimica Acta* 682 (2019), p. 178434. ISSN : 00406031. DOI : [10.1016/j.tca.2019.178434](https://doi.org/10.1016/j.tca.2019.178434).
- [187] J.-M. KONRAD. « Physical processes during freeze-thaw cycles in clayey silts ». In : *Cold Regions Science and Technology* 16 (1989), p. 291-3063. DOI : [10.1016/0165-232X\(89\)90029-3](https://doi.org/10.1016/0165-232X(89)90029-3).

- [188] J.-M. KONRAD. « Pore water pressure at an ice lens : Its measurement and interpretation ». In : *Cold Regions Science and Technology* 16.1 (1989), p. 63-74. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/0165-232X\(89\)90007-4](https://doi.org/10.1016/0165-232X(89)90007-4).
- [189] Thomas KOOP, Beiping LUO, Athanasios TSIAS et Thomas PETER. « Water activity as the determinant for homogeneous ice nucleation in aqueous solutions ». In : *Nature* 406.6796 (2000), p. 611-614. ISSN : 1476-4687. DOI : [10.1038/35020537](https://doi.org/10.1038/35020537).
- [190] Thomas KOOP et Benjamin J. MURRAY. « A physically constrained classical description of the homogeneous nucleation of ice in water ». In : *The Journal of Chemical Physics* 145.21 (2016), p. 211915. ISSN : 0021-9606, 1089-7690. DOI : [10.1063/1.4962355](https://doi.org/10.1063/1.4962355).
- [191] Marta KOSIOR-KAZBERUK et Piotr BERKOWSKI. « Surface Scaling Resistance of Concrete Subjected to Freeze-thaw Cycles and Sustained Load ». In : *Procedia Engineering* 172 (2017), p. 513-520. ISSN : 18777058. DOI : [10.1016/j.proeng.2017.02.060](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.02.060).
- [192] Tomasz KOZLOWSKI. « A comprehensive method of determining the soil unfrozen water curves ». In : *Cold Regions Science and Technology* 36.1 (2003), p. 71-79. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/S0165-232X\(03\)00007-7](https://doi.org/10.1016/S0165-232X(03)00007-7).
- [193] Tomasz KOZLOWSKI. « A simple method of obtaining the soil freezing point depression, the unfrozen water content and the pore size distribution curves from the DSC peak maximum temperature ». In : *Cold Regions Science and Technology* 122 (2016), p. 18-25. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2015.10.009](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2015.10.009).
- [194] Tomasz KOZLOWSKI. « Some factors affecting supercooling and the equilibrium freezing point in soil–water systems ». In : *Cold Regions Science and Technology* 59.1 (2009), p. 25-33. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2009.05.009](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2009.05.009).
- [195] Tomasz KOZLOWSKI. « Temperature dependence of the solidification enthalpy as experimentally determined between 245 and 203K for montmorillonite-water systems ». In : *Thermochimica Acta* 634 (2016), p. 12-25. ISSN : 00406031. DOI : [10.1016/j.tca.2016.04.008](https://doi.org/10.1016/j.tca.2016.04.008).
- [196] Utpalendu KUILA et Manika PRASAD. « Specific surface area and pore-size distribution in clays and shales : *Specific surface area and pore-size distribution in clays and shales* ». In : *Geophysical Prospecting* 61.2 (2013), p. 341-362. ISSN : 00168025. DOI : [10.1111/1365-2478.12028](https://doi.org/10.1111/1365-2478.12028).

- [197] Michael R. LANDRY. « Thermoporometry by differential scanning calorimetry : experimental considerations and applications ». In : *Thermochimica Acta* 433.1 (2005), p. 27-50. ISSN : 00406031. DOI : [10.1016/j.tca.2005.02.015](https://doi.org/10.1016/j.tca.2005.02.015).
- [198] Qionglin LI, Xianzhang LING et Daichao SHENG. « Elasto-plastic behaviour of frozen soil subjected to long-term low-level repeated loading, Part I : Experimental investigation ». In : *Cold Regions Science and Technology* 125 (2016), p. 138-151. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2015.11.015](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2015.11.015).
- [199] X. LI et L. M. ZHANG. « Characterization of dual-structure pore-size distribution of soil ». In : *Canadian Geotechnical Journal* 46.2 (2009), p. 129-141. ISSN : 0008-3674, 1208-6010. DOI : [10.1139/T08-110](https://doi.org/10.1139/T08-110).
- [200] Z.-S. LI, J.-M. FLEUREAU et L.-S. TANG. « Aspects of compaction and drying–wetting curves of a subgrade clayey soil ». In : *Géotechnique* 67.12 (2017), p. 1120-1126. DOI : [10.1680/jgeot.16.T.010](https://doi.org/10.1680/jgeot.16.T.010).
- [201] D. R. LIDE et H. P. R. FREDERIKSE. *CRC handbook of chemistry and physics, 1995-1996*. 76th. Boca Raton, Fl : CRC Press, 1996.
- [202] K.P. LIJITH, Vikas SHARMA et Devendra Narain SINGH. « A methodology to establish freezing characteristics of partially saturated sands ». In : *Cold Regions Science and Technology* 189 (2021), p. 103333. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2021.103333](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2021.103333).
- [203] Enlong LIU, Yuanming LAI, Henry WONG et Jili FENG. « An elastoplastic model for saturated freezing soils based on thermo-poromechanics ». In : *International Journal of Plasticity* 107 (2018), p. 246-285. ISSN : 07496419. DOI : [10.1016/j.ijplas.2018.04.007](https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2018.04.007).
- [204] Lin LIU, Gang QIN, Sainan QIN et Guanghui TAO. « Simulation of the volumetric deformation and changes in the pore structure of unsaturated cement-based materials subjected to freezing/thawing ». In : *Construction and Building Materials* 230 (2020), p. 116964. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2019.116964](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116964).
- [205] Lin LIU, Gang QIN, Yang ZHOU, Huisu CHEN et Xuecheng WANG. « Freezing behavior of unsaturated porous materials ». In : *Construction and Building Materials* 274 (2021), p. 122112. ISSN : 0950-0618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2020.122112](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.122112).
- [206] Lin LIU, Sainan QIN et Xuecheng WANG. « Poro-elastic–plastic model for cement-based materials subjected to freeze–thaw cycles ». In : *Construction and Building Materials* 184 (2018), p. 87-99. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2018.06.197](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.06.197).

- [207] Sérgio LOURENÇO, David TOLL, Charles AUGARDE, Domenico GALLIPOLI, F. EVANS et Gabriela MEDERO. *Evaluation of suction measurement by the tensiometer and the axis translation technique*. 2008. 213 p. ISBN : 978-0-415-47692-8. DOI : [10.1201/9780203884430.ch24](https://doi.org/10.1201/9780203884430.ch24).
- [208] Philip F. LOW, Duwayne M. ANDERSON et Pieter HOEKSTRA. « Some thermodynamic relationships for soils at or below the freezing point : 1. Freezing point depression and heat capacity ». In : *Water Resources Research* 4.2 (1968), p. 379-394. ISSN : 00431397. DOI : [10.1029/WR004i002p00379](https://doi.org/10.1029/WR004i002p00379).
- [209] Yang LU, Sihong LIU, Eduardo ALONSO, Liujiang WANG, Lei XU et Zhuo LI. « Volume changes and mechanical degradation of a compacted expansive soil under freeze-thaw cycles ». In : *Cold Regions Science and Technology* 157 (2019), p. 206-214. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2018.10.008](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2018.10.008).
- [210] Yang LU, Sihong LIU, Liping WENG, Liujiang WANG, Zhuo LI et Lei XU. « Fractal analysis of cracking in a clayey soil under freeze-thaw cycles ». In : *Engineering Geology* 208 (2016), p. 93-99. ISSN : 00137952. DOI : [10.1016/j.enggeo.2016.04.023](https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2016.04.023).
- [211] Yang LU, Sihong LIU, Yonggan ZHANG, Zhuo LI et Lei XU. « Freeze-thaw performance of a cement-treated expansive soil ». In : *Cold Regions Science and Technology* 170 (2020), p. 102926. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2019.102926](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2019.102926).
- [212] Kenneth MAK, Colin MACDOUGALL et Amir FAM. « Freeze-Thaw Performance of On-Site Manufactured Compressed Earth Blocks : Effect of Water Repellent and Other Additives ». In : *Journal of Materials in Civil Engineering* 28.7 (2016), p. 04016034. ISSN : 0899-1561, 1943-5533. DOI : [10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0001512](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001512).
- [213] Ateeque MALANI, K. G. AYAPPA et Sohail MURAD. « Influence of Hydrophilic Surface Specificity on the Structural Properties of Confined Water ». In : *The Journal of Physical Chemistry B* 113.42 (2009), p. 13825-13839. ISSN : 1520-6106. DOI : [10.1021/jp902562v](https://doi.org/10.1021/jp902562v).
- [214] John P. MALIZIA et Abdul SHAKOOR. « Effect of water content and density on strength and deformation behavior of clay soils ». In : *Engineering Geology* 244 (2018), p. 125-131. ISSN : 00137952. DOI : [10.1016/j.enggeo.2018.07.028](https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2018.07.028).
- [215] Mohamed Ben MANSOUR, Ahmed JELIDI, Amel Soukaina CHERIF et Sadok Ben JABRALLAH. « Optimizing thermal and mechanical performance of compressed

- earth blocks (CEB) ». In : *Construction and Building Materials* 104 (2016), p. 44-51. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2015.12.024](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.024).
- [216] Claudia MARCOLLI. « Technical note : Fundamental aspects of ice nucleation via pore condensation and freezing including Laplace pressure and growth into macroscopic ice ». In : *Atmospheric Chemistry and Physics* 20.5 (2020), p. 3209-3230. ISSN : 1680-7324. DOI : [10.5194/acp-20-3209-2020](https://doi.org/10.5194/acp-20-3209-2020).
- [217] Alastair T. M. MARSH et Yask KULSHRESHTHA. « The state of earthen housing worldwide : how development affects attitudes and adoption ». In : *Building Research & Information* (2021), p. 1-17. ISSN : 0961-3218, 1466-4321. DOI : [10.1080/09613218.2021.1953369](https://doi.org/10.1080/09613218.2021.1953369).
- [218] K MARSH N et H KIENITZ. « Recommended reference materials for realization of physicochemical properties ». In : *Physicochemical Measurements*. IUPAC. PHYSICAL CHEMISTRY DIVISION COMMISSION ON PHYSICOCHEMICAL MEASUREMENTS AND STANDARDS. Elsevier, 1976, p. 505-515. ISBN : 978-0-08-021578-5. DOI : [10.1016/B978-0-08-021578-5.50002-0](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-021578-5.50002-0).
- [219] R. TORRENCE MARTIN. « ADSORBED WATER ON CLAY : A REVIEW ». In : *Clays and Clay Minerals*. Sous la dir. d'EARL INGERSON. Pergamon, 1962, p. 28-70. ISBN : 978-1-4831-9842-2. DOI : [10.1016/B978-1-4831-9842-2.50007-9](https://doi.org/10.1016/B978-1-4831-9842-2.50007-9).
- [220] Luc MASSAT, Olivier CUISINIER, Isabelle BIHANNIC, Francis CLARET, Manuel PELLETIER, Farimah MASROURI et Stéphane GABOREAU. « Swelling pressure development and inter-aggregate porosity evolution upon hydration of a compacted swelling clay ». In : *Applied Clay Science* 124-125 (2016), p. 197-210. ISSN : 01691317. DOI : [10.1016/j.clay.2016.01.002](https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.01.002).
- [221] Fionn MCGREGOR, Andrew HEATH, Enrico FODDE et Andy SHEA. « Conditions affecting the moisture buffering measurement performed on compressed earth blocks ». In : *Building and Environment* 75 (2014), p. 11-18. ISSN : 03601323. DOI : [10.1016/j.buildenv.2014.01.009](https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2014.01.009).
- [222] Fionn MCGREGOR, Andrew HEATH, Andrew SHEA et Mike LAWRENCE. « The moisture buffering capacity of unfired clay masonry ». In : *Building and Environment* 82 (2014), p. 599-607. ISSN : 03601323. DOI : [10.1016/j.buildenv.2014.09.027](https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2014.09.027).
- [223] Izabel C. MEDEIROS-COSTA, Catherine LAROCHE, Javier PÉREZ-PELLITERO et Benoit COASNE. « Characterization of hierarchical zeolites : Combining adsorption/intrusion, electron microscopy, diffraction and spectroscopic techniques ». In :

- Microporous and Mesoporous Materials* 287 (2019), p. 167-176. ISSN : 1387-1811. DOI : [10.1016/j.micromeso.2019.05.057](https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2019.05.057).
- [224] Boldizsár MEDVEY et Gergely DOBSZAY. « Durability of Stabilized Earthen Constructions : A Review ». In : *Geotechnical and Geological Engineering* 38.3 (2020), p. 2403-2425. ISSN : 0960-3182, 1573-1529. DOI : [10.1007/s10706-020-01208-6](https://doi.org/10.1007/s10706-020-01208-6).
- [225] D C MERRILL et J M HOOVER. « Laboratory Freeze-Thaw Tests of Portland Cement-Treated Granular Bases ». In : (1968), p. 14.
- [226] F. MILIA, M. FARDIS, G. PAPAVALASSILIOU et A. LEVENTIS. « NMR in porous materials ». In : *Magnetic Resonance Imaging* 16.5 (1998), p. 677-678. ISSN : 0730725X. DOI : [10.1016/S0730-725X\(98\)00025-3](https://doi.org/10.1016/S0730-725X(98)00025-3).
- [227] Gernot MINKE. *Building with Earth : Design and Technology of a Sustainable Architecture*. Birkhäuser, 2012. ISBN : 978-3-0346-0872-5. DOI : [doi : 10.1515/9783034608725](https://doi.org/10.1515/9783034608725).
- [228] J MITCHELL, J WEBBER et J STRANGE. « Nuclear magnetic resonance cryoporometry ». In : *Physics Reports* 461.1 (2008), p. 1-36. ISSN : 03701573. DOI : [10.1016/j.physrep.2008.02.001](https://doi.org/10.1016/j.physrep.2008.02.001).
- [229] M. MOLERO, S. APARICIO, G. AL-ASSADI, M.J. CASATI, M.G. HERNÁNDEZ et J.J. ANAYA. « Evaluation of freeze-thaw damage in concrete by ultrasonic imaging ». In : *NDT & E International* 52 (2012), p. 86-94. ISSN : 09638695. DOI : [10.1016/j.ndteint.2012.05.004](https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2012.05.004).
- [230] J.-C. MOREL, Q.-B. BUI et E. HAMARD. « Weathering and durability of earthen material and structures ». In : *Modern Earth Buildings*. Elsevier, 2012, p. 282-303. ISBN : 978-0-85709-026-3. DOI : [10.1533/9780857096166.2.282](https://doi.org/10.1533/9780857096166.2.282).
- [231] Jean-Claude MOREL, Mahmoud Ali MESBAH, M OGGERO et Pete WALKER. « Building houses with local materials : Means to drastically reduce the environmental impact of construction ». In : *Building and Environment* (2001), p. 1119-1126. DOI : [10.1016/S0360-1323\(00\)00054-8](https://doi.org/10.1016/S0360-1323(00)00054-8).
- [232] T MORI et K TANAKA. « Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions ». In : *Acta Metallurgica* 21.5 (1973), p. 571-574. ISSN : 00016160. DOI : [10.1016/0001-6160\(73\)90064-3](https://doi.org/10.1016/0001-6160(73)90064-3).
- [233] Sébastien MORISET, Thierry JOFFROY, Beguin MATHILDE, Guillaud HUBERT, Pointet MARTIN et Arnaud MISSE. *Réhabiliter le pisé*. Sous la dir. de CRATERRE. actes sud, 2018.

- [234] Kunimitsu MORISHIGE, Hiroaki YASUNAGA et Yuki MATSUTANI. « Effect of Pore Shape on Freezing and Melting Temperatures of Water ». In : *The Journal of Physical Chemistry C* 114.9 (2010), p. 4028-4035. ISSN : 1932-7447. DOI : [10.1021/jp910759n](https://doi.org/10.1021/jp910759n).
- [235] S C MOSSOP. « The Freezing of Supercooled Water ». In : *Proceedings of the Physical Society. Section B* 68.4 (1955), p. 193-208. ISSN : 0370-1301. DOI : [10.1088/0370-1301/68/4/301](https://doi.org/10.1088/0370-1301/68/4/301).
- [236] S. MUGUDA, G. LUCAS, P.N. HUGHES, C.E. AUGARDE, C. PERLOT, A.W. BRUNO et D. GALLIPOLI. « Durability and hygroscopic behaviour of biopolymer stabilised earthen construction materials ». In : *Construction and Building Materials* 259 (2020), p. 119725. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2020.119725](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119725).
- [237] M. AL-MUKHTAR, N. BELANTEUR, D. TESSIER et S.K. VANAPALLI. « The fabric of a clay soil under controlled mechanical and hydraulic stress states ». In : *Applied Clay Science* 11.2 (1996), p. 99-115. ISSN : 01691317. DOI : [10.1016/S0169-1317\(96\)00023-3](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(96)00023-3).
- [238] B. J. MURRAY, S. L. BROADLEY, T. W. WILSON, J. D. ATKINSON et R. H. WILLS. « Heterogeneous freezing of water droplets containing kaolinite particles ». In : *Atmospheric Chemistry and Physics* 11.9 (2011), p. 4191-4207. ISSN : 1680-7324. DOI : [10.5194/acp-11-4191-2011](https://doi.org/10.5194/acp-11-4191-2011).
- [239] B. J. MURRAY, S. L. BROADLEY, T. W. WILSON, S. J. BULL, R. H. WILLS, H. K. CHRISTENSON et E. J. MURRAY. « Kinetics of the homogeneous freezing of water ». In : *Phys. Chem. Chem. Phys.* 12.35 (2010), p. 10380-10387. DOI : [10.1039/C003297B](https://doi.org/10.1039/C003297B).
- [240] B. J. MURRAY, T. W. WILSON, S. L. BROADLEY et R. H. WILLS. *Heterogeneous freezing of water droplets containing kaolinite and montmorillonite particles*. preprint. Clouds, Precipitation/Laboratory Studies/Troposphere/Physics (physical properties et processes), 2010. DOI : [10.5194/acpd-10-9695-2010](https://doi.org/10.5194/acpd-10-9695-2010).
- [241] Piotr NARLOCH et Piotr WOYCIECHOWSKI. « Assessing Cement Stabilized Rammed Earth Durability in A Humid Continental Climate ». In : *Buildings* 10.2 (2020), p. 26. ISSN : 2075-5309. DOI : [10.3390/buildings10020026](https://doi.org/10.3390/buildings10020026).
- [242] NEERAJ KUMARI. « Basics of Clay Minerals and Their Characteristic Properties ». In : *Clay and Clay Minerals*. Sous la dir. de CHANDRA MOHAN ED1 - GUSTAVO MORARI DO NASCIMENTO. Rijeka : IntechOpen, 2021, Ch. 2. ISBN : 978-1-83969-564-3. DOI : [10.5772/intechopen.97672](https://doi.org/10.5772/intechopen.97672).

- [243] Tomáš NĚMEC. « Estimation of ice–water interfacial energy based on pressure-dependent formulation of classical nucleation theory ». In : *Chemical Physics Letters* 583 (2013), p. 64-68. ISSN : 00092614. DOI : [10.1016/j.cplett.2013.07.085](https://doi.org/10.1016/j.cplett.2013.07.085).
- [244] Ivanka NETINGER, Martina VRACEVIC, Jonjaua RANOGAJEC et Snezana VUCETIC. « Evaluation of brick resistance to freeze / thaw cycles according to indirect procedures ». In : *Gradjevinar* 66 (2014), p. 197-209. DOI : [10.14256/JCE.956.2013](https://doi.org/10.14256/JCE.956.2013).
- [245] Ivanka NETINGER GRUBEŠA, Martina VRAČEVIĆ, Jonjaua RANOGAJEC et Snežana VUČETIĆ. « Influence of Pore-Size Distribution on the Resistance of Clay Brick to Freeze-Thaw Cycles ». In : *Materials (Basel, Switzerland)* 13.10 (2020), p. 2364. ISSN : 1996-1944. DOI : [10.3390/ma13102364](https://doi.org/10.3390/ma13102364). PMID : [32455598](https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/32455598/).
- [246] A. N. NEVZOROV. « Internal mechanism of metastable liquid water crystallization and its effects on intracloud processes ». In : *Izvestiya, Atmospheric and Oceanic Physics* 42.6 (2006), p. 765-772. ISSN : 1555-628X. DOI : [10.1134/S0001433806060107](https://doi.org/10.1134/S0001433806060107).
- [247] Kenny NG, Ye SUN, Qingli DAI et Xiong YU. « Investigation of internal frost damage in cementitious materials with micromechanics analysis, SEM imaging and ultrasonic wave scattering techniques ». In : *Construction and Building Materials* 50 (2014), p. 478-485. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2013.09.061](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.09.061).
- [248] Thanh-Phong NGO, Quoc-Bao BUI, Vu To-Anh PHAN et Huu-Bang TRAN. « Durability of geopolymer stabilised compacted earth exposed to wetting–drying cycles at different conditions of pH and salt ». In : *Construction and Building Materials* 329 (2022), p. 127168. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2022.127168](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127168).
- [249] Thi Thanh Hang NGUYEN. « Stabilisation des sols traités à la chaux et leur comportement au gel ». Thèse de doct. Université Paris-Est, 2015.
- [250] F. C. NIX et D. MACNAIR. « The Thermal Expansion of Pure Metals : Copper, Gold, Aluminum, Nickel, and Iron ». In : *Phys. Rev.* 60.8 (1941), p. 597-605. DOI : [10.1103/PhysRev.60.597](https://doi.org/10.1103/PhysRev.60.597).
- [251] Hossein NOWAMOOZ et Farimah MASROURI. « Hydromechanical behaviour of an expansive bentonite/silt mixture in cyclic suction-controlled drying and wetting tests ». In : *Engineering Geology* 101.3 (2008), p. 154-164. ISSN : 00137952. DOI : [10.1016/j.enggeo.2008.04.011](https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2008.04.011).
- [252] Myriam OLIVIER. « Le matériau terre, compactage, comportement, application aux structures en bloc sur terre ». Thèse de doct. 1994.

- [253] F. PACHECO-TORGAL et Said JALALI. « Earth construction : Lessons from the past for future eco-efficient construction ». In : *Construction and Building Materials* 29 (2012), p. 512-519. ISSN : 0950-0618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2011.10.054](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.10.054).
- [254] Amanda J. PAGE et Richard P. SEAR. « Heterogeneous Nucleation in and out of Pores ». In : *Phys. Rev. Lett.* 97.6 (2006), p. 065701. DOI : [10.1103/PhysRevLett.97.065701](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.97.065701).
- [255] Antoine PELÉ-PELTIER, Antonin FABBRI, Jean-Claude MOREL, Erwan HAMARD et Maxime LHENRY. « A similitude relation to assessing the compressive strength of rammed earth from scale-down samples ». In : *Case Studies in Construction Materials* 16 (2022), e00921. ISSN : 22145095. DOI : [10.1016/j.cscm.2022.e00921](https://doi.org/10.1016/j.cscm.2022.e00921).
- [256] Vesa PENTTALA. « Freezing-Induced Strains and Pressures in Wet Porous Materials and Especially in Concrete Mortars ». In : *Advanced Cement Based Materials* 7.1 (1998), p. 8-19. ISSN : 10657355. DOI : [10.1016/S1065-7355\(97\)00011-4](https://doi.org/10.1016/S1065-7355(97)00011-4).
- [257] Vesa PENTTALA. « Surface and internal deterioration of concrete due to saline and non-saline freeze-thaw loads ». In : *Cement and Concrete Research* 36.5 (2006), p. 921-928. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2005.10.007](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.10.007).
- [258] Vesa PENTTALA et Fahim AL-NESHAWY. « Stress and strain state of concrete during freezing and thawing cycles ». In : *Cement and Concrete Research* 32.9 (2002), p. 1407-1420. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/S0008-8846\(02\)00785-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00785-8).
- [259] Emily L. PERKINS, John P. LOWE, Karen J. EDLER, Nuradeen TANKO et Sean P. RIGBY. « Determination of the percolation properties and pore connectivity for mesoporous solids using NMR cryodiffusometry ». In : *Chemical Engineering Science* 63.7 (2008), p. 1929-1940. ISSN : 00092509. DOI : [10.1016/j.ces.2007.12.022](https://doi.org/10.1016/j.ces.2007.12.022).
- [260] Oleg PETROV et Istvan FURO. « A study of freezing-melting hysteresis of water in different porous materials. Part II : Surfactant-templated silicas ». In : *Physical chemistry chemical physics : PCCP* 13 (2011), p. 16358-65. DOI : [10.1039/c1cp21902b](https://doi.org/10.1039/c1cp21902b).
- [261] Oleg PETROV et István FURÓ. « Curvature-dependent metastability of the solid phase and the freezing-melting hysteresis in pores ». In : *Phys. Rev. E* 73.1 (2006), p. 011608. DOI : [10.1103/PhysRevE.73.011608](https://doi.org/10.1103/PhysRevE.73.011608).

- [262] Oleg V. PETROV et István FURÓ. « A joint use of melting and freezing data in NMR cryoporometry ». In : *Microporous and Mesoporous Materials* 136.1 (2010), p. 83-91. ISSN : 13871811. DOI : [10.1016/j.micromeso.2010.08.001](https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2010.08.001).
- [263] Michel PIGEON. « La durabilité au gel du béton ». In : *Materials and Structures* 22.1 (1989), p. 3-14. ISSN : 1871-6873. DOI : [10.1007/BF02472689](https://doi.org/10.1007/BF02472689).
- [264] Michel PIGEON, Jacques MARCHAND et Richard PLEAU. « Frost resistant concrete ». In : *Durability of Reinforced Concrete Structures* 10.5 (1996), p. 339-348. ISSN : 0950-0618. DOI : [10.1016/0950-0618\(95\)00067-4](https://doi.org/10.1016/0950-0618(95)00067-4).
- [265] Treval C POWERS et RA HELMUTH. « Theory of volume changes in hardened portland-cement paste during freezing ». In : Highway research board proceedings. T. 32. 1953.
- [266] Treval C POWERS et TF WILLIS. « The air requirement of frost resistant concrete ». In : *Highway Research Board Proceedings*. T. 29. 1950.
- [267] H.R PRUPPACHER. « Some relations between the structure of the ice-solution interface and the free growth rate of ice crystals in supercooled aqueous solutions ». In : *Journal of Colloid and Interface Science* 25.2 (1967), p. 285-294. ISSN : 00219797. DOI : [10.1016/0021-9797\(67\)90032-X](https://doi.org/10.1016/0021-9797(67)90032-X).
- [268] Hans R PRUPPACHER et James D KLETT. *Microphysics of Clouds and Precipitation : Reprinted 1980*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [269] Roland PUSCH. « Mineral–water interactions and their influence on the physical behavior of highly compacted Na bentonite ». In : *Canadian Geotechnical Journal* 19.3 (1982), p. 381-387. ISSN : 0008-3674. DOI : [10.1139/t82-041](https://doi.org/10.1139/t82-041).
- [270] M RANDALL. *International Critical Tables. V VII*. New York : McGraw-Hill, 1930. DOI : [10.17226/20230](https://doi.org/10.17226/20230).
- [271] D.H. RASMUSSEN, M.N. MACAULAY et A.P. MACKENZIE. « Supercooling and nucleation of ice in single cells ». In : *Cryobiology* 12.4 (1975), p. 328-339. ISSN : 00112240. DOI : [10.1016/0011-2240\(75\)90006-1](https://doi.org/10.1016/0011-2240(75)90006-1).
- [272] Peter I. RAVIKOVITCH et Alexander V. NEIMARK. « Experimental Confirmation of Different Mechanisms of Evaporation from Ink-Bottle Type Pores : Equilibrium, Pore Blocking, and Cavitation ». In : *Langmuir* 18.25 (2002), p. 9830-9837. ISSN : 0743-7463, 1520-5827. DOI : [10.1021/la026140z](https://doi.org/10.1021/la026140z).
- [273] Jenny RICHARDS, Qinglin GUO, Heather VILES, Yanwu WANG, Bo ZHANG et Hong ZHANG. « Moisture content and material density affects severity of frost damage in earthen heritage ». In : *Science of The Total Environment* 819 (2022), p. 153047. ISSN : 00489697. DOI : [10.1016/j.scitotenv.2022.153047](https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.153047).

- [274] S. J. RICHARDS. « Soil Suction Measurements with Tensiometers ». In : *Methods of Soil Analysis*. John Wiley & Sons, Ltd, 1965, p. 153-163. ISBN : 978-0-89118-203-0. DOI : <https://doi.org/10.2134/agronmonogr9.1.c9>.
- [275] Jhonathan RIVERA, João COELHO, Rui SILVA, Tiago MIRANDA, Fernando CASTRO et Nuno CRISTELO. « Compressed earth blocks stabilized with glass waste and fly ash activated with a recycled alkaline cleaning solution ». In : *Journal of Cleaner Production* 284 (2021), p. 124783. ISSN : 09596526. DOI : [10.1016/j.jclepro.2020.124783](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.124783).
- [276] Fabrice ROJAT, Erwan HAMARD, Antonin FABBRI, Bernard CARNUS et Fionn MCGREGOR. « Towards an easy decision tool to assess soil suitability for earth building ». In : *Construction and Building Materials* 257 (2020), p. 119544. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2020.119544](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119544).
- [277] E. ROMERO, G. DELLA VECCHIA et C. JOMMI. « An insight into the water retention properties of compacted clayey soils ». In : *Géotechnique* 61.4 (2011), p. 313-328. ISSN : 0016-8505, 1751-7656. DOI : [10.1680/geot.2011.61.4.313](https://doi.org/10.1680/geot.2011.61.4.313).
- [278] Martin ROSENQVIST, Katja FRIDH et Manouchehr HASSANZADEH. « Macroscopic ice lens growth in hardened concrete ». In : *Cement and Concrete Research* 88 (2016), p. 114-125. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2016.06.008](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.06.008).
- [279] J. ROUQUEROL, D. AVNIR, C. W. FAIRBRIDGE, D. H. EVERETT, J. M. HAYNES, N. PERNICONE, J. D. F. RAMSAY, K. S. W. SING et K. K. UNGER. « Recommendations for the characterization of porous solids (Technical Report) ». In : *Pure and Applied Chemistry* 66.8 (1994), p. 1739-1758. DOI : [10.1351/pac199466081739](https://doi.org/10.1351/pac199466081739).
- [280] Poria S. SABERI et Günther MESCHKE. « A hysteresis model for the unfrozen liquid content in freezing porous media ». In : *Computers and Geotechnics* 134 (2021), p. 104048. ISSN : 0266352X. DOI : [10.1016/j.compgeo.2021.104048](https://doi.org/10.1016/j.compgeo.2021.104048).
- [281] N. SARANYA et D. N. ARNEPALLI. « Effect of drying technique on pore structure characteristics of fine-grained geomaterials ». In : *International Journal of Geotechnical Engineering* 12.6 (2018), p. 578-591. ISSN : 1938-6362. DOI : [10.1080/19386362.2017.1304501](https://doi.org/10.1080/19386362.2017.1304501).
- [282] Francis H. SAYLES et David L. CARBEE. « Strength of frozen silt as a function of ice content and dry unit weight ». In : *Engineering Geology* 18.1 (1981), p. 55-66. ISSN : 0013-7952. DOI : [10.1016/0013-7952\(81\)90046-6](https://doi.org/10.1016/0013-7952(81)90046-6).
- [283] Pascal SCARATO et Jacky JEANNET. *Cahier d'expert bâti en pisé- Connaissance, analyse, traitement des pathologies du bâti en pisé en Rhône-Alpes et Auvergne*. ABITerre. Rhône-Alpes, 2015. ISBN : 978-2-7466-7875-0.

- [284] George W SCHERER. « Crystallization in pores ». In : *Cement and Concrete Research* 29.8 (1999), p. 1347-1358. ISSN : 0008-8846. DOI : [10.1016/S0008-8846\(99\)00002-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00002-2).
- [285] George W. SCHERER. « Freezing gels ». In : *Journal of Non-Crystalline Solids* 155.1 (1993), p. 1-25. ISSN : 0022-3093. DOI : [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(93\)90467-C](https://doi.org/10.1016/0022-3093(93)90467-C).
- [286] A. SECO, P. URMENETA, E. PRIETO, S. MARCELINO, B. GARCÍA et L. MIQUELEIZ. « Estimated and real durability of unfired clay bricks : Determining factors and representativeness of the laboratory tests ». In : *Construction and Building Materials* 131 (2017), p. 600-605. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2016.11.107](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.11.107).
- [287] Majid SEDIGHI et Hywel R. THOMAS. « Micro porosity evolution in compacted swelling clays — A chemical approach ». In : *Applied Clay Science* 101 (2014), p. 608-618. ISSN : 01691317. DOI : [10.1016/j.clay.2014.09.027](https://doi.org/10.1016/j.clay.2014.09.027).
- [288] Max J. SETZER. « Micro-Ice-Lens Formation in Porous Solid ». In : *Journal of Colloid and Interface Science* 243 (2001), p. 193-201. DOI : [10.1006/jcis.2001.7828](https://doi.org/10.1006/jcis.2001.7828).
- [289] Xianwen SHEN, Longjian LI, Wenzhi CUI et Ya FENG. « Coupled heat and moisture transfer in building material with freezing and thawing process ». In : *Journal of Building Engineering* 20 (2018), p. 609-615. ISSN : 23527102. DOI : [10.1016/j.jobbe.2018.07.026](https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2018.07.026).
- [290] Daichao SHENG, K. AXELSSON et Sven KNUTSSON. « Frost Heave due to Ice Lens Formation in Freezing Soils 1. Theory and Verification ». In : *Hydrology Research* 26 (1995), p. 125-146. DOI : [10.2166/nh.1995.0009](https://doi.org/10.2166/nh.1995.0009).
- [291] S. A. SHIHATA et Z. A. BAGHDADI. « Simplified Method to Assess Freeze-Thaw Durability of Soil Cement ». In : *Journal of Materials in Civil Engineering* 13.4 (2001), p. 243-247. ISSN : 0899-1561, 1943-5533. DOI : [10.1061/\(ASCE\)0899-1561\(2001\)13:4\(243\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0899-1561(2001)13:4(243)).
- [292] E. P. SHUSHERINA, Y. P. BOBKOV et National Research Council Of Canada. Division Of Building RESEARCH. *Effect of moisture content on frozen ground strength*. National Research Council of Canada, 1978, 19 p. DOI : [10.4224/20358850](https://doi.org/10.4224/20358850).
- [293] Kenneth SING. « The use of nitrogen adsorption for the characterisation of porous materials ». In : *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects* 187-188 (2001), p. 3-9. ISSN : 0927-7757. DOI : [https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(01\)00612-4](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(01)00612-4).

- [294] N. K. SINHA. « Effective Poisson's ratio of isotropic ice ». In : Sixth International Offshore Mechanics and Arctic Engineering Symp. : 01 March 1987, Houston, Texas, USA 4 (1987), p. 189-195.
- [295] Gintautas SKRIPKIUNAS, Dzigita NAGROCKIENE, Jadvyga KERIENE, Eugenijus JANAVIČIUS, Giedrius GIRSKAS et Algimantas ŠPOKAUSKAS. « Microstructure Changes in Hardened Cement Paste after Freezing – Thawing Cycles ». In : *Materials Science* 19 (2013). DOI : [10.5755/j01.ms.19.1.3835](https://doi.org/10.5755/j01.ms.19.1.3835).
- [296] Laurence SOUDANI. « Modelling and experimental validation of the hygrothermal performances of earth as a building material ». Génie Civil. ENTPE-Université de Lyon, 2016. 235 p.
- [297] Lucile SOUDANI, Monika WOLOSZYN, Antonin FABBRI, Jean-Claude MOREL et Anne-Cécile GRILLET. « Energy evaluation of rammed earth walls using long term in-situ measurements ». In : *Solar Energy* 141 (2017), p. 70-80. ISSN : 0038092X. DOI : [10.1016/j.solener.2016.11.002](https://doi.org/10.1016/j.solener.2016.11.002).
- [298] Glenn STRYPSTEEN, Zeger SIERENS, Miquel JOSEPH, Jelle BENOOT et Luc BOEHME. « Freeze-thaw resistance of stabilized soils in Flanders ». In : *International Journal of Environmental Studies* 74.4 (2017), p. 603-612. ISSN : 0020-7233. DOI : [10.1080/00207233.2017.1335021](https://doi.org/10.1080/00207233.2017.1335021).
- [299] Robert STYLE, Stephen PEPPIN, Alan COCKS et J. WETTTLAUFER. « Ice-lens formation and geometrical supercooling in soils and other colloidal materials ». In : *Physical review. E, Statistical, nonlinear, and soft matter physics* 84 (2011), p. 041402. DOI : [10.1103/PhysRevE.84.041402](https://doi.org/10.1103/PhysRevE.84.041402).
- [300] Zhenhua SUN et George W. SCHERER. « Effect of air voids on salt scaling and internal freezing ». In : *Cement and Concrete Research* 40.2 (2010), p. 260-270. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2009.09.027](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.09.027).
- [301] Zhenhua SUN et George W. SCHERER. « Pore size and shape in mortar by thermoporometry ». In : *Cement and Concrete Research* 40.5 (2010), p. 740-751. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2009.11.011](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.11.011).
- [302] T. SUZUKI et Y. SHIMAMOTO. « Damage evaluation in concrete materials by acoustic emission ». In : *Acoustic Emission and Related Non-Destructive Evaluation Techniques in the Fracture Mechanics of Concrete*. Elsevier, 2021, p. 1-17. ISBN : 978-0-12-822136-5. DOI : [10.1016/B978-0-12-822136-5.00001-0](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-822136-5.00001-0).
- [303] Stephen TABER. « The Mechanics of Frost Heaving ». In : *The Journal of Geology* 38.4 (1930), p. 303-317. ISSN : 0022-1376. DOI : [10.1086/623720](https://doi.org/10.1086/623720).

- [304] F TALAMUCCI. « Freezing processes in porous media : Formation of ice lenses, swelling of the soil ». In : *Mathematical and Computer Modelling* 37.5 (2003), p. 595-602. ISSN : 08957177. DOI : [10.1016/S0895-7177\(03\)00053-0](https://doi.org/10.1016/S0895-7177(03)00053-0).
- [305] Chao-Sheng TANG, Qing CHENG, Xuepeng GONG, Bin SHI et Hilary I. INYANG. « Investigation on microstructure evolution of clayey soils : A review focusing on wetting/drying process ». In : *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* (2022), S1674775522000579. ISSN : 16747755. DOI : [10.1016/j.jrmge.2022.02.004](https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2022.02.004).
- [306] A. TARANTINO et E. DE COL. « Compaction behaviour of clay ». In : *Géotechnique* 58.3 (2008), p. 199-213. ISSN : 0016-8505, 1751-7656. DOI : [10.1680/geot.2008.58.3.199](https://doi.org/10.1680/geot.2008.58.3.199).
- [307] Jidong TENG, Jingyuan KOU, Xiaodong YAN, Sheng ZHANG et Daichao SHENG. « Parameterization of soil freezing characteristic curve for unsaturated soils ». In : *Cold Regions Science and Technology* 170 (2020), p. 102928. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2019.102928](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2019.102928).
- [308] D. TESSIER, A. LAJUDIE et J.-C. PETIT. « Relation between the macroscopic behavior of clays and their microstructural properties ». In : *Applied Geochemistry* 7 (1992), p. 151-161. ISSN : 08832927. DOI : [10.1016/S0883-2927\(09\)80071-1](https://doi.org/10.1016/S0883-2927(09)80071-1).
- [309] Jörg THIELEMANN, Frank GIRGSDIES, Robert SCHLÖGL et Christian HESS. « Pore structure and surface area of silica SBA-15 : Influence of washing and scale-up ». In : *Beilstein journal of nanotechnology* 2 (2011), p. 110-8. DOI : [10.3762/bjnano.2.13](https://doi.org/10.3762/bjnano.2.13).
- [310] M. THOMMES. « Physical Adsorption Characterization of Nanoporous Materials ». In : *Chemie Ingenieur Technik* 82.7 (2010), p. 1059-1073. ISSN : 0009-286X. DOI : [10.1002/cite.201000064](https://doi.org/10.1002/cite.201000064).
- [311] Matthias THOMMES, Katsumi KANEKO, Alexander V. NEIMARK, James P. OLIVIER, Francisco RODRIGUEZ-REINOSO, Jean ROUQUEROL et Kenneth S.W. SING. « Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report) ». In : *Pure and Applied Chemistry* 87.9 (2015), p. 1051-1069. DOI : [10.1515/pac-2014-1117](https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117).
- [312] Matthias THOMMES, Bernd SMARSLY, Matthijs GROENEWOLT, Peter I. RAVIKOVITCH et Alexander V. NEIMARK. « Adsorption Hysteresis of Nitrogen and Argon in Pore Networks and Characterization of Novel Micro- and Mesoporous Silicas ». In : *Langmuir* 22.2 (2006), p. 756-764. ISSN : 0743-7463. DOI : [10.1021/la051686h](https://doi.org/10.1021/la051686h).

- [313] Huihui TIAN, Changfu WEI, Houzhen WEI et Jiazuo ZHOU. « Freezing and thawing characteristics of frozen soils : Bound water content and hysteresis phenomenon ». In : *Cold Regions Science and Technology* 103 (2014), p. 74-81. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2014.03.007](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2014.03.007).
- [314] Zhengchao TIAN, Tusheng REN, Yuki KOJIMA, Yili LU, Robert HORTON et Joshua L. HEITMAN. « An improved thermo-time domain reflectometry method for determination of ice contents in partially frozen soils ». In : *Journal of Hydrology* 555 (2017), p. 786-796. ISSN : 00221694. DOI : [10.1016/j.jhydrol.2017.10.055](https://doi.org/10.1016/j.jhydrol.2017.10.055).
- [315] A R TICE, Zhu YUANLIN et J L OLIPHANT. « The effects of soluble salts on the unfrozen water contents of the Lanzhou, P.R.C., silt ». In : *US Army Cold Regions Research and Engineering Laboratory* (1984), p. 23.
- [316] A. TIMUR. « VELOCITY OF COMPRESSIONAL WAVES IN POROUS MEDIA AT PERMAFROST TEMPERATURES ». In : *GEOPHYSICS* 33.4 (1968), p. 584-595. ISSN : 0016-8033. DOI : [10.1190/1.1439954](https://doi.org/10.1190/1.1439954).
- [317] G. C. TOPP, J. L. DAVIS et A. P. ANNAN. « Electromagnetic determination of soil water content : Measurements in coaxial transmission lines ». In : *Water Resources Research* 16.3 (1980), p. 574-582. ISSN : 0043-1397. DOI : [10.1029/WR016i003p00574](https://doi.org/10.1029/WR016i003p00574).
- [318] O. TOURET, C. H. PONS, D. TESSIER et Y. TARDY. « Etude de la repartition de l'eau dans des argiles saturees Mg²⁺ aux fortes teneurs en eau ». In : *Clay Minerals* 25.2 (1990), p. 217-233. ISSN : 0009-8558. DOI : [10.1180/claymin.1990.025.2.07](https://doi.org/10.1180/claymin.1990.025.2.07).
- [319] David TURNBULL. « The Undercooling of Liquids ». In : *Scientific American* 212.1 (1965), p. 38-47. ISSN : 00368733, 19467087.
- [320] John J. VALENZA et George W. SCHERER. « A review of salt scaling : I. Phenomenology ». In : *Cement and Concrete Research* 37.7 (2007), p. 1007-1021. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2007.03.005](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.03.005).
- [321] John J. VALENZA et George W. SCHERER. « A review of salt scaling : II. Mechanisms ». In : *Cement and Concrete Research* 37.7 (2007), p. 1022-1034. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2007.03.003](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.03.003).
- [322] Henri VAN DAMME et Hugo HOUBEN. « Earth concrete. Stabilization revisited ». In : *Cement and Concrete Research* 114 (2018), p. 90-102. ISSN : 00088846. DOI : [10.1016/j.cemconres.2017.02.035](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.035).

- [323] Sai K. VANAPALLI, M. V. NICOTERA et Radhey S. SHARMA. « Axis Translation and Negative Water Column Techniques for Suction Control ». In : *Laboratory and Field Testing of Unsaturated Soils*. Sous la dir. d'Alessandro TARANTINO, Enrique ROMERO et Yu-Jun CUI. Dordrecht : Springer Netherlands, 2009, p. 33-48. ISBN : 978-1-4020-8819-3. DOI : [10.1007/978-1-4020-8819-3_4](https://doi.org/10.1007/978-1-4020-8819-3_4).
- [324] N. B. VARGAFTIK, B. N. VOLKOV et L. D. VOLJAK. « International Tables of the Surface Tension of Water ». In : *Journal of Physical and Chemical Reference Data* 12.3 (1983), p. 817-820. ISSN : 0047-2689, 1529-7845. DOI : [10.1063/1.555688](https://doi.org/10.1063/1.555688).
- [325] B.V. VENKATARAMA REDDY. « Stabilised soil blocks for structural masonry in earth construction ». In : *Modern Earth Buildings*. Elsevier, 2012, p. 324-363. ISBN : 978-0-85709-026-3. DOI : [10.1533/9780857096166.3.324](https://doi.org/10.1533/9780857096166.3.324).
- [326] Martin VOLMER et A WEBER. « Keimbildung in übersättigten Gebilden ». In : *Zeitschrift für physikalische Chemie* 119.1 (1926), p. 277-301.
- [327] R. WAGNER, A. KISELEV, O. MÖHLER, H. SAATHOFF et I. STEINKE. « Pre-activation of ice-nucleating particles by the pore condensation and freezing mechanism ». In : *Atmospheric Chemistry and Physics* 16.4 (2016), p. 2025-2042. DOI : [10.5194/acp-16-2025-2016](https://doi.org/10.5194/acp-16-2025-2016).
- [328] Joseph WALDER et B. HALLET. « A theoretical model of the fracture of rock due to freezing ». In : *Geological Society of America Bulletin - GEOL SOC AMER BULL* 96 (1985). DOI : [10.1130/0016-7606\(1985\)96<336:ATMOTF>2.0.CO](https://doi.org/10.1130/0016-7606(1985)96<336:ATMOTF>2.0.CO).
- [329] Chong WANG, Yuanming LAI, Fan YU et Shuangyang LI. « Estimating the freezing-thawing hysteresis of chloride saline soils based on the phase transition theory ». In : *Applied Thermal Engineering* 135 (2018), p. 22-33. ISSN : 13594311. DOI : [10.1016/j.applthermaleng.2018.02.039](https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2018.02.039).
- [330] Fuyu WANG, Weichen PANG, Ziqi LI, Haibin WEI et Leilei HAN. « Experimental Study on Consolidation-Creep Behavior of Subgrade Modified Soil in Seasonally Frozen Areas ». In : *Materials* 14.18 (2021), p. 5138. ISSN : 1996-1944. DOI : [10.3390/ma14185138](https://doi.org/10.3390/ma14185138).
- [331] Pan WANG, Enlong LIU, Bin ZHI et Bingtang SONG. « A macro–micro viscoelastic-plastic constitutive model for saturated frozen soil ». In : *Mechanics of Materials* 147 (2020), p. 103411. ISSN : 01676636. DOI : [10.1016/j.mechmat.2020.103411](https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103411).
- [332] Da-yan WANG, Yuan-lin ZHU, Wei MA et Yong-hong NIU. « Application of ultrasonic technology for physical–mechanical properties of frozen soils ». In : *Cold Regions Science and Technology* 44.1 (2006), p. 12-19. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2005.06.003](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2005.06.003).

- [333] George WARDEH, Mohamed AS MOHAMED et Elhem GHORBEL. « Analysis of concrete internal deterioration due to frost action ». In : *Journal of Building Physics* 35.1 (2010), p. 54-82. ISSN : 1744-2591. DOI : [10.1177/1744259110370854](https://doi.org/10.1177/1744259110370854).
- [334] Kunio WATANABE et Masaru MIZOGUCHI. « Amount of unfrozen water in frozen porous media saturated with solution ». In : *Cold Regions Science and Technology* 34.2 (2002), p. 103-110. ISSN : 0165-232X. DOI : [https://doi.org/10.1016/S0165-232X\(01\)00063-5](https://doi.org/10.1016/S0165-232X(01)00063-5).
- [335] Kunio WATANABE et Tomomi WAKE. « Measurement of unfrozen water content and relative permittivity of frozen unsaturated soil using NMR and TDR ». In : *Cold Regions Science and Technology* 59.1 (2009), p. 34-41. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/j.coldregions.2009.05.011](https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2009.05.011).
- [336] André WELTI, Zamin A. KANJI, F. LÜÖND, Olaf STETZER et Ulrike LOHMANN. « Exploring the Mechanisms of Ice Nucleation on Kaolinite : From Deposition Nucleation to Condensation Freezing ». In : *Journal of the Atmospheric Sciences* 71.1 (2014), p. 16-36. DOI : [10.1175/JAS-D-12-0252.1](https://doi.org/10.1175/JAS-D-12-0252.1).
- [337] Daoyong WU, Yuanming LAI et Mingyi ZHANG. « Heat and mass transfer effects of ice growth mechanisms in a fully saturated soil ». In : *International Journal of Heat and Mass Transfer* 86 (2015), p. 699-709. ISSN : 00179310. DOI : [10.1016/j.ijheatmasstransfer.2015.03.044](https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2015.03.044).
- [338] Min WU et Björn JOHANNESSON. « Impact of sample saturation on the detected porosity of hardened concrete using low temperature calorimetry ». In : *Thermochimica Acta* 580 (2014), p. 66-78. ISSN : 0040-6031. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.tca.2014.02.002>.
- [339] Min WU, Björn JOHANNESSON et Mette GEIKER. « Determination of ice content in hardened concrete by low-temperature calorimetry : Influence of baseline calculation and heat of fusion of confined water ». In : *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 115.2 (2014), p. 1335-1351. ISSN : 1388-6150, 1588-2926. DOI : [10.1007/s10973-013-3520-6](https://doi.org/10.1007/s10973-013-3520-6).
- [340] Shaohua XIAN, Zheng LU, Hailin YAO, Ran FANG et Jianbo SHE. « Comparative Study on Mechanical Properties of Compacted Clay under Freeze-Thaw Cycles with Closed and Open Systems ». In : *Advances in Materials Science and Engineering* 2019 (2019), p. 1-13. ISSN : 1687-8434, 1687-8442. DOI : [10.1155/2019/9206372](https://doi.org/10.1155/2019/9206372).

- [341] Longfei XU. « Mechanical behaviour of compacted earth with respect to relative humidity and clay content : experimental study and constitutive modelling ». In : (), p. 170.
- [342] Longfei XU, Kwai Kwan WONG, Antonin FABBRI, Florian CHAMPIRE et Denis BRANQUE. « Loading-unloading shear behavior of rammed earth upon varying clay content and relative humidity conditions ». In : *Soils and Foundations* 58.4 (2018), p. 1001-1015. ISSN : 00380806. DOI : [10.1016/j.sandf.2018.05.005](https://doi.org/10.1016/j.sandf.2018.05.005).
- [343] Qidong YANG, Kai WEI, Xujing YANG, Haiqiong XIE, Zhaoliang QU et Daining FANG. « Microstructures and unique low thermal expansion of Invar 36 alloy fabricated by selective laser melting ». In : *Materials Characterization* 166 (2020), p. 110409. ISSN : 10445803. DOI : [10.1016/j.matchar.2020.110409](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110409).
- [344] Seok YOON, Gi-Jun LEE et Gyu-Hyun GO. « Linear thermal expansion behavior of compacted bentonite buffer materials ». In : *Case Studies in Thermal Engineering* 32 (2022), p. 101889. ISSN : 2214157X. DOI : [10.1016/j.csite.2022.101889](https://doi.org/10.1016/j.csite.2022.101889).
- [345] Tarik ZAKRI, Jean-Paul LAURENT et Michel VAUCLIN. « Theoretical evidence for ‘Lichtenecker’s mixture formulae’ based on the effective medium theory ». In : *Journal of Physics D : Applied Physics* 31.13 (1998), p. 1589. DOI : [10.1088/0022-3727/31/13/013](https://doi.org/10.1088/0022-3727/31/13/013).
- [346] Borislav D. ZDRAVKOV, Jiří J. ČERMÁK, Martin ŠEFARA et Josef JANKŮ. « Pore classification in the characterization of porous materials : A perspective ». In : *Central European Journal of Chemistry* 5.2 (2007), p. 385-395. ISSN : 1644-3624. DOI : [10.2478/s11532-007-0017-9](https://doi.org/10.2478/s11532-007-0017-9).
- [347] Qiang ZENG, Teddy FEN-CHONG, Patrick DANGLA et Kefei LI. « A study of freezing behavior of cementitious materials by poromechanical approach ». In : *International Journal of Solids and Structures* 48.22 (2011), p. 3267-3273. ISSN : 00207683. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2011.07.018](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2011.07.018).
- [348] Qiang ZENG, Teddy FEN-CHONG et Kefei LI. « Freezing behavior of cement pastes saturated with NaCl solution ». In : *Construction and Building Materials* 59 (2014), p. 99-110. ISSN : 09500618. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2014.02.042](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.02.042).
- [349] Qiang ZENG, Kefei LI, Teddy FEN-CHONG et Patrick DANGLA. « Analysis of pore structure, contact angle and pore entrapment of blended cement pastes from mercury porosimetry data ». In : *Cement and Concrete Composites* 34.9 (2012), p. 1053-1060. ISSN : 09589465. DOI : [10.1016/j.cemconcomp.2012.06.005](https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.06.005).

- [350] Xiaohai ZHOU, Jian ZHOU, Wolfgang KINZELBACH et Fritz STAUFFER. « Simultaneous measurement of unfrozen water content and ice content in frozen soil using gamma ray attenuation and TDR ». In : *Water Resources Research* 50.12 (2014), p. 9630-9655. ISSN : 0043-1397. DOI : [10.1002/2014WR015640](https://doi.org/10.1002/2014WR015640).
- [351] Yuanlin ZHU et David L CARBEE. « Uniaxial compressive strength of frozen silt under constant deformation rates ». In : *Cold Regions Science and Technology* 9.1 (1984), p. 3-15. ISSN : 0165232X. DOI : [10.1016/0165-232X\(84\)90043-0](https://doi.org/10.1016/0165-232X(84)90043-0).
- [352] Frank ZIMMERMANN, Stephan WEINBRUCH, Lothar SCHÜTZ, Heiko HOFMANN, Martin EBERT, Konrad KANDLER et Annette WORRINGEN. « Ice nucleation properties of the most abundant mineral dust phases ». In : *Journal of Geophysical Research : Atmospheres* 113 (D23 2008). ISSN : 0148-0227. DOI : [10.1029/2008JD010655](https://doi.org/10.1029/2008JD010655).
- [353] B. ZOBRIST, T. KOOP, B. P. LUO, C. MARCOLLI et T. PETER. « Heterogeneous Ice Nucleation Rate Coefficient of Water Droplets Coated by a Nonadecanol Monolayer ». In : *The Journal of Physical Chemistry C* 111.5 (2007), p. 2149-2155. ISSN : 1932-7447. DOI : [10.1021/jp066080w](https://doi.org/10.1021/jp066080w).
- [354] B. ZOBRIST, C. MARCOLLI, T. PETER et T. KOOP. « Heterogeneous Ice Nucleation in Aqueous Solutions : the Role of Water Activity ». In : *The Journal of Physical Chemistry A* 112.17 (2008), p. 3965-3975. ISSN : 1089-5639. DOI : [10.1021/jp7112208](https://doi.org/10.1021/jp7112208).
- [355] Liangchao ZOU, Shimei WANG et Xiaoling LAI. « Creep model for unsaturated soils in sliding zone of Qianjiangping landslide ». In : *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* 5.2 (2013), p. 162-167. ISSN : 16747755. DOI : [10.1016/j.jrmge.2013.03.001](https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2013.03.001).