

TABLE DES MATIERES

DEDICACE	I
REMERCIEMENTS	II
TABLE DES MATIERES	III
RESUME EN FRANÇAIS	6
ABSTRACT	8
INTRODUCTION GENERALE	11
CHAPITRE I: ETAT DE L'ART ET PRESENTATION DE LA PROBLEMATIQUE DE THESE	17
INTRODUCTION	17
1 REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	18
1.1 Généralités sur la construction en terre crue	18
1.2 Généralités sur les liants	25
1.3 Stabilisation de la terre crue pour la construction	38
2 PRESENTATION DE LA PROBLEMATIQUE	51
2.1 Quel type de produit de construction en terre crue avec quelle technique ?	51
2.2 Quelles sont les caractéristiques les plus importantes à prendre en compte ?	52
2.3 Est-il nécessaire de stabiliser les briques en terre crue ?	53
2.4 La stabilisation avec les liants minéraux classiques est-elle pertinente ? Si non, quelles sont les alternatives ?	54
CHAPITRE II: MATIERES PREMIERES ET PROCEDURES EXPERIMENTALES	58
INTRODUCTION	58
1 MATIERES PREMIERES	59
1.1 Les sols	59
1.2 Les liants organiques	60
1.3 Les liants minéraux	64
2 COMPOSITION DES MELANGES STABILISES AUX LIANTS MINERAUX ET ORGANIQUES	66
2.1 Etude préliminaire sur les liants organiques	66
2.2 Choix des dosages	67
3 PROCEDURES EXPERIMENTALES	69
3.1 Caractérisation géotechnique	69

3.2	<i>Caractérisation chimique et minéralogique</i>	75
3.3	<i>Fabrication des éprouvettes</i>	76
3.4	<i>Essai de compression simple à l'état sec</i>	79
3.5	<i>Essai de compression simple à l'état humide</i>	81
3.6	<i>Caractérisation hygrothermique</i>	83
CONCLUSION.....		86
CHAPITRE III: CARACTERISATION DES MATIERES PREMIERES ET FORMULATIONS DES MELANGES 89		
INTRODUCTION.....		89
1	CARACTERISATION DES SOLS.....	90
1.1	<i>Caractérisation géotechnique des sols</i>	90
1.2	<i>Caractérisation chimique et minéralogique des sols</i>	96
2	ETUDE EXPERIMENTALE PRELIMINAIRE SUR LES LIANTS ORGANIQUES.....	103
2.1	<i>Résultats des tests préliminaires</i>	103
2.2	<i>Classification des liants organiques étudiés</i>	104
2.3	<i>Conclusions de l'étude préliminaire</i>	108
3	ESSAIS PROCTOR SUR SOLS STABILISES.....	109
4	COMPOSITIONS ET COMPACITES DES MELANGES ETUDIES.....	111
CONCLUSION.....		114
CHAPITRE IV: CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX EN TERRE CRUE STABILISEE 117		
INTRODUCTION.....		117
1	COMPOTEMENTS MECANQUES ET TENUES A L'EAU.....	118
1.1	<i>Etude de l'effet des conditions de cure sur les formulations avec liants minéraux</i>	118
1.2	<i>Comportement mécanique à l'état sec</i>	119
2	TENUE A L'EAU (RESISTANCE A LA COMPRESSION HUMIDE).....	126
3	PROPRIETES HYGROSCOPIQUES ET THERMIQUES.....	131
3.1	<i>Conductivité thermique</i>	131
3.2	<i>Effet des stabilisations sur le comportement hygroscopique</i>	133
4	MODIFICATIONS MINERALOGIQUES INDUITES PAR LA STABILISATION DES SOLS.....	137
4.1	<i>Diffractogrammes des rayons X des sols stabilisés</i>	137
4.2	<i>Analyses par spectrométrie infrarouge des sols stabilisés</i>	139
4.3	<i>Analyse thermogravimétrique différentielle de la stabilisation du sol B avec la chaux</i>	141

CONCLUSION.....	143
CONCLUSION GENERALE	146
BILAN DE L'ETUDE.....	146
LES PERSPECTIVES.....	150
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	152
ANNEXES	159
LISTES DES FIGURES ET DES TABLEAUX.....	163
LISTE DES FIGURES.....	163
LISTE DES TABLEAUX	166



RESUME EN FRANÇAIS

Dans un contexte de lutte contre le réchauffement climatique, le développement de la construction en terre crue est une véritable alternative en vue de la réduction de la part d'émission de CO₂ du secteur du bâtiment. Toutefois, ce matériau millénaire doit pouvoir justifier de bonnes résistances mécaniques et d'une tenue à l'eau convenable dans des conditions particulièrement sévères qu'imposent les réglementations en vigueur.

Pour ce faire, la plupart des applications industrielles et des travaux scientifiques à ce jour ont recours au ciment et la chaux pour la stabilisation de la terre crue. Mais l'empreinte carbone élevée de ces liants minéraux conjuguée à leur taux d'incorporation élevé posent des questions sur le caractère écologique de la terre crue stabilisée d'autant plus que les gains de performances sont faibles. Or, à travers certaines constructions anciennes et pratiques traditionnelles dans diverses régions du globe, l'usage de biopolymères a montré une efficacité. Ces liants organiques issus d'agro-ressources constitueraient donc des stabilisants prometteurs pour des constructions modernes en terre crue.

Notre étude a pour objectif de proposer une stabilisation de la terre crue pour des constructions modernes avec un bon compromis entre les performances mécaniques, la tenue à l'eau et l'impact environnemental. Une discussion sur la pertinence de proposer des briques de terre crue stabilisée au ciment ou à la chaux éteinte comme alternative aux blocs en béton creux a permis de limiter le taux de liants incorporés à 4% par rapport à la masse sèche de terre. Des tests préliminaires réalisés sur neuf biopolymères ont permis d'identifier en amont quelques liants organiques prometteurs dont l'ovalbumine (protéine du blanc d'œuf) qui ne nécessite pas de pré-activation. Ainsi, ce liant organique de même qu'un ciment portland et une chaux éteinte ont été utilisés à 2 et 4% pour stabiliser deux sols fins argileux (B et N) issus de la région Occitanie mais de minéralogies différentes.

Les résultats sur les résistances à la compression ont montré que la cure est nécessaire pour garantir l'efficacité des liants minéraux. L'augmentation de la densité de fabrication, au moins égale à celle des sols non stabilisés, améliore aussi de façon considérable l'efficacité de la stabilisation. La nature du sol à stabiliser a aussi son importance : l'amélioration des résistances à la compression à l'état sec est plus importante sur le sol B constitué essentiellement de kaolinite que sur le sol N composé de montmorillonite et de chlorite, par contre, pour la tenue à l'eau (résistance à la compression humide) c'est le traitement du sol N qui conduit aux meilleurs résultats. Au final, de toutes les formulations, seules celles avec 4% de ciment ou d'ovalbumine, à densité de fabrication égale à celle du sol seul, permettent de respecter les critères de résistances minimales aux états sec et humide donnés par la norme française sur les BTC (XP P 13-901, 2001, pp. 901–13).

Sur le plan des performances hygrothermiques, nous avons observé que l'ajout des liants diminuait les capacités hygroscopiques des sols tout en restant « bonnes » selon le critère du Nordtest même à 4% d'ajout de liant. Il est à noter que l'ovalbumine réduit beaucoup plus que les autres liants

l'hygroscopie des sols. La conductivité thermique mesurée sur les mélanges aux densités égales à la densité des sols seuls ne change pas, ce qui confirme les observations faites dans littérature à propos de la corrélation entre la densité des matériaux et leurs conductivités thermiques.

Les mécanismes de stabilisations ont été recherchés en utilisant des techniques classiques d'analyse minéralogique (DRX, spectroscopie IR et TGA). Malheureusement, il n'a pas été possible de conclure compte tenu déjà des faibles teneurs en liant employées.

Mots clés : matériau de construction en terre crue, tenue à l'eau, résistances mécaniques, stabilisation écologique, liants minéraux, liants organiques.

ABSTRACT

In the climate change mitigation context, unfired earth materials are a valuable alternative to cement concrete for reducing the construction sector related CO₂ emission. However, this millenary construction material still has to meet current standards on mechanical and water resistance requirements.

Hence, most industrial applications and papers on unfired earth stabilization use cement and lime for the stabilization of earth. But (Van Damme et al., 2017) pointed out the fact the high embodied energy of mineral binders and the high amount used for earth stabilization lead to doubt about the environmental friendliness of those solutions given their low improvement of the mechanical strengths. Yet, ancient earthen buildings and vernacular construction techniques in the worldwide showed the stabilization potential of some biopolymers. The so-called organic binders are food industry byproducts, which use for ancient earthen building renovation and vernacular techniques are recently revealed in some studies.

Our study aims to propose a stabilization of earth for modern buildings with a good compromise between mechanical and water resistance performance on the one hand, and environmental impact on the other hand. A discussion on the relevance of proposing unfired earth bricks stabilized with cement and hydrated lime as an alternative to hollow concrete blocks led to limit the binder's content to 4% wt. of the dry soil. Preliminary tests on nine biopolymers have identified a few promising organic binders upstream, including ovalbumin (egg white protein), which does not require pre-activation. Thus, this organic binder as well as Portland cement and hydrated lime were used at 0, 2, and 4% to stabilize two soils (B and N) from the Occitanie region with different mineralogical characteristics.

The results on compressive strength showed that the curing is necessary to guarantee the effectiveness of the mineral binders. In addition, the increase in manufacturing dry density at least equal to that of unstabilized soils' ones considerably improves the effectiveness of the stabilization. The improvement in dry compressive strength is greater on soil B, which is mainly composed of kaolinite, than on soil N, which is composed of montmorillonite and chlorite. However, on water resistance (wet compressive strength), it is the soil N that is better. Overall the formulations, those with 4% cement and ovalbumin at a manufacturing density equal to that of the soils alone, comply with the minimum resistance criteria both in the dry and wet state given in the French standard (XP P 13-901, 2001) standard. The surprise of this study is that ovalbumin gives much better mechanical performances and better durability (water resistance) than cement and lime for the same contents.

In terms of hygrothermal performance, we have observed that the addition of binders reduces the hygroscopic capacities of soils. But they remain good according to the Nordtest criterion up to 4% addition of binder. It's worth mentioning that ovalbumin reduces soil hygroscopy much more than other binders. The thermal conductivity measured on mixtures with densities equal to the density of

soils alone does not change. This confirms the observations made in the literature about the correlation between the dry density of materials and their thermal conductivities.

Classical mineralogical analysis techniques (XRD, IR spectroscopy, and TGA) were used in order to explain the mechanisms of the stabilizations. But they only highlighted the well-known mechanisms of the stabilization with mineral binders unlike the ones of ovalbumin for which further investigations are still required.

Key words: Construction materials, unfired earth, water resistance, mechanical strengths, ecofriendly stabilization.

Rapport-Gratuit.com

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

La pression démographique en milieu urbain, s'accompagne d'une demande forte de logements. Sur le plan économique, ceci est plutôt une aubaine pour les professionnels du bâtiment qui voient leur chiffre d'affaire croître au fil des ans. En France, le secteur du bâtiment a connu une croissance de +3,6% en 2018 grâce à une amélioration du marché de l'emploi et à une politique favorable à l'accession à la propriété (FIB and Institut I+C, 2017). Il représentait alors 63% des ventes totales des produits en béton (FIB and Institut I+C, 2017). Le besoin de reconstruction rapide au lendemain de la seconde guerre mondiale a conduit à l'adoption des matériaux comme l'acier et surtout le béton ou la combinaison des deux (béton armé) dont les propriétés se sont très bien prêtées aux attentes de cette époque. La capacité de durcissement en un temps record, les résistances mécaniques élevées, la flexibilité d'un point de vue architectural ainsi que son excellente durabilité ont fait du béton un matériau de référence de la construction. Ainsi, ce matériau est consommé dans quasiment tous les recoins du globe reléguant au second plan des siècles de savoir-faire sur les matériaux locaux (bois, pierre, terre crue, etc...). La formation des acteurs de la construction (architectes, ingénieurs, etc...), les normes et prescriptions de la construction sont aussi essentiellement basées sur les performances et les propriétés de ce matériau.

(Glavind et al., 2009) estime qu'avec près de 10 milliards de tonnes chaque année, le béton est le matériau le plus utilisé dans le monde. Cette importante consommation de béton s'accompagne d'une forte demande en ciment qui en est le constituant essentiel. (Pacheco-Torgal et al., 2011) estiment la consommation mondiale de ciment à près de 6 milliards de tonnes dont environ 50% reviennent aux pays en voie de développement et notent une baisse de la demande dans les pays développés au profit des pays en voie de développement. Ceci traduit le fait que, dans les prochaines décennies, les pays en voie de développement feront face à un défi croissant en matière de construction notamment de logements à cause de leur croissance démographique et les auteurs envisagent le béton comme le principal matériau qu'utiliseront ces pays pour répondre à ce défi. La faible consommation actuelle de ciment par ces pays est due au fait que le coût de sa production n'est pas encore à la portée de la majorité de leur population. D'ailleurs, l'essentiel du ciment consommé dans ces pays est importé depuis des pays développés.

Cependant, la prise de conscience des conséquences de l'activité de l'homme sur le réchauffement climatique amène à questionner tout le modèle de croissance des industries dont le secteur du bâtiment. En effet, (Taylor et al., 2006) estiment à 9-10% la part de la production de ciment dans l'émission globale de CO₂, ce qui représenterait 74-81% de l'émission de CO₂ du béton (Pacheco-Torgal et al., 2011). A cela s'ajoute désormais un épuisement noté de certains constituants de base du béton, en l'occurrence le sable dit constructible. De tout cela, découle les limites du modèle de construction jusque-là promu : celui de tout construire et partout avec du béton de ciment.

A la faveur de ce contexte, un regain d'intérêt est porté sur le développement de matériaux de construction alternatifs respectueux de l'environnement et surtout adaptés au type de construction

et disponibles localement. La terre crue s'érige alors comme un candidat sérieux. Un coup d'œil jeté sur le patrimoine bâti en terre crue montre qu'elle jouit d'une richesse à la fois historique et culturelle qui pourrait inspirer la construction moderne. En effet, le patrimoine bâti et les diverses techniques de construction à travers le monde, comme par exemple les immeubles en terre crue à 8 étages de plusieurs siècles de Shebam/Yémen (Bahobail, 2012), montrent tout le potentiel de ce matériau. Les arguments majeurs de la reconsidération de ce matériau de construction, après près d'un siècle d'abandon dans les pays développés au profit des matériaux cimentaires, sont ses avantages écologiques et socio-économiques ainsi que ses propriétés hygroscopiques. (Minke et al., 2009; Houben et al., 2006; Morton et al., 2008) détaillent toutes ces qualités de la terre crue. D'abord, la spécificité de la terre crue par opposition à la terre cuite est qu'elle nécessite très peu de transformation : il s'agit d'un mélange de base de terre plus ou moins argileuse avec de l'eau et séchée au soleil. L'agglomération des blocs et leur résistance tient de la cohésion de la fraction argileuse qui joue le rôle de liant naturel. Plusieurs modes de fabrication ont été développés au fil des âges : l'adobe, le pisé, la bauge, le torchis et plus récemment les briques de terre comprimée (BTC) ou extrudée, et la terre coulée (béton de terre). La terre utilisable pour la construction est très répandue dans le monde à cause de son mode de formation géologique qui est la dégradation des roches mères. Ceci la rend disponible presque partout et donc accessible aux populations aux revenus modestes. D'ailleurs, (Houben et al., 2006) font remarquer que plus du tiers de la population mondiale habite dans des constructions en terre crue. En outre, dans les pays développés, le secteur des BTP produit des millions de m³ de terres d'excavation dont la gestion est problématique car considérées comme déchets ; pouvoir les revaloriser en matériau de construction serait une solution à double avantage. Enfin, une des qualités les plus promues de la terre crue, est sa capacité hygroscopique. En effet, son aptitude à absorber et rejeter l'humidité de l'air intérieur au gré des fluctuations du microclimat du bâtiment garantit un confort intérieur passif qui permettrait d'économiser de l'énergie.

En dépit de tous ses avantages, le matériau terre crue doit surpasser l'obstacle d'une réglementation limitée, de résistances mécaniques et d'une tenue à l'eau faibles vis-à-vis des matériaux cimentaires pour passer le cap de l'industrialisation (Morton et al., 2008). Sur le plan des résistances mécaniques, bien qu'elles soient de loin inférieures au béton, la stabilisation n'est pas absolument nécessaire pour peu que les choix architecturaux s'adaptent aux limites du matériau. Sur le plan de la durabilité notamment à l'eau, certains auteurs (Minke et al., 2009; Houben et al., 2006) suggèrent également qu'on peut se passer de la stabilisation moyennant des dispositions constructives de protection. Mais, dans une configuration de sinistre à l'eau (inondations, remontées d'eau capillaire, etc...), il semble important dans notre société moderne de garantir la sécurité des habitants en assurant des résistances humides minimales. Ainsi, des études scientifiques ont été menées sur la stabilisation de la terre crue par des liants minéraux (ciment et chaux) pour la plupart (Danso et al., 2015). Mais, l'utilisation de ces liants minéraux dans de fortes proportions peut remettre en question le caractère écologique du matériau (Van Damme et al., 2017). En parallèle, certaines pratiques

traditionnelles, notamment dans les pays en voie de développement, et quelques récentes études scientifiques ont montré que l'utilisation de liants organiques d'origine naturelle pouvait être une alternative plus vertueuse du point de vue environnemental aux liants minéraux (Vissac et al., 2017). Ces produits organiques présentent une très grande diversité et donc un potentiel important d'étude scientifique à l'image de la variété de pratiques selon l'endroit du globe (Anger et al., 2013).

Notre étude a donc pour objectif de proposer une méthode de stabilisation de la terre crue à faible impact environnemental grâce à deux approches. D'une part, nous cherchons à limiter la quantité de liant minéraux, en l'occurrence le ciment et la chaux, au strict nécessaire et de vérifier que la solution ainsi obtenue répond aux critères de durabilité et de performances mécaniques. D'autre part, nous chercherons à identifier des liants organiques potentiels pouvant efficacement stabiliser la terre crue pour la construction. Pour ce faire, nous utiliserons deux types de sol ayant des caractéristiques minéralogiques différentes afin de vérifier l'impact de la nature du sol sur l'efficacité de la stabilisation. Ce travail est mené dans le cadre du projet neOCampus de l'université de Toulouse III-Paul Sabatier. Ce projet, vise à valoriser la recherche menée dans les laboratoires de l'Université en se servant du campus universitaire comme d'un terrain d'expérimentation. Ainsi, nous envisageons de proposer les solutions les plus concluantes de cette étude comme matériaux de rénovation et de construction de bâtiments sur le campus.

Ce manuscrit de thèse est divisé en quatre chapitres et il a une organisation assez classique qui rappelle celle des articles scientifiques. Ainsi, dans le chapitre 1, nous démarrerons comme il se doit par une présentation de l'état de l'art sur la construction en terre crue en orientant surtout notre bibliographie sur les travaux menés sur la stabilisation aux liants minéraux (ciment et chaux) et aux liants organiques. Ceci nous permettra, dans un second temps, de dégager la problématique de notre étude.

Dans le chapitre 2, nous présenterons le contexte expérimental de ce travail de thèse en présentant les matériaux et procédures utilisés dans cette thèse. Tour à tour, nous présenterons les matières premières (sols, liants minéraux et organiques), notre démarche expérimentale et tous les outils et techniques utilisés pour développer, fabriquer et caractériser les matériaux de l'étude.

Les deux chapitres suivants (chapitre 3 et 4) seront consacrés à la présentation des résultats obtenus durant cette thèse. Le chapitre 3 présentera les résultats des essais de caractérisation qui nous permettront de finaliser les formulations des briques de terre crue stabilisées aux liants minéraux ou organiques. Dans un premier temps, les caractéristiques chimique, minéralogique et géotechnique des deux terres utilisées dans la thèse seront présentées. Ensuite, les résultats d'une étude préliminaire réalisée sur un grand nombre de liants organiques potentiels permettront de retenir les liants organiques les plus efficaces pour la suite de l'étude. Enfin, nous nous intéresserons aux résultats des essais Proctor sur les terres stabilisées que nous utiliserons pour formuler les éprouvettes de terre crue stabilisées qui seront caractérisées dans le chapitre suivant.

Le quatrième et dernier chapitre portera sur la présentation des résultats des essais mécaniques, de durabilité et hygrothermiques des matériaux développés. La discussion des résultats portera sur les effets d'un certain nombre de paramètres : la densité sèche de fabrication, la durée de cure humide ainsi que la qualité (ciment, chaux et ovalbumine) et quantité (0, 2 et 4%) de liants utilisés. A l'issue de ce chapitre, une partie d'analyse de la microstructure tentera d'identifier et d'expliquer les mécanismes qui ont lieu dans les mélanges sol et liant.

Enfin, ce manuscrit de thèse se terminera par une conclusion générale de nos travaux et une présentation des nombreuses perspectives possibles.

CHAPITRE I :

Etat de l'art et présentation de la problématique de thèse

SOMMAIRE

CHAPITRE I: ETAT DE L'ART ET PRESENTATION DE LA PROBLEMATIQUE DE THESE.....	17
INTRODUCTION	17
1 REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	18
1.1 Généralités sur la construction en terre crue	18
1.2 Généralités sur les liants.....	25
1.3 Stabilisation de la terre crue pour la construction.....	38
2 PRESENTATION DE LA PROBLEMATIQUE	51
2.1 Quel type de produit de construction en terre crue avec quelle technique ?	51
2.2 Quelles sont les caractéristiques les plus importantes à prendre en compte ?	52
2.3 Est-il nécessaire de stabiliser les briques en terre crue ?	53
2.4 La stabilisation avec les liants minéraux classiques est-elle pertinente ? Si non, quelles sont les alternatives ?.....	54

Chapitre I: Etat de l'art et présentation de la problématique de thèse

Introduction

L'objectif de ce premier chapitre de thèse est de faire l'état de l'art des connaissances sur la stabilisation de la terre crue par des liants minéraux et organiques, en dégagant des pistes sur les possibilités en termes de liants organiques notamment. La première section de ce chapitre sera consacrée à l'étude bibliographique qui sera divisée en quatre parties. Les deux premières parties porteront respectivement sur les généralités des constructions en terre crue et sur la présentation des liants minéraux et organiques utilisés pour la stabilisation des matériaux en terre crue. Puis, la troisième partie abordera les études sur la stabilisation proprement dite de la terre crue par les liants minéraux et organiques dans laquelle nous nous intéresserons aux effets de la stabilisation sur les propriétés d'usage des briques de terre crue en particulier.

A l'issue de cette section dédiée à l'étude bibliographique nous présenterons la problématique de la thèse. L'analyse de l'état de l'art qui nous a conduits aux choix faits au démarrage de la thèse sera présentée sous la forme d'une série de questions (dont certaines sont parfois polémiques) que nous discuterons et qui nous permettront de justifier et de présenter les grandes orientations de notre travail de thèse.

1 Revue bibliographique

1.1 Généralités sur la construction en terre crue

1.1.1 Les intérêts de la construction en terre crue

On peut dénombrer trois avantages principaux de la construction en terre crue.

Sur le plan socio-économique, l'un des premiers avantages de ce type de construction est le fait que le matériau de base soit largement disponible et le plus souvent immédiatement à la portée des utilisateurs. En effet, de par leur origine géologique, les sols constructibles sont en général à la surface juste en dessous des terres dites végétales épaisses de quelques dizaines de centimètres. Ce processus géologique est retrouvé sur une large partie du globe. Aussi, avant l'essor et l'expansion des matériaux modernes tels que le béton et l'acier, chaque région du monde jouissait d'une longue histoire de construction vernaculaire. Le patrimoine bâti ancien et les vestiges archéologiques en sont les témoins intemporels. Grâce à sa large disponibilité, le matériau terre crue se retrouve dans la culture constructive de diverses régions du monde. En 2011, on estimait à environ 10% la part de constructions en terre crue sur le patrimoine mondial (UNESCO Centre du patrimoine, n.d.). Ainsi, la construction en terre crue fait partie de l'identité culturelle de certaines régions du monde comme le sud-ouest de la France (Ruefly et al., 2017), Tombouctou au Mali, voire de certains pays comme le Yémen (Minke, 2009). Outre l'intérêt de la continuité culturelle, la construction terre crue peut être une réponse pertinente à la problématique de logement. En effet, le coût de production et de transport des matériaux de construction modernes, en l'occurrence le béton, les rend inaccessibles aux populations des pays en voie de développement. Aussi, la réalisation d'ouvrages et de bâtiments dans les pays développés donne lieu à l'excavation et à la mise en décharge de millions de m³ de terre qui aurait pu être valorisée en matériau de construction.

L'aspect environnemental de la construction en terre crue est l'un de ses avantages les plus promus dans le contexte actuel de lutte contre le réchauffement climatique. Le matériau terre crue a un impact environnemental qui repose essentiellement sur l'énergie nécessaire à son extraction, à son transport et à sa mise en œuvre pour ses formes les plus industrielles. L'impact environnemental lié au transport est d'autant limité de par le principe que le matériau est disponible à proximité du site de construction. Très peu transformé, il est également recyclable quasiment à l'infini.








Enfin, un certain nombre de propriétés intrinsèques du matériau terre crue longtemps mises à profit dans les constructions anciennes suscitent de nos jours un intérêt particulier pour les acteurs du bâtiment. Grâce à ses capacités hygroscopiques, le matériau terre crue est capable de réguler naturellement l'humidité de l'air et par suite la température à l'intérieur du bâtiment. D'abord, l'ajustement naturel de l'humidité intérieure limite les risques de pathologies liées à une condensation prolongée telles que l'apparition de moisissures et de maladies respiratoires pour les habitants (Minke et al., 2009). Aussi, l'inertie thermique qui en découle permettrait de réduire les coûts énergétiques de chauffage et de climatisation des maisons selon le climat de la région.

1.1.2 Les techniques de construction

Il existe diverses techniques de construction en terre crue. Dans certains cas, la terre est amendée de fibres essentiellement végétales pour limiter les fissurations de retrait ou augmenter ses propriétés isolantes. Nous pouvons distinguer les parois monolithiques et celles faites à base de briques. Les techniques les plus connues sont consignées dans le Tableau I-1 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

Tableau I-1 : Tableau récapitulatif des techniques de construction en terre crue

Technique	Description	Illustration
<p>Adobe (Houben et al., 2006)</p>	<p>Briques de terre moulées à la main et séchées au soleil. Le matériau a une consistance visqueuse. Des fibres végétales ou animales sont parfois ajoutées au mélange.</p>	
<p>Pisé (Houben et al., 2006)</p>	<p>Murs de terre compactée par couches dans des banches. Le matériau a une consistance ferme.</p>	
<p>Brique de Terre Comprimée (BTC) (Houben et al., 2006)</p>	<p>Briques le plus souvent parallélépipédiques de terre obtenues par compaction mécanique. Elles sont souvent stabilisées par du ciment ou de la chaux. Le matériau a une consistance ferme.</p>	
<p>Torchis/terre paille (Houben et al., 2006)</p>	<p>Parois à structure en bois sur laquelle est appliqué un mélange de terre et de fibres végétales telles que la paille.</p>	

Technique	Description	Illustration
Bauge (Houben et al., 2006)	Mur monolithique à base de terre (avec ajout de fibres ou non). Elle est montée en posant successivement des couches du mélange sur des couches inférieures sèches. Les parois des couches encore fraîches sont arasées pour avoir un aspect lisse.	 
Façonnage (Houben et al., 2006)	Parois monolithiques en terre façonnée à la main comme en poterie.	 
Extrusion	Procédé mécanique préalable à la cuisson des briques. La pâte de terre est mise sous vide pour une compacité maximale, puis extrudée aux travers d'une filière qui lui confère la forme de sa section transversale. Elle est enfin découpée en briques régulières.	 
La terre coulée (Moevus et al., 2013)	Le mélange de terre et d'eau d'une consistance liquide est coulé dans un coffrage comme on peut le faire pour un béton hydraulique. Cette technique nécessite l'ajout de liants et/ou d'adjuvants.	

Les BTC, les briques extrudées et le pisé sont les techniques adoptées par la construction moderne en terre crue. Cela peut s'expliquer par leur caractère mécanisable et standardisable. Aussi, la terre coulée est une technique en phase d'étude. Si cette technique a l'avantage de bénéficier des techniques de mise œuvre déjà existantes du béton, le défi majeur est la réduction du temps de séchage pour de bonnes cadences de mise en œuvre ainsi que la réduction des impacts environnementaux de cette technique liés à sa composition (quantités importantes de liants et utilisation d'adjuvants (fluidifiants) (Pinel, 2017).

En plus de ces éléments de structure, il y a l'utilisation de la terre crue comme matériau de finition. A l'intérieur ou à l'extérieur, les enduits en terre crue jouent un rôle essentiellement esthétique. Placés à l'intérieur d'un bâtiment, ils amélioreront grandement le confort hygrothermique grâce aux

fortes capacités de régulation hygroscopique de la terre. Le projet ANR BIOTERRA qui s'est terminé en 2018 a d'ailleurs démontré que l'épaisseur active de ces enduits est inférieure ou égale à 2 cm (McGregor et al., 2017).

Si dans la plupart des cas la construction est faite avec la terre disponible dans les environs du chantier, une sélection locale est tout de même réalisée selon les caractéristiques du matériau et leur compatibilité avec le type de construction.

1.1.3 Le matériau terre crue

➤ Formation géologique

Les sols sont des matériaux meubles issus de l'altération profonde des roches. Les interactions physiques (variations climatiques), chimiques (dissolution par l'eau) et biologiques (racines des plantes et actions de micro-organismes) avec la roche mère au fil de plusieurs milliers d'années aboutissent à la formation d'une couche géologique superficielle qui se décline en plusieurs sous-couches pédologiques (Cf. Figure I-1).

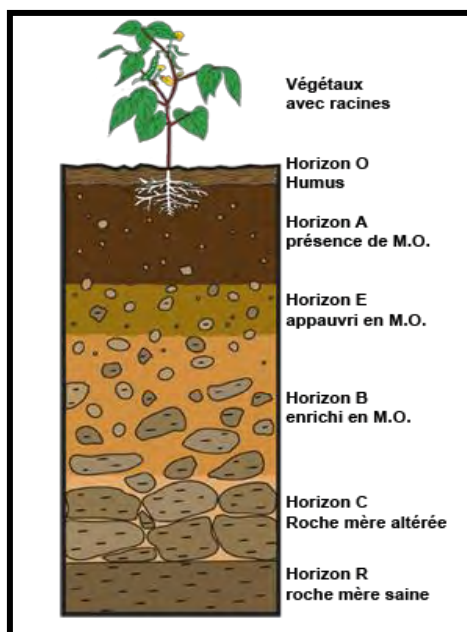


Figure I-1 : Les différents horizons d'un sol (Descroix, n.d.)

Proche de la surface, on distingue les horizons O et A qui sont riches en matières organiques utiles au développement des plantes. Les couches comportant très peu de matières organiques (Horizons E à C) sont plus appropriées pour la construction. Essentiellement minérale, cette partie du sol est un mélange d'argile, de limon, de sable et, accessoirement, de gravier.

➤ La composition granulométrique de la terre crue

La Figure I-2 représente les différents types de sol selon la distribution massique des grains qui le composent.

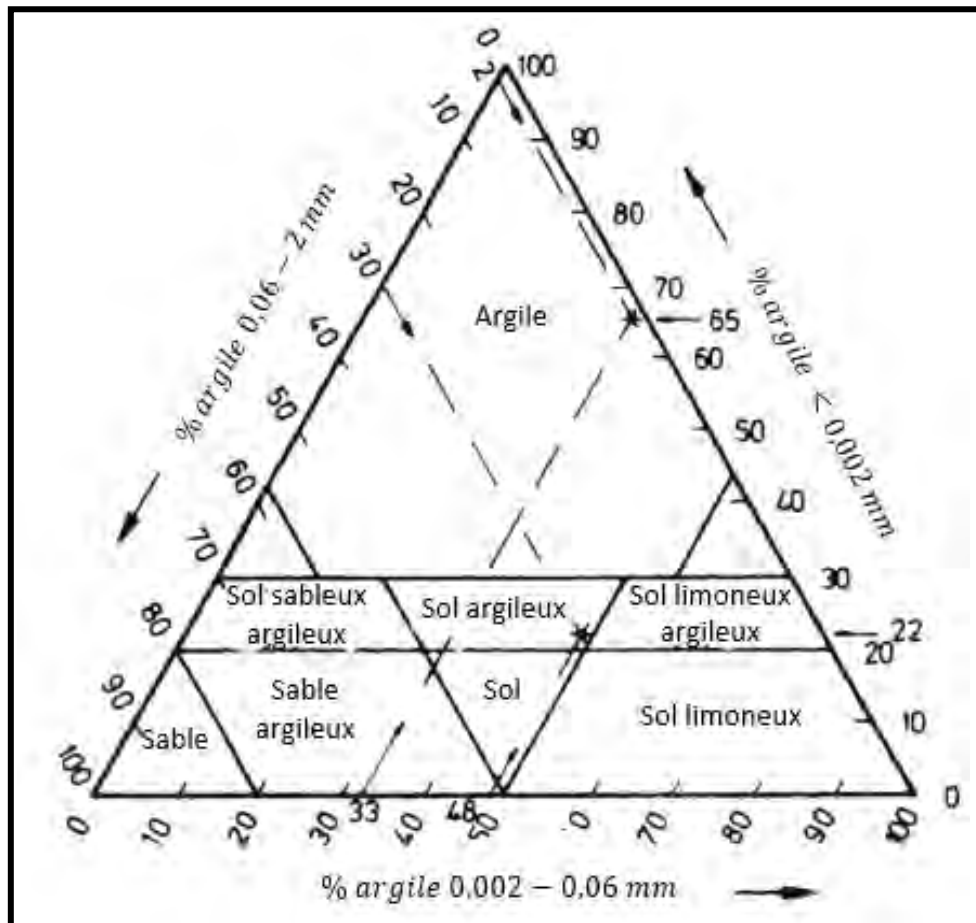


Figure I-2 : Représentation de différents types de sols sur un diagramme ternaire (Voth 1978 cité par (Minke et al., 2009))

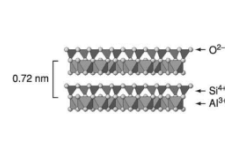
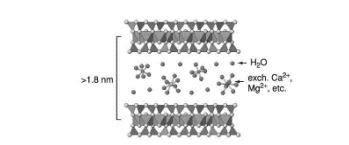
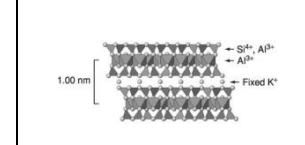
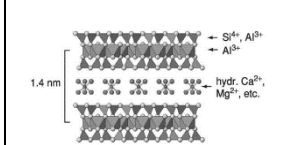
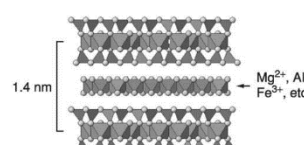
La fraction argileuse est un constituant essentiel dans les sols utilisés pour la construction. Elle lui confère sa cohésion. En présence d'eau, la fraction argileuse forme une pâte qui agglomère les autres grains et forme un bloc cohérent après séchage. Le comportement du sol vis-à-vis de l'eau dépend de la proportion de sa fraction argileuse et de la nature minéralogique du ou des argiles qu'il contient.

➤ Les argiles

On distingue la notion d'argile « granulométrique » de celle d'argile « minéralogique » : dans le premier cas, le terme « argile » désigne la fraction du sol dont les grains sont de diamètre $< 2\mu\text{m}$ quelque soit leur nature chimique ou minéralogique alors que dans le second cas, il est question d'espèce minéralogique caractéristique des argiles. Ainsi, les argiles (dans le sens minéralogique du terme) font partie, avec les micas, de la famille des phyllosilicates (silicates en feuillets) produits lors de la dégradation des minéraux des roches mères (feldspaths notamment).

Il existe un grand nombre de type d'argiles, mais les cinq minéraux argileux les plus courants sont présentés dans le Tableau I-2.

Tableau I-2 : Caractéristiques des minéraux argileux les plus courants

Caractéristiques	Minéraux principaux d'argile					Ref.
	Kaolinite	Montmorillonite	Illite	Vermiculites	Chlorites	
Formule générale	$(Si_2)(Al_2)O_5(OH)_4$	$(Si_4)(Al_{2-x}R_x^{2+})O_{10}(OH)_2CE_xnH_2O$	$(Si_{4-x}Al_x)(Al_2)O_{10}(OH)_2K_x$	$(Si_{4-x}Al_x)(R_y^{3+}R_{3-y}^{2+})O_{10}(OH)_2CE_x$	$(Si_{4-x}Al_x)(R_3^{2+})O_{10}(OH)_2(R_x^{3+}, R_{3-x}^{2+})(OH)$	(Voïnovitch, 1971)
Structure et épaisseur du feuillet						(Mitchell, 2005)
Surface spécifique (m ² /g) BET	≈ 20	≈ 80	≈ 115	-	80	(Voïnovitch, 1971) Et (Gras, 1988)
Capacité d'Echange de Base (CEB)	5 – 20 moy. 10	80 – 200 moy. 100	moy. 30	-	10-40	
Indice de plasticité	1 – 40 moy. 15	300 – 600 pour les Mtes Li ⁺ et Na ⁺ 75 – 125 pour les Mtes Ca ²⁺	moy. 20 – 50	-	-	
Gonflement	Non gonflante	Très gonflante (forte variation selon la nature des ions échangeables)	Pas ou moyennement gonflante	Gonflantes, (pour les plus fréquentes)	Deux groupes : chlorites vraies (non gonflantes), et chlorites gonflantes.	
Thixotropie	Faible	Très forte	Faible	-	-	

➤ Classifications des sols

Plusieurs classifications des sols existent et s'appuient essentiellement sur les résultats d'essais géotechniques. L'analyse granulométrique (NF P94-041, 1995, p. 94; NF P94-057, 1992, p. 94), les limites d'Atterberg (NF P94-051, 1993) et la valeur au bleu de méthylène du sol (VBS) (NF P94-068, 1993) sont les essais géotechniques sur lesquels se basent la plupart des classifications. Les classifications les plus rencontrées sont :

- Le "American Association of State Highways and Transportation Officials (AASHTO)"
- Le « Unified Soil Classification System (USCS) » équivalente à celle du laboratoire des Ponts chaussées (LPC),
- La classification du Guide des travaux Routiers (GTR).

La construction en terre s'appuie sur ces classifications développées pour des applications routières afin de proposer des recommandations de sols convenables aux différents types de construction. Ainsi, la norme (XP P 13-901, 2001) recommande pour la réalisation des BTC, des sols dont les caractéristiques sont inscrites respectivement dans les fuseaux des Figure I-3 et Figure I-4.

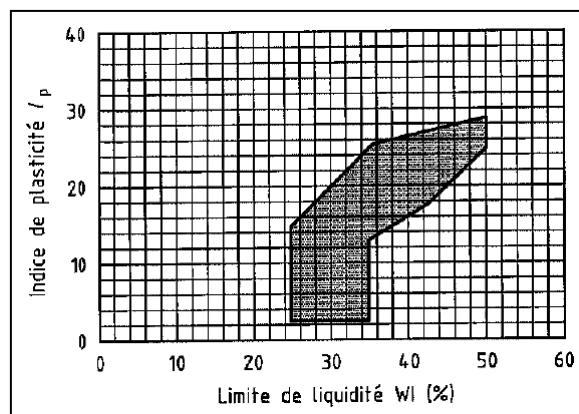


Figure I-3 : Diagramme de plasticité des sols

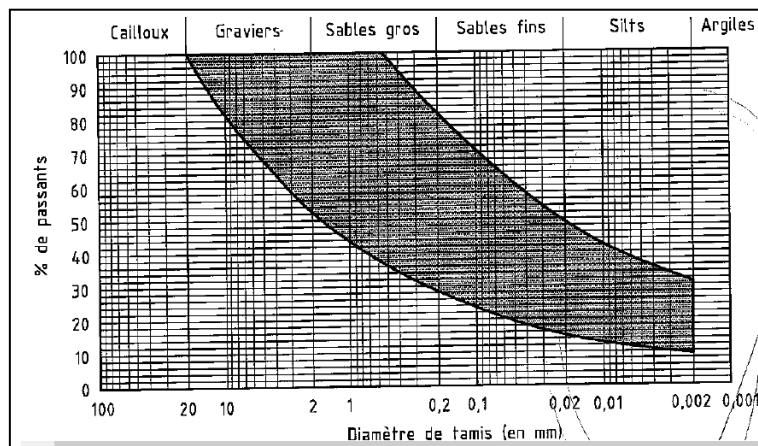


Figure I-4 : diagramme de granularité des sols

Dans la pratique, les constructions en terre se font avec les sols disponibles à proximité des chantiers. De ce fait, tous les sols immédiatement disponibles ne rentrent pas toujours dans le cadre de ces recommandations (Aubert et al., 2015a).

1.2 Généralités sur les liants

1.2.1 Les liants minéraux

On regroupe sous le terme « liants minéraux » toutes les substances, généralement sous forme de poudre, composées de matière minérale et qui, en présence de solvant (en l'occurrence l'eau), réagissent pour former une pâte qui durcit par divers mécanismes en agglomérant des grains afin de former un bloc solide et pérenne. Les liants minéraux sont pour la plupart artificiels (seules les pouzzolanes naturelles échappent à cela mais n'ont un effet liant qu'en présence de chaux, elle-même artificielle). Les liants les plus couramment utilisés dans la construction en terre crue sont les ciments et les chaux. Quelques sous-produits industriels peuvent aussi être utilisés en addition ou en substitution partielle dans ces deux types de liants.

➤ Les ciments

Il existe plusieurs types de ciment selon leur composition. Les ciments Portland normalisés sont à base de clinker, d'autres constituants (d'origine naturelle ou de sous-produits industriels) et de sulfate de calcium ajouté pour réguler la prise du ciment. Le clinker est obtenu par cuisson à 1450°C d'un mélange d'argile et de calcaire. Il contient des minéraux anhydres hydrauliques qui, en présence d'eau, produisent des hydrates responsables de la prise et du durcissement de ce liant. Le durcissement pouvant se faire sous l'eau, on parle de liant hydraulique (NF EN 197-1, 2012).

Le béton de ciment est le matériau de construction le plus utilisé dans le monde (Torgal et al., 2011). La production mondiale de ciment a été estimée à environ 4100 millions de tonnes en 2018 selon une étude du United States' Geological Survey (USGS) (Curry, n.d.). Selon (Gartner, 2004), la production d'une tonne de ciment est à l'origine de l'émission de 0,94 tonnes de gaz carbonique (CO₂), dont 0,55 tonnes par réaction chimique, et 0,39 tonnes par le combustible de cuisson. Notons que la part d'émission de CO₂ du transport n'est pas comptabilisée pour cause d'absence de données pertinentes. L'émission totale de CO₂ du clinker peut donc être estimée à une tonne pour une tonne de clinker. Néanmoins, le recours aux ciments composés permet de réduire cet impact.

➤ Les chaux

A l'instar du ciment, on distingue plusieurs types de chaux. La chaux est obtenue par calcination de certains minéraux comme la calcite (CaCO₃), la dolomite (CaMg(CO₃)₂) et la magnésite ou carbonate de magnésium (MgCO₃) plus ou moins pure. La température nécessaire à la calcination complète est respectivement de 898°C pour les carbonates de calcium et de 402°C à 480°C pour les carbonates de magnésium (Crump, 2000).

Il existe ainsi plusieurs types de chaux dont la définition fait l'objet d'une norme et est évolutive (Cf. Figure I-5). Notons que la différence entre certains types de chaux (FL et HL) reste un peu floue si on s'en tient aux définitions données dans la norme.

La production mondiale de chaux est estimée à 350 millions de tonnes en 2017 (International Lime Association, 2018). (Maskell et al., 2014) évalue l'empreinte carbone due à la chaux à 0,78 tonnes d'équivalent CO₂ pour une tonne de chaux.

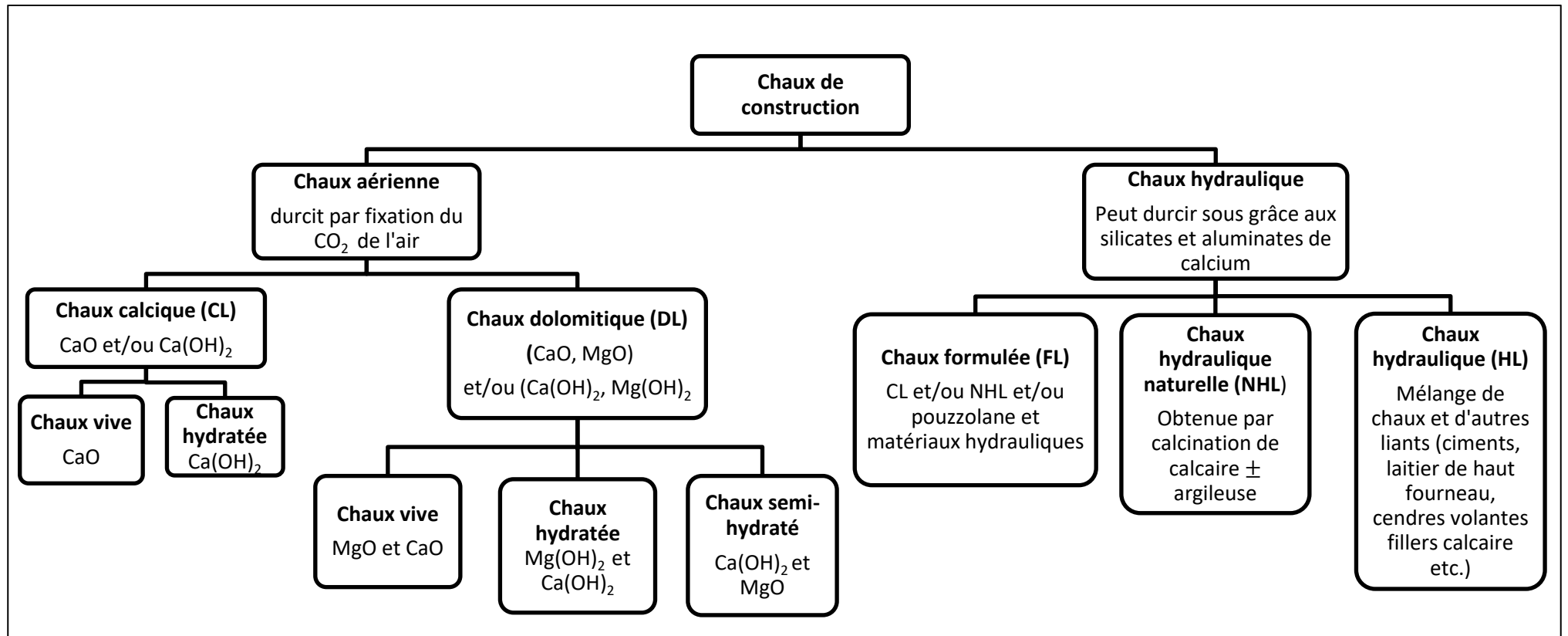


Figure I-5 : Les différents types de chaux utilisée dans la construction (NF EN 459-1, 2015, p. 459)

➤ Autres liants minéraux

Ces derniers sont en général des liants alternatifs (géopolymères, gypse, cendres volcaniques) ou des sous-produits de diverses industries (laitier de haut fourneau, cendres volantes, cendres de bagasse de canne à sucre ou cendres de bagasse de riz).

1.2.2 Les liants organiques

Dans cette partie, on s'intéresse aux liants organiques naturels en opposition aux polymères organiques synthétiques et aux résidus du pétrole. Le rapport de Paterre+ pnrcc 2013 (Anger et al., 2013) fait un inventaire des produits organiques utilisés pour la stabilisation de terre. Ce rapport a été rédigé sur la base de plusieurs documents et témoignages recueillis à travers le monde. Le point commun des produits présentés dans ce rapport est qu'ils sont tous d'origines animale et végétale, et sont des sous-produits des activités agro-alimentaires de l'homme.

1.2.2.1 Généralité sur les polymères organiques naturels

Les polymères sont de grosses chaînes de molécules constituées de maillons élémentaires appelés monomères. Les polymères organiques ont un certain nombre de propriétés caractéristiques. Ils ont des masses molaires pouvant atteindre plusieurs millions de g/mol. Leur conformation, qui est leur configuration spatiale, varie selon les conditions du milieu (température, pH, potentiel ionique). La longueur de persistance (L_p), fonction du degré de polymérisation (D_p), est la longueur au-delà de laquelle la rigidité d'un maillon ne détermine pas l'orientation des maillons voisins. Les polymères ioniques sont dits polyélectrolytes car ils comportent à la fois des charges négatives et positives à cause des diverses fonctions présentes sur leur chaîne. Le pH auquel les charges s'équilibrent est dit potentiel isoélectrique (PIE). Ces caractéristiques vont définir la nature des interactions des différents types de polymères avec les autres particules.

Les liants organiques sont des polymères organiques naturels pouvant être répartis en quatre grandes familles de molécules.

1.2.2.2 Les polysaccharides

Les polysaccharides sont des polymères de sucres dont les monomères sont des monosaccharides ou oses (glucose, galactose...). Les sucres ou glucides sont des molécules polyhydroxylées (-OH) ayant une fonction carbonyle (C=O). On distingue les aldoses et les cétooses qui sont schématiquement présentés dans la Figure I-6 (Lubin-Germain et al., 2016).

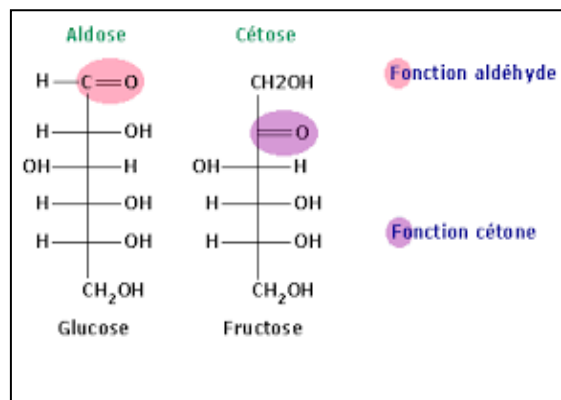


Figure I-6 : Représentation schématique de deux chaînes de molécules d'aldose et de cétose (Lubin-Germain et al., 2016)

Il existe une très grande variété de polysaccharides qui peuvent être regroupés en sous familles selon leur source.

➤ Les amidons

Les amidons sont l'une des plus importantes matières organiques disponibles dans le monde végétal et ils constituent une réserve nutritionnelle des organismes. L'amylose et l'amylopectine sont les deux chaînes de molécules constitutives des amidons. L'amylose est un polymère de glucose essentiellement linéaire, constitué de chaînes de liaisons α (1 – 4) de glucose, et l'amylopectine présente une chaîne principale de liaisons α (1 – 4) et des ramifications de liaisons α (1 – 6) (Figure I-7).

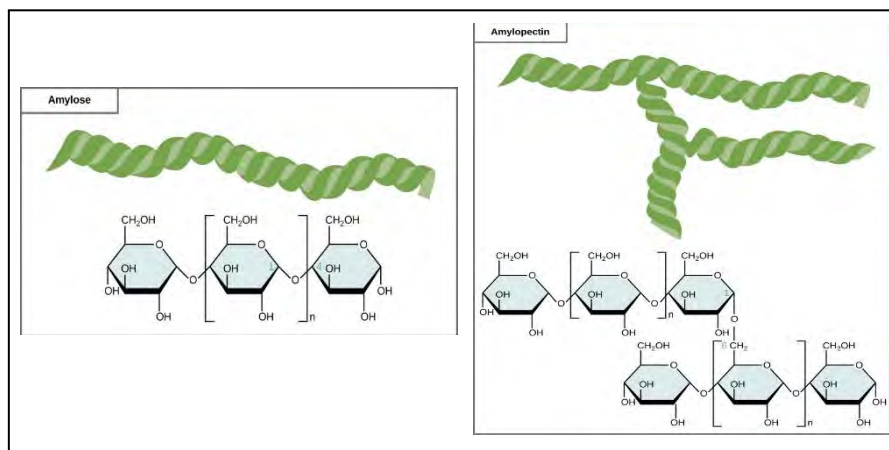


Figure I-7 : Structures de l'amylose et de l'amylopectine

En milieu hydraté, les amidons gélifient à des températures $> 60^{\circ}\text{C}$. L'empois obtenu à l'issue de ce processus irréversible présente des propriétés fortement modifiées. La gélification dépend de la teneur en eau et des proportions respectives d'amylose et d'amylopectine (Cf. Figure I-8).

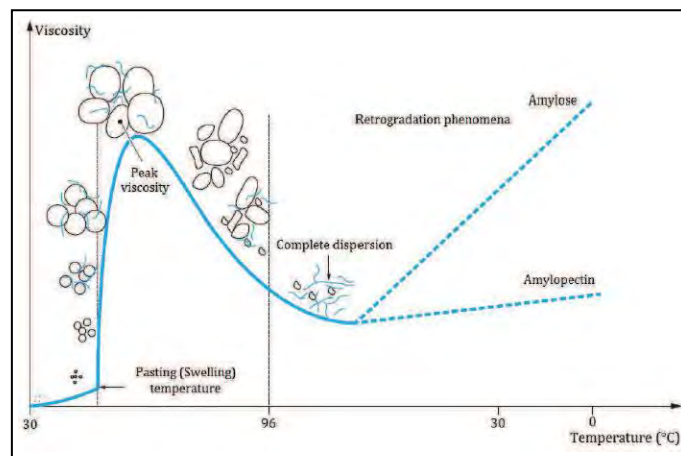


Figure I-8 : Comportement d'un amidon lors de la cuisson et du refroidissement (Bahrani, 2012)

Les proportions respectives d'amylose et d'amylopectine dépendent des espèces végétales (Cf. Tableau I-3).

Tableau I-3 : Pourcentages d'amylose et d'amylopectine des amidons de différentes plantes ("La chimie de l'amidon - L'Actualité Chimique," n.d.)

Plantes	Amylose (%)	Amylopectine (%)	Point de gélification (°C)
Maïs standard	28	72	72-73
Maïs waxy	1	99	72-73
Amylomaïs	52-80	48-20	Indéterminé
Blé	26	74	68-70
Pomme de terre	23	77	64-66
Manioc	17	83	64-66

On estime à 60 millions de tonnes la production d'amidon en 2010, avec une progression annuelle de 4% ("Amidon - Société Chimique de France," n.d.). Plus de 40% sont utilisés dans l'agro-alimentaire et le reste est utilisé dans d'autres industries comme la pharmacie, la papeterie, etc... On distingue les amidons natifs de ceux transformés pour des applications spécifiques ("La chimie de l'amidon - L'Actualité Chimique," n.d.).

➤ Les extraits d'algues

Les algues sont des végétaux inférieurs pourvus de chlorophylle et essentiellement aquatiques. Elles font parties de la famille des thallophytes car dépourvues de tissus conducteurs. Selon leurs pigments surnuméraires, on distingue les algues bleues (ou cyanophycées), les algues vertes (ou chlorophycées), les algues rouges (ou rhodophycées) et les algues brunes (ou phéophycées) (Quero, 1992). Grâce à leurs propriétés spécifiques, certains extraits de ces algues trouvent des

applications industrielles dans divers secteurs d'activités. Entre autres, on s'en sert en médecine pour le moulage des prothèses dentaires, ou en art pour le moulage des formes.

L'alginate est un polysaccharide extrait des algues brunes sous forme d'acide alginique par dilution dans un acide. On le retrouve aussi sous forme de sel d'alginate le plus souvent en sodium d'alginate. Les chaînes du polymère d'alginate sont constituées d'une succession de α -L-gulonique (G) et de β -D-mannuronique (M) qui sont ses monomères de base (Figure I-9).

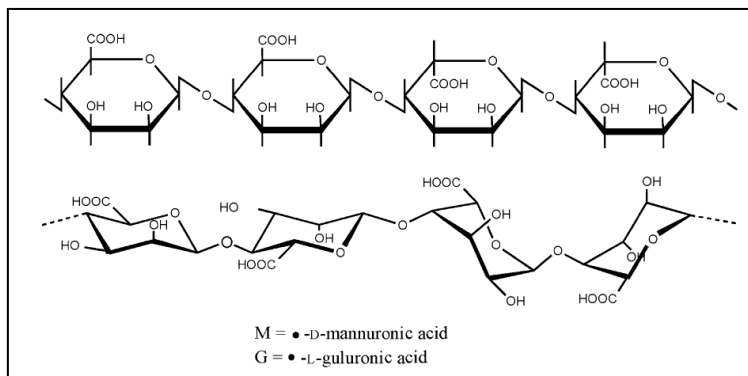


Figure I-9 : Illustration de la configuration d'un polymère d'alginate (Andersen et al., 2011)

En présence de cations bivalents, notamment d'ions calcium, l'alginate gélifie par chélation des cations et les chaînes de polymères forment une configuration dites en « boîte à œufs » (Figure I-10).

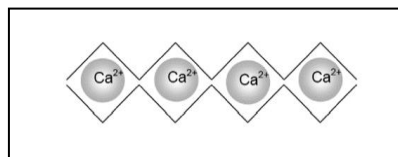


Figure I-10 : Chélation des ions calcium par les polymères d'alginate (Andersen et al., 2011)

Ce phénomène est plus important pour des alginates avec une fraction guluronique (F_G) élevée. Le Tableau I-4 donne les compositions chimiques des alginates selon les espèces d'algues brunes.

Tableau I-4 : Compositions chimiques des alginates selon les espèces d'algues brunes adapté de (Andersen et al., 2011).

Espèce	F_G	F_M	Espèce	F_G	F_M
Durvillea antarctica	0,32	0,68	Laminaria digitata	0,41	0,59
Laminaria japonica	0,35	0,65	Macrocystis pyrifera	0,42	0,58
Acophyllum nodosum	0,39	0,61	Laminaria hyperborea (feuille)	0,49	0,51
Lessonia nigrescens	0,41	0,59	Laminaria hyperborea (tige)	0,63	0,37

L'alginate connaît plusieurs applications notamment en tant qu'épaississant dans l'agroalimentaire, comme support d'empreintes pour la fabrication de prothèses dentaires ou comme dispersant dans l'industrie de la céramique.

L'agar agar et le carraghénane sont d'autres biopolymères extraits des algues rouges. Leur propriété de gélification est également utilisée dans divers domaines d'application dont l'agroalimentaire et le traitement des eaux (Srinivasan, 2013).

➤ La cellulose et la lignine

La cellulose et la lignine sont les constituants principaux du bois et représentent 70% de la biomasse. Contrairement à la cellulose, la lignine n'est pas un polysaccharide mais sa présence quasi systématique avec la cellulose dans les végétaux supérieurs conduit à la considérer. A l'état naturel, les macromolécules de cellulose se rassemblent en un amas de fibres, enveloppées par une couche d'hémicellulose puis de lignine, la lignine assurant la rigidité des fibres. La cellulose est donc indisponible pour interagir avec d'autres particules sauf en cas de décomposition en l'occurrence par fermentation. L'utilisation de la cellulose pour la stabilisation de la terre se fait soit par l'ajout de paille ou de balle de riz, soit par l'ajout d'excréments d'animaux domestiques notamment la bouse de vache que l'on laisse fermenter en milieu humide avant la mise en œuvre. Dans ce cas, on y retrouve les différentes phases telles que les fibres de cellulose liées, la lignine et les sucres produits par la fermentation (Anger et al., 2013).

On note également la présence dans les déjections animales d'autres substances non végétales : des traces de fourrure animales, des microorganismes (champignons, levures, bactéries) et quelques éléments chimiques (cf. Tableau I-5).

Tableau I-5 : Pourcentage en masse sèche d'éléments chimiques présents dans les déjections d'herbivores domestiques

Référence	(Bloor et al., 2012)					(JEAN-DAMIEN, 2004)	
	N	P	K	Ca	Mg	Na	Mn
Bovin/Ovin	2-2,8	0,4-1,6	0,4-1,9	1,2-2,5	1,2-2,5	0,38	0,026
Equin	2,1	0,9-1,1	0,2-0,3	1,1-1,3	0,2-0,3	-	-

La présence de toutes ces substances présage un milieu complexe et divers modes d'actions dans le cadre de la stabilisation aux excréments d'animaux.

➤ Autres liants polysaccharides

L'utilisation de ces produits pour la stabilisation des sols est peu courante ou spécifique à une région. Les gommages naturelles sont pour la plupart des sécrétions des plantes pour cicatriser leurs plaies à l'exception de la gomme Xanthane qui est produite par la bactérie *Xanthomonas Campestris*. Riches en polysaccharides, ces gommages ont une propriété épaississante qui est exploitée pour la stabilisation des enduits en terre crue et aussi dans diverses applications. La gomme arabe produite par les fabacées (acacias) est très répandue en Afrique de l'Ouest (Anger et al., 2013).

Les jus de végétaux gélatineux sont des liquides visqueux obtenus en trempant les parties de certaines plantes dans l'eau. Ainsi, les feuilles et tiges de du bananier, les agaves, le cactus, l'aloès trouvent une utilisation plus répandue sur le continent américain tandis que les eaux gluantes produites par la trempe de tiges écorces ou racines de certaines plantes (liane) sont plus employées en Afrique de l'Ouest (en particulier au Ghana). Le liquide épais ainsi obtenu améliore la résistance au retrait des enduits en terre (Anger et al., 2013).

Enfin, on note l'utilisation de certains polysaccharides d'origine animale. Le chitosan (ou chitosane) est un dérivé de la chitine qui constitue le deuxième biopolymère le plus abondant dans la nature après la cellulose (Kolypczuk, 2010). Coproduit de l'industrie des crustacées et céphalopodes, le chitosan est obtenu par désacétylation de la chitine issue des carapaces des crevettes et autres crustacées (Figure I-11).

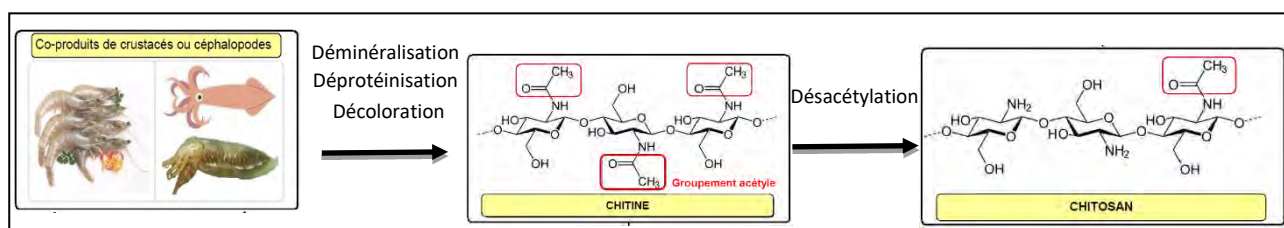


Figure I-11 : Processus d'extraction du chitosan adapté de (Kolypczuk, 2010)

Contrairement à la chitine, le chitosan est soluble dans l'eau pour des pH < 6,5. Le chitosan trouve beaucoup d'application notamment dans le traitement des eaux, en cosmétique, en médecine, en papeterie, etc... Toutefois, sa production est plutôt répandue en Asie (Inde, Chine) où l'activité de transformation des crustacées est importante.

1.2.2.3 Les protéines

Les protéines sont des chaînes complexes de peptides qui sont une association d'acides aminés reliés entre eux par des liaisons caractéristiques dites peptidiques (ou amides). Les acides aminés qui sont au nombre de 20 à 25 se caractérisent par la présence d'un groupe carboxylique (-COOH), d'un groupe amine (NH₃⁺), d'un atome d'hydrogène (H) et d'un groupe distinct (R) (Cf. Figure I-12).

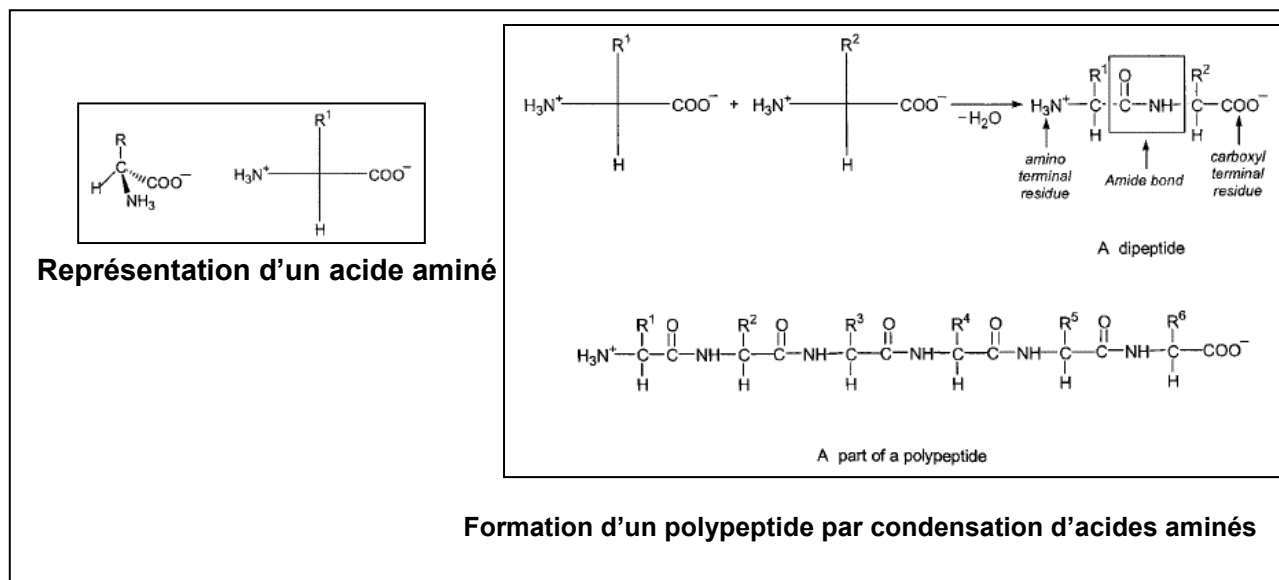


Figure I-12 : Représentation des unités élémentaires d'une chaîne de protéine (Chandrasekhar, 2005)

En raison des deux fonctions $-NH_2$ et $-COOH$, les molécules de protéine ont un comportement amphotère, c'est-à-dire que les charges à leur surface dépendent du pH du milieu.

Selon la forme des particules, on distingue les protéines fibreuses (collagène, myosine, kératine etc.) et celles globulaires (enzymes, hormones, ovalbumine, hémoglobine, etc...). Les protéines fibreuses ne sont pas solubles dans l'eau tandis que celles globulaires le sont (Ravve, 2012).

Dans le cadre de la stabilisation de la terre crue, on retrouve l'utilisation de la caséine, de l'ovalbumine, de l'albumine du sang d'animaux ou du gluten.

➤ La caséine

Protéine principale du lait, la caséine fait partie des phosphoprotéines à cause de son rôle biologique qui est le transport du phosphate pour la croissance des os. Elle est extraite du lait par précipitation. Selon le mode d'extraction, on distingue la caséine acide et la caséine présure.

Lorsque le pH du lait atteint 4,7 (PIE de la caséine), soit par fermentation lactique ou soit par ajout d'un acide quelconque, la caséine précipite. Il s'agit de la caséine acide qui est soluble dans les acides et les alcalis, mais gonfle seulement dans l'eau sans s'y dissoudre. L'ajout dans le lait de la présure (enzyme gastrique des jeunes mammifères) permet l'obtention de la paracasinatate de calcium et des phosphates de calcium. Cette caséine, dite caséine présure, n'est soluble que dans les acides (Brigando, 1941).

Du point de vue chimique, on distingue également plusieurs caséines. Les principales molécules de la caséine sont les caséines α_{s1} , α_{s2} , κ et β . Les molécules de caséine sont amphiphiles c'est-à-dire qu'elles ont à la fois un pôle hydrophile et une partie hydrophobe. La caséine α_{s2} , qui représente 15% des caséines, est la plus hydrophile, alors que la caséine β (plus 33% des caséines) est la

plus hydrophobe (Anger et al., 2013). Grâce à cette propriété, les caséines s'agglutinent en micelles (Figure I-13) comme des tensioactifs.

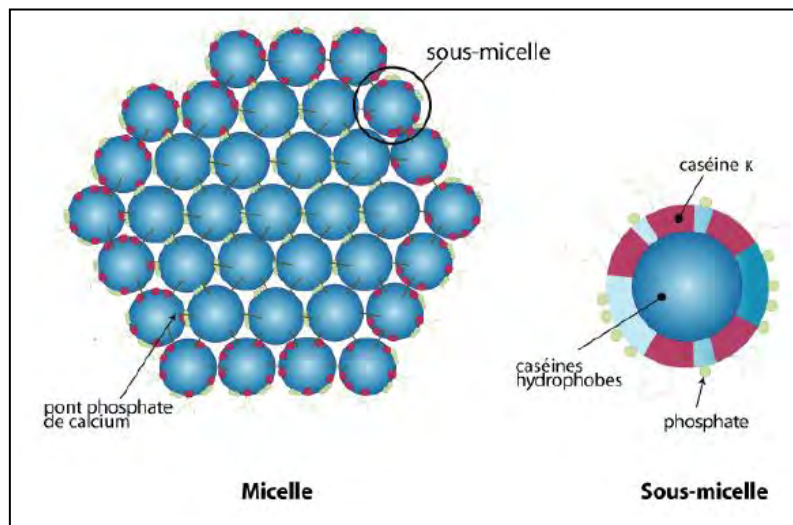


Figure I-13 : Représentation de micelles de caséines selon Bouquelet 2008 cité par (Anger et al., 2013)

La caséine est utilisée pour la fabrication de peintures à eau, de papier couché, de plastiques ininflammables, de fibres textiles, de produits pharmaceutiques, etc... (Génin, 1958). La colle industrielle à base de caséine s'obtient en ajoutant un alcali dans de la caséine préalablement délayée dans l'eau (Beau, 1941).

En 2015, la production du lait s'élevait à plus de 25 milliards de litres. 30% sont utilisés pour la fabrication de produits intermédiaires dont la caséine et ses dérivés. En équivalent masse sèche utile du lait, la production de caséine et de caséinate représente 2,1% ("L'économie laitière en France," 2010).

➤ L'ovalbumine et l'albumine du sang

L'albumine est une protéine soluble dans l'eau que l'on retrouve dans le sérum du sang animal ou dans le blanc d'œuf (ovalbumine) (Roton, n.d.). L'ovalbumine représente 50% des protéines du blanc d'œuf. C'est une phosphoprotéine globulaire dont la moitié des acides aminés sont hydrophobes. On retrouve également dans le blanc d'œuf, d'autres protéines comme l'ovotransferrine (13% des protéines du blanc d'œuf) et l'ovomucoïde. Les protéines du blanc d'œuf, dont l'ovalbumine, sont réputées être très tensioactives et sont de ce fait utilisées dans diverses industries pour la formation de mousses stables (Phillips, 2009).

En 2004, on estime à 250 000 tonnes en équivalent liquide dont 8 000 tonnes sous forme déshydratée, la production d'ovoproduits à base d'œuf de poule. Ces coproduits sont principalement utilisés dans l'industrie de confiserie de pâtisserie et de biscuiterie et aussi en cosmétique.

➤ Les protéines végétales

Les protéines végétales sont très variées et on les retrouve essentiellement dans les graines légumineuses (petit pois, soja, arachide, etc...), les céréales (blé, maïs, avoine, etc...) et les graines oléagineuses (graines de cotonnier, graines de tournesol, etc...). A titre indicatif, les céréales contiennent environ 7-13% de protéines. Les graines de blés peuvent en contenir entre 8% et 18% dont 80% de gluten et 20% d'albumine et de globuline.

1.2.2.4 Les lipides

Le terme lipide regroupe les composés biologiques présentant en général une structure apolaire responsable de leur très faible solubilité dans l'eau (Gooch, 2011). Les constituants principaux des graisses biologiques sont des acides gras (Lefebvre, 2017).

Les acides gras sont des polymères de carbone non ramifiés et comportant à une de leurs extrémités une fonction carboxylique. Le nombre de carbone est pair. Les acides gras comportant des doubles liaisons entre un ou plusieurs atomes de carbone sont dit mono (ou poly) insaturés (Anger et al., 2013). La Figure I-14 présente un exemple de formules chimiques développées de molécules d'acides gras.

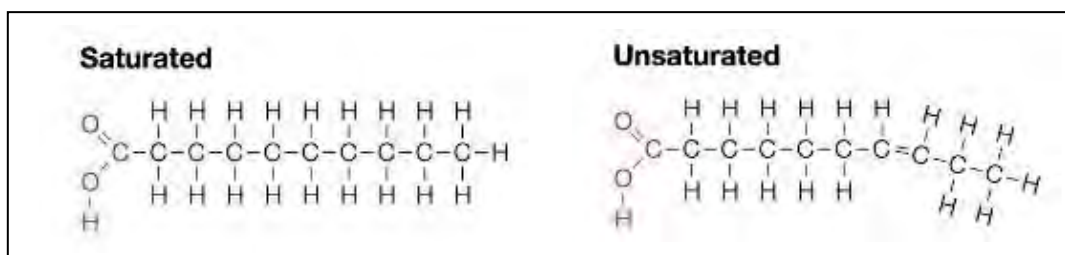


Figure I-14 : Formules développées de molécules d'acides gras saturés (gauche) et insaturée (droite)

La tête carboxylique est polaire tandis que la queue apolaire est hydrophobe. La nomenclature des acides gras prend en compte le nombre d'atomes de carbone (C), la position de l'atome de carbone (oméga) portant la première liaison double à partir de la fonction carboxylique et du nombre de liaisons doubles.

Les lipides proviennent en générale des graisses animales et des graines de certaines plantes. L'huile de lin (*Linum usitatissimum*) et le beurre de karité (*Vitellaria paradoxa*) sont des exemples parmi tant d'autres qui trouvent plusieurs applications industrielles.

L'huile de lin est utilisée dans des peintures à huile. Les acides gras insaturés, dont elle est constituée, s'oxydent très lentement par un processus dit de siccation et améliorent ainsi la résistance de la peinture à l'abrasion et à l'érosion par les solvants (Anger et al., 2013).

L'introduction de bases fortes (NaOH ou KOH) dans les lipides permet de fabriquer du savon par saponification.

1.2.2.5 Les autres molécules complexes : les tanins

Le mot « tanin » vient du terme celtique « tan » qui désigne le chêne dont il était autrefois extrait pour le tannage du cuir. Les tanins sont des composés végétaux présents sur quasiment toutes les parties de la plante. Leur rôle physiologique est essentiellement de pigmentation et de protection contre les agressions biologiques (herbivores).

Il existe une très grande variété de tanins mais ils sont tous dérivés de la molécule de phénol. La molécule de phénol est constituée d'un noyau aromatique lié à un groupement hydroxyle (Figure I-15). On distingue les tanins hydrolysables des tanins non hydrolysables.

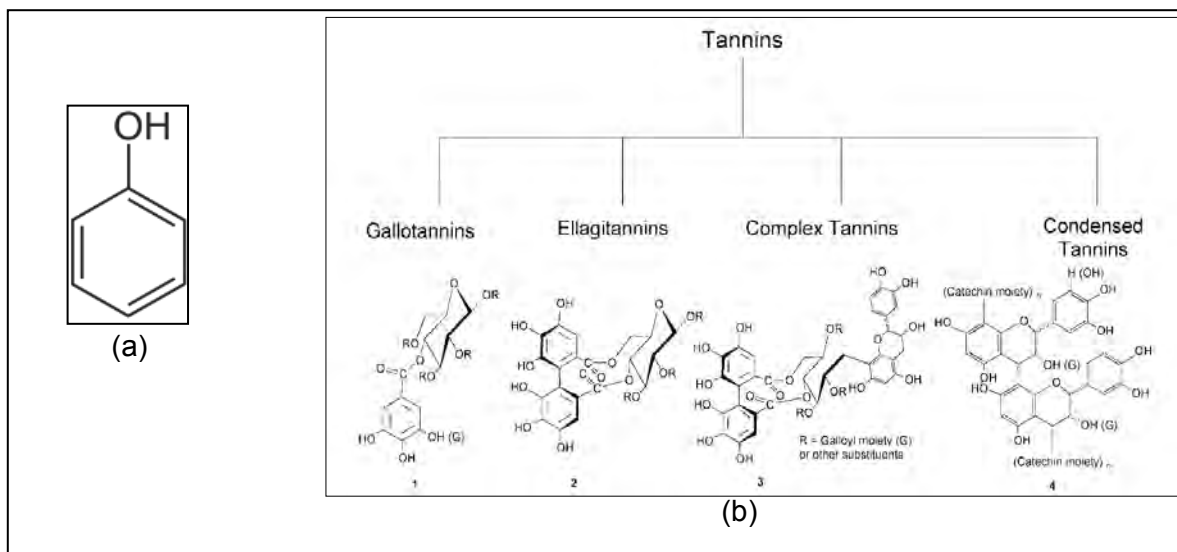


Figure I-15 : Les molécules phénoliques. (a) le phénol la forme la plus simple des composés phénoliques. (b) classification des différents types de tanin selon Khanbabae et van Ree (2001) cité par (Anger et al., 2013)

La concentration spatiale des groupements hydroxyles (-OH) est à l'origine des propriétés des acides taniques à chélater les ions métalliques et précipiter les protéines. Cette dernière propriété est celle utilisée depuis fort longtemps pour le traitement du cuir pour empêcher la putrescence des protéines fibreuses des peaux d'animaux.

Les principales sources de tannin sont le châtaignier (*Castanea sativa*), le chêne (*Quercus robur*, *Quercus petraea*) et le mimosa (*acacia meamsii*). La solubilité du tanin dans l'eau diminue pour des masses molaires grandes (D_p élevé). De ce fait, certains tanins commercialisés sont sulfités afin d'augmenter leur solubilité dans l'eau.

Dans certains pays en Afrique de l'Ouest (Burkina Faso, Ghana), le tanin extrait des coses de fruits du néré (*Parkia biglobosa*) est utilisé comme pigment décoratif et stabilisant des enduits et sols des constructions en terre crue.

1.3 Stabilisation de la terre crue pour la construction

D'après (Gernot Minke, 2009), la stabilisation de la terre crue vise à améliorer ses propriétés mécaniques et de durabilité pour une meilleure résistance aux sollicitations mécaniques et climatiques. Les procédés de stabilisation ont une connotation variée dans la littérature. (Danso et al., 2015) distinguent trois groupes de méthodes de stabilisation : le renforcement à base de fibres, de liants ou par combinaison des deux. Ils considèrent en outre, le compactage et la modification de texture comme respectivement des stabilisations mécanique et physique. Dans la suite de ce document, nous considérerons deux types de stabilisation :

- la stabilisation avec des liants minéraux comme étant l'ajout de substances inorganiques
- et la stabilisation aux liants organiques par l'ajout de substances d'origine organique susceptibles de réagir chimiquement ou physiquement pour améliorer les propriétés de la terre.

1.3.1 La stabilisation aux liants minéraux

La stabilisation aux liants minéraux est la plus répandue dans la littérature. Dans une revue bibliographique sur la stabilisation de la terre menée par (Danso et al., 2015), 90% des travaux portent sur l'utilisation de liants minéraux dont 50% avec du ciment et le reste est partagé entre les chaux et d'autres additions minérales ou un mélange de plusieurs liants minéraux.

1.3.1.1 Effet sur les résistances mécaniques

Dans la plupart des travaux, l'efficacité de la stabilisation est évaluée par une mesure de résistance à la compression simple. Les résistances en flexion et en traction sont mesurées le plus souvent en cas d'ajout de fibres. Dans la suite de ce paragraphe, nous discuterons uniquement les résistances à la compression car notre étude ne prendra pas en compte les ajouts de fibres dans le matériau.

Il est difficile de comparer les résistances en compression obtenues entre les publications pour diverses raisons. D'abord, les valeurs dépendent du mode de fabrication des éprouvettes. Les éprouvettes moulées ou adobes, les éprouvettes pressées (pisé ou BTC) et celles extrudées ont des plages de densité respectives différentes. Or, Spence et Crook cités par (Ngowi, 1997), et (Van Damme et al., 2017) ont montré que l'efficacité de la stabilisation dépend de la densité du matériau. En outre, à cause des phénomènes de freinage, l'élancement (rapport entre la hauteur et la plus petite longueur caractéristique de la section) de l'éprouvette est un paramètre très important dans la mesure des résistances à la compression simple (Morel et al., 2007), (Aubert et al., 2016). Ainsi, pour pouvoir comparer des résistances en compression provenant de différents articles, il faut s'assurer que les protocoles expérimentaux utilisés soient similaires en l'absence de norme d'essai

internationale et surtout que les échantillons ont des élancements équivalents sans quoi les comparaisons sont impossibles.

➤ **Stabilisation au ciment**

Il existe de nombreuses études sur la stabilisation des briques de terre à l'aide de ciment mais malheureusement peu d'entre elles sont utilisables car il manque parfois des données importantes (dimensions des échantillons, conditions de cure, ...). Le Tableau I-6 présente les données de 10 articles sur la stabilisation des briques de terre fabriquées selon différentes techniques comme les blocs de terre comprimée (BTC) ou les adobes (terre moulée à la main et séchée au soleil). Le temps de cure et l'élancement sont donnés dans ce tableau.

Tableau I-6 : Synthèse bibliographique sur les briques en terre crue stabilisées au ciment (fc: résistance à compression, n.m: non mesurée)

Reference	Type	Elancement	Temps de cure (j)	Ciment (%)	fc (MPa)
(Bahar et al., 2004)	BTC	1	28	0	1,6
				4	2,3
				6	3,2
				8	4,0
				10	4,1
				12	5,2
				15	6,1
				20	6,4
(Alavéz-Ramírez et al., 2012)	BTC	1	28	0	0,6
				10	23,5
(Medjo Eko et al., 2012)	BTC	0,2	28	0	1,0
				4	3,0
				7	10,4
				10	11,6
(Lima et al., 2012)	BTC	1	28	0	n.m.
				6	0,7
				12	3,1
(Eires et al., 2014)	BTC	1,2	56	0	1,0
				4	1,5
(Alam et al., 2015)	BTC	1	Pas de cure	0	1,0
				5	1,0
				7	1,3
				10	2,0
(Seco et al., 2017)	BTC	1,2	28	0	n.m.
				10	11-14
(Tran et al., 2018)	BTC	2	28	0	0,6
				4	1,5
				8	5,6
				12	6,0
(Sore et al., 2018)	BTC	n.m	21	0	1,4
				8	8,2
(Dao et al., 2018)	Adobe	1	Pas de cure	0	2,2
				2	2,6
				4	2,8
				8	3,0
				12	3,2

Les résultats du Tableau I-6 montrent que le gain de résistance en compression avec l'ajout de ciment est très peu marqué sauf dans l'étude de (Alavéz-Ramírez et al., 2012) où l'ajout de 10% de ciment permet de passer d'une résistance en compression de 0,6 à 23,5 MPa. Pour les autres

études, cette augmentation est beaucoup plus faible. Par exemple dans les études de (Alam et al., 2015) et (Dao et al., 2018), les résistances passent respectivement de 1,0 MPa à 2,0 MPa avec 10% de ciment et de 2,2 MPa à 3,2 MPa avec 12% de ciment mais dans ces deux études, il n'y a pas eu de cure humide ce qui peut expliquer la faiblesse des résistances en compression. Un autre exemple est celui de (Bahar et al., 2004) pour lesquels la résistance passe de 1,6 MPa à 6,4 MPa avec 20% de ciment. Certaines de ces très faibles valeurs de résistance soulèvent des questions car il est classique avec des briques de terre crue fabriquées avec des terres suffisamment argileuses d'avoir des résistances en compression supérieures à 2 MPa. (Aubert et al., 2016) par exemple ont travaillé sur des briques extrudées non stabilisées et, pour une des terres utilisées, les résistances en compression atteignaient 5,5 MPa et 7,5 MPa pour des élancements respectifs de 2 et 1. La faible augmentation des résistances en compression avec l'ajout de ciment (parfois dans des fortes proportions) confirment les conclusions faites dans l'article de Van Damme et Houben (Van Damme et al., 2017).

➤ **Stabilisation à la chaux**

Il existe aussi certaines études dans lesquelles les briques de terre crue sont stabilisées à la chaux. Le Tableau I-7 présente les résultats synthétiques de 5 références. Les données présentées sont les mêmes que pour le Tableau I-6 mais une colonne a été ajoutée sur la nature de la chaux utilisée car les comportements sont très différents entre une chaux hydraulique (mélange de chaux et de minéraux hydrauliques) et une chaux « pure » qu'elle soit éteinte (Ca(OH)_2) ou vive (CaO).

Tableau I-7 : Synthèse bibliographique sur les briques en terre crue stabilisées à la chaux

Reference	Type	Elancement	Durée de cure (j)	Test de tenue à l'eau	Type de chaux	Chaux (%)	fc (MPa)
(Millogo et al., 2008)	Adobe	1	Pas de cure		Mélange de chaux vive et de chaux hydratée	0	2,3
						4	3,2
						6	3,3
						8	3,4
						10	3,5
						12	3,2
(Alavéz-Ramírez et al., 2012)	CEB	1	28	X	Chaux hydratée	0	0,6
						10	16,5
(Eires et al., 2014)	CEB	1,2	56	X	Chaux hydratée	0	1,0
						4	0,8
						Chaux vive	4
(Alam et al., 2015)	CEB	1	Pas de cure	X	Non spécifié	0	1,0
						5	0,6
						7	0,8
						10	1,3
(Seco et al., 2017)	CEB	1,2	28	X		0	n.m.

Reference	Type	Elancement	Durée de cure (j)	Test de tenue à l'eau	Type de chaux	Chaux (%)	fc (MPa)
					Chaux hydraulique naturelle (NHL-5)	10	4,5-5,5

Comme pour les résistances avec 10% de ciment, les résistances en compression sèche avec 10% de chaux des travaux de (Alavéz-Ramírez et al., 2012) sont anormalement élevées en comparaison des résultats des autres études (16,5 MPa à 28 jours). Pour les autres études, le gain de résistance en compression sèche est très faible quelle que soit la teneur en chaux (jusqu'à 12%) et quelle que soit la nature de la chaux utilisée (même pour une chaux hydraulique).

➤ **Stabilisation avec des liants minéraux alternatifs**

Le Tableau I-8 présente les stabilisations de la terre crue avec les liants minéraux alternatifs.

Tableau I-8 : Synthèse bibliographique sur les briques en terre crue stabilisées avec des liants minéraux alternatifs

Référence	Liant alternatif	Type	Elancement	Durée de cure (jour)	Liant (%)	fc (MPa)
(Alavéz-Ramírez et al., 2012)	Chaux – Cendres de bagasse de canne à sucre	BTC	1	-	0	0,6
				7	20	17,7
				14	20	20,8
				28	20	21,3
(Hossain et al., 2011)	Poussière de fourneau de ciment	BTC	2	-	0	0,1
				7,14,28,56 et 90	2	0,5-1,7
					5	1,5-3,1
					10	1,5-4,3
					15	2,1-5,3
	20	2,7-6,0				
	Cendre volcanique	BTC	2	7,14,28,56 et 90	5	0,5-1,2
					10	0,5-1,8
					15	0,5-2,8
					20	0,5-3,1
Villamizar et al. (2012)	Cendre de charbon	BTC	0,5	-	0	1,9
					5	3,3
					10	1,0
(Degirmenci, 2008)	Gypse	Adobe	1	-	0	1
					5	1,2
					10	3,0
					15	4,5
					20	4,6
					25	4,8
	Phosphogypse	Adobe	1	-	5	1,1
					10	3,0
					15	3,0

Référence	Liant alternatif	Type	Elancement	Durée de cure (jour)	Liant (%)	fc (MPa)
					20	4,0
					25	4,5
(Seco et al., 2017)	Chaux (CL90-S) + laitier de haut fourneau (LHF))	BTC	1,2	28	0	n.m
					10	11,7
	Ciment + laitier de haut fourneau (LHF)	BTC	1,2	28	0	n.m
					10	13,6
(Alam et al., 2015)	Gypse	Adobe	1	-	0	1,0
					10	2,4
(Sore et al., 2018)	Géopolymère (Métakaolin activé au NaOH)	BTC	n.m	7	0	1,4
					5	2,8
					10	4,4
					15	6,7
					20	8,9

L'objectif de ces études est de proposer de réduire la quantité de ciment ou de chaux avec une pouzzolane à faible empreinte carbone. Un second intérêt est de valoriser des sous-produits industriels (cendres de charbon, cendre de bagasse de canne à sucre ou poussière de fourneau de ciment). Certains de ces liants sont un mélange de pouzzolanes et de ciment ou de chaux ou, dans le cas des géopolymères, l'activation de la pouzzolane (ici du métakaolin) se fait avec de la soude concentrée (Sore et al. 2018). Bien que ces solutions soient supposées moins polluantes que le ciment et la chaux seules, les quantités de liants utilisés semblent élevées (jusqu'à 20%).

Là également, les résultats de (Alavéz-Ramírez et al., 2012) paraissent surprenants : moyennant 20% de mélange de chaux et de cendres de bagasse de canne à sucre, il obtient jusqu'à 21,3 MPa de résistance à la compression. Pour les travaux où l'effet de la cure est étudié (Alavéz-Ramírez et al., 2012; Hossain et al., 2011), on constate que les durées pour obtenir les meilleures résistances sont relativement grandes, ce qui correspond au mécanisme d'action des liants pouzzolaniques dont la cinétique est lente par rapport au ciment.

1.3.1.2 Effets sur la durabilité

Dans la plupart des articles sur la stabilisation par des liants minéraux, le seul paramètre de durabilité étudié est la résistance à l'eau mais, en l'absence de normes internationales, les procédures utilisées pour évaluer cette tenue à l'eau sont très différentes d'un article à l'autre.

Une des seules références utilisables que nous avons trouvées et qui traite d'autres propriétés de durabilité que la résistance à l'eau est celle de (Seco et al. 2017) qui ont travaillé sur la durabilité des briques de terre crue. Ils ont étudié les propriétés suivantes en utilisant la plupart du temps des normes espagnoles : humidification/séchage, érosion accélérée (avec l'essai de Swinburne dont la procédure n'est pas détaillée dans l'article), ascension capillaire, absorption d'eau et cycles de gel-dégel. Les auteurs ont conclu que le test d'ascension capillaire n'était pas approprié pour estimer la

durabilité réelle des matériaux de construction à base de terre alors que celui d'absorption d'eau totale convenait davantage. De même, ils ont conclu que la procédure d'essai de gel/dégel telle qu'elle est définie dans les normes espagnoles ne permet pas d'estimer correctement la durabilité de ces matériaux. Enfin, dans cet article, comme dans tous les autres articles qui traitent de la résistance à l'eau, la stabilisation des briques de terre crue aux liants minéraux améliore systématiquement la tenue à l'eau même s'il est difficile de comparer les résultats entre eux, les procédures d'essai utilisées étant la plupart du temps différentes. Dans ce qui suit, nous allons faire un bilan de ces procédures.

Bahar et al. ont travaillé sur les performances de terres compactées stabilisées (Bahar, Benazzoug et al. 2004). Pour les tests de tenue à l'eau, ils ont utilisé plusieurs procédures : tests d'érosion accélérée, tests d'absorption d'eau par capillarité d'eau et mesure de la résistance en compression humide (immersion d'une durée de 2h) dont les procédures d'essai sont celles recommandées dans la norme française (XP P 13-901, 2001, p. 13). Les essais d'érosion accélérée ont été réalisés en soumettant les éprouvettes à des « jets d'eau » pendant 2 h à une distance de 0,18 m avec une pression d'eau d'environ 100 kN/m². La perte de poids est mesurée et l'effet sur la surface des échantillons noté à la fin de l'essai.

Dans leur étude sur l'utilisation de la cendre de bagasse et de la chaux pour améliorer la durabilité et les propriétés mécaniques des briques de terre compactées, Alavez-Ramirez et al. ont mesuré la résistance à la compression humide après 24h d'immersion dans l'eau (Alavéz-Ramírez et al. 2012).

(Alam, Naseer, and Shah 2015) ont travaillé sur la stabilisation économique de l'argile pour la construction de bâtiments en terre dans les zones pluvieuses et exposées aux inondations (Alam, Naseer, and Shah 2015). Dans leur étude, ils ont utilisé deux types d'essais : un essai d'érosion accélérée et un essai d'immersion. Les auteurs indiquent que le test au « jet d'eau » est une indication de la durabilité des briques lorsqu'elles sont soumises à de fortes pluies. La pression de l'eau exercée sur les briques a été calculée à l'aide de la dynamique des fluides et maintenue constante durant l'essai (cette pression n'est cependant pas précisée dans l'article). Avant le test, l'épaisseur de chaque échantillon de brique est mesurée. Un jet d'eau de pression constante est envoyé au centre de chaque brique pendant 60s puis la profondeur de pénétration est mesurée. Pour l'essai d'immersion, les auteurs indiquent que cet essai est un indicateur de la durabilité des briques lorsqu'elles sont exposées à des inondations. Les mêmes briques testées au jet d'eau sont ensuite immergées pendant 24h dans l'eau et l'état des briques après immersion est évalué de manière qualitative. Comme dans les autres études sur le sujet, les conclusions montrent que les ajouts de ciment ou de chaux améliorent la résistance à l'eau mais, par contre, pas les ajouts de gypse testé aussi dans cette étude.

On retrouve des procédures similaires dans l'étude de (Sore et al., 2018) sur la stabilisation des blocs de terre comprimée par un liant géopolymère à base de matériaux locaux du Burkina Faso (Sore et al., 2018). Dans cette étude, la sensibilité au risque d'érosion a été évaluée au moyen du

test de dispersivité d'Atkinson : de petits échantillons prismatiques de brique (6x3x3 cm³) sont immergés dans un bécher contenant 300 ml d'eau distillée et laissés dans les conditions ambiantes du laboratoire pendant 72 h (3 jours). Le comportement de ces échantillons en présence d'eau est évalué visuellement. Pour compléter ces mesures qualitatives, des mesures de résistance en compression humide ont été réalisées en utilisant la procédure de la norme (XP P 13-901, 2001).

Enfin, (Dao et al., 2018) dans leur étude sur les propriétés thermique, hygrique et mécanique d'adobes stabilisés au ciment ont utilisé le test d'ascension capillaire en suivant la norme NF EN 1015-18 et un test d'érosion accélérée (Dao et al., 2018). Pour ce test, les échantillons d'adobe sont inclinés de 30° par rapport à la verticale et de l'eau est pulvérisée sur la surface en fines gouttelettes pendant 10 min sous une pression de 2 bars.

Cette étude bibliographique non exhaustive des procédures d'essai pour évaluer la résistance à l'eau des briques de terre crue stabilisées a montré que l'on pouvait classer ces essais en 4 catégories :

- L'essai le plus répandu est la mesure de la résistance en compression humide après immersion : la procédure d'immersion (durée) varie parfois selon les études mais la procédure la plus utilisée est celle de la norme (XP P 13-901, 2001). Cet essai présente l'avantage d'être quantitatif même si les valeurs mesurées après une immersion de 2h dans l'eau sont difficiles à interpréter de manière absolue ;
- L'essai le plus simple est celui de l'immersion dans l'eau. Là aussi, les procédures d'essai ainsi que la manière d'interpréter les résultats divergent. La plupart du temps, l'analyse est qualitative (en gros, ça tient ou ça se disloque, un peu ou beaucoup) ;
- L'essai le plus représentatif du problème de pluies violentes est celui de l'essai d'érosion accélérée. Comme l'a montré l'analyse précédente, les protocoles utilisés sont très variables d'une étude à une autre. Dans ce cas, les résultats peuvent être analysés de manière qualitative et/ou quantitative ;
- Enfin, dans quelques études, on retrouve souvent l'essai d'ascension capillaire dont la procédure la plus utilisée est celle de la norme (XP P 13-901, 2001). Certains auteurs (Seco et al. 2017) jugent que cet essai n'est pas approprié pour évaluer la durabilité des briques en terre crue. Cela est néanmoins discutable et cet essai présente plusieurs avantages : il est représentatif du risque de remontée capillaire d'eau dans les murs, les résultats obtenus sont quantitatifs et il est relativement simple de mise en œuvre. Par contre, il va surtout rendre compte de la porosité ouverte et interconnectée des matériaux et, de ce fait, il n'est peut-être pas très discriminant pour étudier l'efficacité de la stabilisation des briques sur leur tenue à l'eau.

1.3.1.3 Effets sur les propriétés hygrothermiques

Une des propriétés les plus intéressantes de la terre crue pour son utilisation en construction est son excellent comportement hygrothermique avec notamment une forte inertie thermique et un fort potentiel de régulation d'humidité. Il est alors intéressant de vérifier que la stabilisation chimique par ajout de liant minéraux ne détériore pas le comportement hygrothermique des matériaux en terre crue (Morel et al., 2013). Peu de travaux portent sur l'effet de la stabilisation aux liants minéraux sur les propriétés hygrothermiques des matériaux en terre crue.

➤ La conductivité thermique

La conductivité thermique, en dépit de la méthode utilisée (fil chaud, plaque chaude gardée, ou méthode de la boîte etc.), dépend des paramètres intrinsèques au matériau. Il s'agit notamment de sa teneur en eau et de sa densité apparente sèche. A teneur en eau égale, la densité apparente a un impact prépondérant sur la conductivité thermique. Cela provient du principe même de propagation de la chaleur dans les matériaux solides. En effet, la chaleur se propageant de proche en proche entre les particules de la matière solide, la présence de vides correspondant à la porosité des matériaux moins denses crée une rupture dans cette transmission de la chaleur. Pour le cas des matériaux pressés ou compactés (BTC ou pisé), l'ajout des liants minéraux s'accompagne en général d'une diminution de la densité optimale de compactage des matériaux. Cette densité étant souvent utilisée pour la fabrication des éprouvettes, le corollaire des liants minéraux est la diminution sensible ou non de la conductivité thermique. Ce résultat est observé dans les travaux de (Liuzzi et al., 2013) qui ont montré que l'ajout de 5% de chaux baisse la densité apparente sèche de 1992 kg/m^3 à 1843 kg/m^3 et, par suite, sa conductivité thermique passe de $1,20 \text{ W/(K.m)}$ à $0,88 \text{ W/(K.m)}$. Les autres modes de fabrication des matériaux comme l'adobe peuvent donner lieu à une évolution différente de la densité apparente sèche avec la stabilisation. En effet, les adobes sont de matériaux plus poreux et l'ajout du liant peut contribuer à reboucher cette porosité et donc augmenter la densité du matériau. Ainsi, (Dao et al., 2018) et (Saidi et al., 2018), qui ont travaillé sur des adobes, obtiennent une augmentation de la conductivité thermique à partir de 8-12% d'ajout de ciment (pour les deux groupes d'auteurs) et d'ajout de chaux pour (Saidi et al., 2018). Or, pour des taux d'ajout inférieurs à 8%, les deux auteurs obtiennent des valeurs de conductivité thermique au plus égales à celle du matériau non stabilisé. Ainsi, la stabilisation à faible taux d'incorporation de ciment semble sans effet sur les valeurs de conductivité thermique.

➤ Les propriétés hygroscopiques

Il existe plusieurs méthodes d'évaluation des performances hygroscopiques des matériaux stabilisés (perméabilité à la vapeur d'eau, sorption-désorption etc.) mais l'un des essais les plus complet est le protocole Nordtest (Rode et al., 2005) de mesure de la capacité tampon hygrique ou Moisture Buffer Value (MBV). Cet essai mesure le comportement hygroscopique du matériau sous des

fluctuations d'hygrométrie ambiante à température constante. Là aussi, la densité apparente sèche a une influence, bien que faible, sur les résultats. Le principe même de l'hygroscopie qui se manifeste par une fixation et la libération des gouttes d'eau de l'air sur les parois intrapores des matériaux explique cela. D'ailleurs, le calcul de MBV théorique fait intervenir la densité du matériau. Mais c'est la distribution en taille des pores des sols qui joue un rôle prépondérant. Ce paramètre dépend fortement de la nature minéralogique des argiles disponibles dans les sols. (McGregor et al., 2014b) a démontré que grâce à leurs surfaces spécifiques plus importantes, les montmorillonites ont une capacité hygroscopique plus élevée que la kaolinite. Ce dernier, dans une autre étude, montre que l'ajout de 4-8% de ciment, respectivement de chaux, baisse le MBV du sol non stabilisé de 3,1 g/(m².%HR) à 2,1 g/(m².%HR) et 2,0 g/(m².%HR).

1.3.2 La stabilisation aux liants organiques

1.3.2.1 Effet sur les résistances mécaniques

Le Tableau I-9 présente les résistances à la compression des matériaux stabilisés avec des liants organiques. Dans une optique de cohérence, nous avons recalculé les pourcentages massiques équivalents des liants à partir des données disponibles dans les références. En effet, certains liants sont ajoutés sous forme liquide ou sous forme dilués dans de l'eau.

Tableau I-9 : Synthèse bibliographique sur les briques en terre crue stabilisées avec des liants organiques

Référence	Liant (s) organique (s)	% liant	Activation	Fibres	Type	Elancement	fc (MPa)
(Aguilar et al., 2016)	Chitosan dissoute à 0,5%-3% en masse dans une solution d'acide acétique	0%	Solution de 1% d'acide acétique	-	adobe	2,1	2,1
		1%					3,9
(Guerrieri, 2012)	Gluten	0%	-	-	BTC	n.m	1,5
		3%-5%					1,2-1,3
	Caséine	1%-10%	5%-10% chaux 5%-10% chaux + 0,37%-0,75% ammoniacque	0,8-3			
(Galán-Marín et al., 2010)	Alginate	0%	0,5% Lignum (résine de Guayacan)	0%	BTC	1	2,2
		19,5% (en solution, concentration non renseignée)		0%, 0,25% et 0,50% de laine de mouton			3,8-4,4
(Pineda-Piñón et al., 2007)	Dodécylamine cationique Acide aminé anionique	0%	-	-	adobe	1	n.m
		0,33%	3% bitume émulsifié	-			2,2
		0,25%	3% bitume émulsifié	-			1,8
(Camões et al., 2012)	Huile usée de cuisine	0%	4% chaux vive (CaO) 0,1% soude (NaOH), + 4% chaux vive (CaO)	-	BTC/Pisé	1	1,0
		1%					2,5
(Sorgho et al., 2014)	Tanins (décoction de cosses de Parkia Biglobosa)	0%	-	-	BTC	1	2,0
		1,44%					2,1
(Millogo et al., 2016)	Bouse de vache	1%-3%	-	Bouse de vache	adobe	1	2,1 2,5-2,7
(Nakamatsu et al., 2017)	Carageenan En solution	0%	-	-	adobe	2	2,1
		0,125%-0,5%					3,9
(Chang et al., 2015)	Gomme Xanthan	0%	-	-	adobe	1	0,4
		1%					3,7
(Yalley and Manu, 2013)	Bouse de vache	0%	-	-	BTC	n.m	4,6
		5%-30%		Bouse de vache			4,6-5,8

Référence	Liant (s) organique (s)	% liant	Activation	Fibres	Type	Elancement	fc (MPa)
(Pinel et al., 2017)	Alginates	0%	-		coulé	2	n.m
		0,5%	0,075% CaCO ₃ , 0,275% GDL (glucono-delta-lactone), HMP-Na (Hexametaphosphate de sodium)	-			2,5
(Corrêa et al., 2015)	Salive synthétique de termites	0%			adobe	1	0,6
		0,067%	0,02% de sulfate d'aluminium (Al ₂ (SO ₄))	2%-6% fibres de fines de bamboo			1,0-1,1
(Alhaik et al., 2017)	amidons	0%			coulé	1	3,0
		1%	Chauffage à 120°C	-			4,0-7,0

Bien qu'on retrouve les quatre grandes familles de polymères organiques naturels (polysaccharides, protéines, lipides et autres molécules complexes), le nombre de recherches sur ces types de liants reste faible au regard de la très grande variété de produits existants dans la nature. Dans la plupart des cas, les liants organiques sont utilisés en association avec des agents d'activation. Par exemple, (Pinel et al., 2017) a démontré qu'en plus d'une source de calcium, des agents régulateurs (hexaméthaphosphate de sodium et le GDL) sont nécessaires pour une bonne efficacité de l'alginate. De même, (Guerrieri, 2012) explique le rôle que l'ajout d'un modificateur de pH comme l'ammoniaque est nécessaire pour déployer les propriétés collantes de la caséine. Enfin, (Alhaik et al., 2017), en étudiant onze amidons, a montré que selon la source et le traitement industriel de l'amidon ainsi que la nature du sol stabilisé, les résultats étaient très différents.

Si les agents d'activation sont nécessaires pour certains liants organiques (alginate, caséine, etc.), le mélange avec des fibres, et même des liants minéraux (chaux) rend difficile l'identification de l'effet propre aux liants organiques. En général, le gain de résistance à la compression des sols avec l'ajout des liants organiques est très faible. Cela démontre que le principal intérêt de ces ajouts n'est pas l'amélioration des performances mécaniques du matériau. Pour certaines études comme (Corrêa et al., 2015), (Yalley and Manu, 2013), ou (Sorgho et al., 2014), l'ajout des liants organiques n'a aucun effet sur les résistances à la compression du matériau.

1.3.2.2 Effets sur la durabilité

Comme dans le cas de la stabilisation aux liants minéraux, la principale propriété liée à la durabilité étudiée dans les articles traitant des liants organiques est la résistance à l'eau des briques. Neuf études sur treize évaluent cette propriété et, comme nous l'avons vu pour la stabilisation aux liants minéraux, les méthodes d'évaluation de la tenue à l'eau sont très variées. On retrouve des méthodes quantitatives (résistances à la compression humides, profondeur d'érosion par la méthode de jet d'eau et absorption d'eau capillaire) dont les résultats sont présentés dans le Tableau I-10.

Tableau I-10 : Effet des liants organiques sur la tenue à l'eau

Référence	Liant (s) organique (s)	% liant	Activation	Fibres	Type	Absorption d'eau	Profondeur d'érosion (mm) par jet d'eau	fc humide (MPa)
(Guerrieri, 2012)		0%	-	-	BTC		60	
	Gluten	3%-5%	5%-10% chaux				42-1	
	Caséine	1%-10%	5%-10% chaux + 0,37%-0,75% ammoniacale				11-0	
(Pineda-Piñón et al., 2007)		0%	-	-	Adobe	disloqué		
	Dodécylamine cationique	0,33%	3% bitume émulsifié			27%-7%		
	Acide aminé anionique	0,25%	3% bitume émulsifié					
(Camões et al., 2012)	Huile usée de cuisine	0%	-	-	BTC/Pisé	3,95 kg/(m ² .√h)		disloqué
		1%	4% chaux vive (CaO) 0,1% soude (NaOH), + 4% chaux vive (CaO)			0,05-0,07 kg/(m ² .√h)		0,6
(Millogo et al., 2016)	Bouse de vache	1%-3%	-	Bouse de vache	Adobe	disloqué 11-4%		
(Yalley and Manu, 2013)	Bouse de vache	0%	-	-	BTC	17%		disloqué
		5%-30%		Bouse de vache		20-10%		0,8-2,8
(Corrêa et al., 2015)	Salive synthétique de termites	0%	0,02% de sulfate d'aluminium (Al ₂ (SO ₄))	2%-6% fibres de fines de bambou	Adobe	disloqué		
		0,067%				16%		

L'absorption d'eau capillaire est la méthode la plus utilisée. Les résultats sont exprimés soit en % d'eau absorbée soit en kg/(m².√h). Ce test consiste à soumettre le matériau à une remontée d'eau capillaire et à mesurer dans le temps la hauteur du front de progression de l'eau ou à déterminer la quantité d'eau absorbée au bout d'une certaine durée. Plus l'absorption d'eau capillaire est faible, plus le matériau résiste à l'eau. La résistance à la compression humide est déterminée sur des échantillons immergés pendant une durée donnée. Les matériaux non stabilisés se disloquent pendant cette phase d'immersion. Enfin, la méthode de jet d'eau consiste à soumettre une surface du matériau à une érosion dynamique par jet d'eau à pression contrôlée sur une durée donnée. La profondeur de dégradation est mesurée à la fin de l'essai. Certains auteurs déterminent la perte de masse engendrée par cette érosion. Bien que les principes des essais soient les mêmes, les paramètres et conditions de leur réalisation diffèrent selon les auteurs. De ce fait, on ne peut que conclure sur l'amélioration globale de la tenue à l'eau des sols par l'ajout des liants organiques.

D'autres essais peuvent être considérés comme semi-qualitatifs ou qualitatifs. Il s'agit, par exemple, de la mesure de l'angle de contact d'une goutte d'eau à la surface du matériau réalisée par (Aguilar

et al. 2016) et (Nakamatsu et al., 2017). En effet, (Aguilar et al. 2016) montre qu'avec l'ajout de 1% de chitosan l'angle de contact passe de 0° (matériau mouillant) pour le sol non stabilisé à 63° (matériau moins mouillant). Les mêmes auteurs ont réalisé l'essai d'érosion à la goutte d'eau sur leur mélange où l'aspect des éprouvettes est observé au bout de 10 min. Là encore, les auteurs notent une amélioration de la tenue à l'eau des matériaux.

1.3.2.3 Effets sur les propriétés hygrothermiques

Peu de travaux sur la stabilisation des liants organiques évaluent l'effet sur les performances hygroscopiques des matériaux. Seuls (Pinel et al., 2017) ont évalué l'effet sur les performances hygrothermiques du matériau. Ainsi, la conductivité thermique diminue légèrement et passe de 1,9 W/(m.K) pour le sol non stabilisé à 1,4 W/(m.K) pour le mélange avec 1% d'alginate et d'agent régulateurs. La capacité tampon hygrique ou moisture buffer value (MBV) quant à elle, augmente avec l'ajout de l'alginate et passe de 0,9 g/(m².%HR) pour le sol non stabilisé à 1,2g/(m².%HR) pour les mélanges avec 1% d'alginate et d'agents régulateurs. Ce qui montre une amélioration des performances hygroscopiques du sol grâce à l'ajout d'alginate.

2 Présentation de la problématique

Il est possible de résumer l'objectif principal de ce travail en une phrase : « produire en grande quantité (ce qui sous-entend industriellement) des produits de construction en terre crue performants, durables et à faible impact environnemental ». Si cet objectif est formulé de manière simple, chaque terme utilisé est important et soulève un certain nombre de questions que nous allons discuter dans la suite de ce chapitre et qui ont fait l'objet de discussions antérieures dans deux papiers (Ouedraogo et al., 2019) et (Aubert, 2019). Les réponses à ces questions nous ont conduits à faire des choix quant à la manière de mener notre projet de recherche.

2.1 Quel type de produit de construction en terre crue avec quelle technique ?

Nous avons vu lors de l'étude bibliographique qu'il existait un grand nombre de techniques de construction en terre crue. Parmi ces techniques, les plus faciles à moderniser sont le pisé, la construction en briques de terre crue et les bétons de terre. Au démarrage de cette thèse, la thématique des bétons de terre était relativement nouvelle et nous avons considéré qu'elle ajoutait un niveau de complexité supplémentaire par rapport aux matériaux classiques en terre crue car, en plus des autres caractéristiques, il fallait étudier la rhéologie à l'état frais de ces matériaux. De plus, les premiers bétons de terre produits soulèvent des questions importantes sur leur équilibre entre leurs performances et leurs impacts environnementaux (Van Damme et al., 2017). Ce nouveau mode d'utilisation de la terre nécessite encore beaucoup d'études de laboratoire et nous avons préféré nous concentrer dans le cadre de cette thèse sur des matériaux en terre crue plus classiques comme les briques ou le pisé. Culturellement au LMDC, l'équipe a jusqu'à présent travaillé essentiellement sur les briques de terre crue et il nous semblait naturel de poursuivre dans cette voie. Même si de nouvelles usines utilisant le principe de la BTC existent, l'avenir en terme de cadence de production est la brique extrudée qui est la technique utilisée dans le cuit. Cependant, pour pouvoir étudier dans cette thèse des briques extrudées, il nous aurait fallu une extrudeuse de laboratoire que nous n'avions pas à notre disposition. Nous avons donc décidé, dans un premier temps, d'étudier les propriétés des briques de terre crue fabriquées par compression statique en ayant à l'idée de tester, plus tard, les formules les plus efficaces en extrusion au Centre Technique de Matériaux Naturels de la Construction (CTMNC). Une campagne d'essais d'une semaine a ainsi été réalisée au CTMNC en seconde année de thèse mais, malheureusement, elle a soulevé des problèmes rhéologiques des mélanges que nous n'avions pas imaginés. Comme dans le cas des bétons de terre, de nombreuses études sont aussi nécessaires sur le comportement rhéologique à l'état frais des pâtes de terre afin de pouvoir assurer une bonne extrudabilité. D'ailleurs, un projet ANR a été déposé sur ce sujet en 2018 associant l'UBS, le CTMNC et le LMDC mais malheureusement ce projet n'a pas été retenu. Pour conclure sur le type de matériau en terre crue étudié durant la thèse, notre travail portera sur des éprouvettes de terre crue compressée et il est intéressant de noter que les résultats que nous obtiendrons sur ces matériaux pourraient aussi bien servir à faire des BTC que du pisé.

2.2 Quelles sont les caractéristiques les plus importantes à prendre en compte ?

L'objectif principal de la thèse tel qu'il est affiché renvoie immédiatement aux notions de performances des matériaux en terre crue. Dans notre monde moderne, et surtout depuis l'apparition du béton au début du XXe siècle, la « résistance » des matériaux de construction apparaît comme la caractéristique la plus importante aux yeux des gens. C'est d'ailleurs en partie sur cela que repose l'histoire des 3 petits cochons qui stigmatise la peur des enfants et le côté sécuritaire des maisons robustes faites en béton. Il est encore difficile aujourd'hui de faire changer les mentalités et il est vrai que la résistance en compression reste une caractéristique importante des matériaux de construction. Cependant, il n'est pas possible de séparer les performances du type d'utilisation. Nous pensons que la construction en terre partout dans le monde doit se limiter à de l'habitat pour des constructions modestes en rez-de-chaussée, R+1 ou R+2. La terre crue a depuis toujours été utilisée pour ce type d'application et, même si les chercheurs et les bureaux d'étude travaillent sur le sujet, la résistance des matériaux en terre crue (couramment autour de 2 MPa) a toujours été suffisante pour ce type d'application. D'ailleurs, on est dans les mêmes ordres de grandeur que les blocs creux en béton (4 à 8 MPa). Ainsi, la résistance en compression est une performance importante mais la littérature ainsi que les études du patrimoine vernaculaire mondial en terre crue ont largement démontré que les parois en terre crue étaient suffisamment résistantes mécaniquement pour ce type d'application (logements de faible hauteur). Attention, cela exclu la problématique du comportement aux séismes que nous ne considérerons pas dans notre travail.

La seconde caractéristique qui semble être importante pour les matériaux en terre crue est leur durabilité en général mais lorsque l'on considère l'ensemble des risques, celui qui est de loin le plus important est la tenue à l'eau de ces matériaux. De nouveau, cette performance va être en lien direct avec l'utilisation mais aussi avec la situation géographique de l'ouvrage considéré. En effet, les anciens bâtisseurs des régions tempérées telles qu'on les trouve en Europe ont démontré que les savoir-faire constructifs permettaient de résoudre le problème de la résistance à l'eau des matériaux en terre crue. Le formidable patrimoine en terre crue vieux de plus de 200 ans dont nous disposons en France (en bauge, pisé, adobe ou torchis) témoigne de cela. Le principe est simple, il s'agit de protéger les murs extérieurs en terre crue des venues d'eau : des soubassements étanches, des avancées de toit importantes et, si nécessaire, un enduit à la chaux qui a l'avantage d'être imperméable mais de laisser passer la vapeur d'eau et d'éviter ainsi les problèmes de condensation que l'on peut observer avec certains enduits au ciment. Mais, ces solutions qui fonctionnent dans nos climats tempérés ne fonctionneraient pas dans des zones tropicales avec des pluies diluviennes ou des régions du globe qui sont soumis à des pluies extrêmes (mousson par exemple). Ainsi, dans ces situations particulières, le recours à une stabilisation chimique en vue d'améliorer la résistance à l'eau serait pertinente. De plus, d'autres arguments peuvent aussi être avancés pour justifier de l'amélioration de la tenue à l'eau des matériaux en terre crue. Le premier concerne le principe moderne de précaution : les gens ont peur de tout ce qui peut arriver et il faut tout envisager : une

inondation, une machine à laver qui fuit, Ainsi, le fait que les produits de construction en terre crue ne résistent pas à l'eau « fait peur » aux clients et pour les rassurer il serait préférable d'avoir un matériau plus résistant à l'eau (au moins jusqu'à ce que l'image de la terre crue change et que les gens aient de nouveau confiance en ce matériau). L'autre argument concerne l'industrialisation de ces produits (notamment les briques de terre crue) et les éventuels problèmes de stockage : produire des briques qui ne résistent pas à l'eau nécessite de les stocker sous abri ce qui est très difficile et coûte cher. Ainsi, même si le patrimoine de matériau en terre crue non stabilisée montre le contraire, l'amélioration de la tenue à l'eau de ces matériaux est un enjeu important.

Une autre caractéristique essentielle des produits de construction en terre crue est leur excellent comportement hygrothermique (forte inertie thermique et forte capacité à réguler l'humidité dans les bâtiments). Ces caractéristiques sont un des avantages les plus importants de l'utilisation de ces matériaux par rapport aux matériaux dits conventionnels (blocs de béton par exemple).

Enfin, la dernière performance à considérer est la performance environnementale. En effet, depuis la deuxième guerre mondiale, le principal matériau de construction utilisé est le béton car c'est un matériau qui a des propriétés exceptionnelles (coût, performances, facilité de mise en œuvre, durabilité, ...). La principale raison de chercher une alternative à ce matériau est son impact sur l'environnement qui se traduit par des problèmes d'énergie et d'émission de CO₂ (liés à la production de ciment) et à la raréfaction de certaines ressources naturelles (sable notamment). Ainsi, le regain d'intérêt pour la construction en terre crue (tout comme l'utilisation de matériaux biosourcés tels que le bois, la paille, ...) n'a de sens que si ce matériau est moins impactant que le béton : dans le cas contraire, il faudrait qu'il soit aussi performant ce qui serait extrêmement difficile (c'est le principal problème aujourd'hui des bétons de terre tels qu'ils sont formulés comme expliqué par Van Damme et Houben dans leur article (Van Damme et al., 2017)).

2.3 Est-il nécessaire de stabiliser les briques en terre crue ?

La réponse à cette question découle en partie de l'analyse des performances qui vient d'être faite ainsi que de l'analyse des résultats issus de la littérature sur les briques de terre crue stabilisées. En ce qui concerne la résistance mécanique, nous avons vu que pour les applications en habitats de faible hauteur, la résistance des parois en terre seule était suffisante. De plus, l'étude bibliographique a montré que, même pour des forts dosages en liants minéraux notamment, les gains de résistance des briques de terre crue étaient extrêmement limités. Pour cette caractéristique, il ne semble donc pas utile de stabiliser les briques en terre crue.

En revanche, la bibliographie a montré que la résistance des briques de terre crue à l'eau était systématiquement améliorée avec l'utilisation de stabilisants (surtout pour les liants minéraux) même si les essais utilisés pour quantifier cette amélioration varient d'une étude à l'autre. Nous avons vu précédemment qu'il existait certains arguments en faveur de l'amélioration de la résistance

des briques de terre crue à l'eau et il est vrai que la stabilisation chimique semble être une solution adaptée.

Enfin, concernant les deux dernières caractéristiques importantes (comportement hygrothermique et impact environnemental), la stabilisation n'est pas nécessaire et elle risque même d'affecter négativement ces bonnes caractéristiques de la terre crue et il faudra être vigilant à cela si l'on envisage de stabiliser les briques de terre crue.

2.4 La stabilisation avec les liants minéraux classiques est-elle pertinente ? Si non, quelles sont les alternatives ?

La bibliographie a montré que les gains (notamment en résistance en compression) sur les briques de terre par l'ajout de quantités importantes de liants minéraux (ciment surtout, chaux dans une moindre mesure) étaient limités. Cela est en partie l'objet de l'article de Van Damme et Houben de 2017 (Van Damme et al., 2017). Ces auteurs ont utilisé des outils simples pour évaluer l'impact sur l'environnement de l'addition de ciment pour la stabilisation des matériaux en terre crue, en utilisant notamment des indices (« binder intensity index » ou « carbon intensity index ») introduits par (Damineli et al., 2010). Van Damme et al. ont conclu que, dans la plupart des cas, la stabilisation au ciment ne vaut pas la peine de l'effort, que ce soit en termes mécaniques ou environnementaux. Ces études ont montré qu'il est nécessaire que l'ajout de liants minéraux dans les matériaux en terre crue reste cohérent (du point de vue des performances et de l'environnement) avec les produits conventionnels existants. Par exemple, dans le cas de briques de terre stabilisée, ces briques pleines vont être en concurrence avec des blocs de béton traditionnellement creux. En 2017, selon la fédération française de l'industrie du béton, la vente de blocs béton s'élevait à 8,6 millions de tonnes représentant ainsi 48,7% en masse de la production nationale de béton (FIB and Institut I+C, 2017). La norme européenne NF EN 771-3: 2011 donne les spécifications pour les blocs de béton (NF EN 771-3+A1/CN, 2017). Bien qu'il existe différentes formes de blocs pour des applications spécifiques, les blocs de béton creux sont les plus largement utilisés pour tous les types de murs en maçonnerie. Les résistances à la compression requises de ces blocs sont comprises entre 4 et 8 MPa. Dans ces blocs bétons creux, la teneur en ciment est d'environ 150 kg/m³ (Olivier, 1996) et le pourcentage de vide est de 50%, ce qui donne une masse de ciment de 1,5 kg pour un bloc classique (20cm x 20cm x 50cm). Dans une brique de mêmes dimensions mais pleine et composée de terre d'une densité de 2 t/m³, la teneur en ciment équivalente à celle d'un bloc béton creux serait de 3,75%. Cela signifie que, s'il y a plus de 4% de stabilisant dans une brique de terre, la teneur en ciment devient supérieure à celle d'un bloc de béton parfaitement résistant à l'eau et présentant une résistance à la compression comprise entre 4 et 8 MPa ! Or, dans la plupart des articles que nous avons étudiés pour la bibliographie, les teneurs en liants minéraux sont largement supérieures à cela pour des performances moindres.

Ainsi, une des problématiques de notre travail de thèse est devenue : est-ce que la stabilisation des briques de terre crue en utilisant de faibles dosages en liants minéraux est pertinente ? (c'est le titre de l'article que nous avons soumis pour publication dans *Construction and Building Materials* à la fin de la thèse (Ouedraogo et al., 2019)). Pour répondre à cette question, nous allons étudier les effets de l'ajout de ciment et de chaux à des teneurs inférieures à 4% sur les caractéristiques importantes que nous avons énumérées précédemment : résistance en compression, tenue à l'eau et propriétés hygrothermiques (l'impact environnemental était induit dans la limite des 4%).

L'analyse du patrimoine en terre crue de par le monde a montré qu'il n'existe quasiment pas d'exemples de matériaux en terre crue stabilisés avec des liants minéraux. Seuls quelques exemples de fortifications en terre crue stabilisées à la chaux sont rapportés au Portugal mais ils demeurent anecdotiques. Par contre, quand on s'intéresse à certaines pratiques ancestrales utilisant des composés organiques, on constate que l'homme depuis toujours a tenté d'améliorer les performances des matériaux en terre crue avec les matériaux organiques à sa disposition (déjections animales, sang d'animaux, blanc d'œuf, caséine, ...). L'étude bibliographique réalisée au début de ce chapitre sur les liants organiques a montré qu'il existait un grand nombre de composés organiques qui ont pu être utilisés par le passé pour modifier les propriétés des matériaux en terre crue. Même si quelques rares études scientifiques ont commencé à s'intéresser à ces stabilisants organiques, on est encore pour le moment au stade de « recettes de Grand-Mère » qu'il convient d'explorer scientifiquement. Cela constitue le second axe fort de cette thèse : l'étude de l'effet de certains stabilisants organiques sur les propriétés des briques en terre crue. Le nombre de liants organiques potentiellement utilisables étant très important, il sera nécessaire dans le cadre de cette thèse de réaliser une étude préliminaire permettant de sélectionner ceux qui semblent donner les résultats les plus intéressants. Naturellement, il sera possible, à l'issue de cette étude, de comparer les liants minéraux aux liants organiques sélectionnés pour cette étude.

Notre travail de thèse portera donc sur l'étude de la stabilisation d'éprouvettes de terre crue compressées par des liants minéraux ou organiques. Nous évaluerons au cours de notre travail les effets d'ajouts en faibles quantités ($\leq 4\%$) de ces liants sur la résistance en compression, la tenue à l'eau et les propriétés hygrothermiques des matériaux stabilisés. Le chapitre suivant sera dédié à la présentation des matériaux retenus pour l'étude (deux types de terre, un ciment, une chaux et neuf liants organiques) et des procédures d'essais utilisés dans notre travail.

CHAPITRE II :
Matériaux et procédures expérimentales

SOMMAIRE

CHAPITRE II: MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES.....	58
INTRODUCTION	58
1 MATERIAUX	59
1.1 <i>Les sols</i>	59
1.2 <i>Les liants organiques</i>	60
1.3 <i>Les liants minéraux</i>	64
2 COMPOSITION DES MELANGES STABILISES AUX LIANTS MINERAUX ET ORGANIQUES	66
2.1 <i>Etude préliminaire sur les liants organiques</i>	66
2.2 <i>Choix des dosages</i>	67
3 PROCEDURES EXPERIMENTALES	69
3.1 <i>Caractérisation géotechnique</i>	69
3.2 <i>Caractérisations chimiques et minéralogiques</i>	75
3.3 <i>Fabrication des éprouvettes</i>	76
3.4 <i>Essai de compression simple à l'état sec</i>	79
3.5 <i>Essai de compression simple à l'état humide</i>	81
3.6 <i>Caractérisation hygrothermique</i>	83
CONCLUSION.....	86

Chapitre II: Matières premières et procédures expérimentales

Introduction

Ce chapitre présente les matériaux et les procédures des essais utilisés durant cette thèse.

Dans une première partie, les matériaux sélectionnés pour cette étude seront présentés : il s'agit des terres utilisées pour la confection des briques de terre crue stabilisées ou non ainsi que des liants minéraux et organiques retenus. Nous avons vu lors de l'étude bibliographique qu'il existait un nombre très important de liants organiques qui avaient été utilisés pour modifier les propriétés des matériaux en terre crue (briques ou enduits). Une étude systématique de tous ces candidats aurait été très lourde et, par manque de données dans la littérature, nous avons décidé de faire une étude expérimentale préliminaire sur un certain nombre de liants organiques afin de sélectionner les plus efficaces en fonction des objectifs que nous visons (résistance à l'eau surtout et dans une moindre mesure augmentation des performances mécaniques). La méthodologie utilisée pour cette étude expérimentale préliminaire est présentée dans ce chapitre, les résultats de ces essais seront présentés plus tard dans le chapitre 3. Enfin, les compositions des différents mélanges confectionnés seront précisées à la fin de cette première partie dédiée aux matériaux de l'étude.

La seconde partie de ce chapitre présente les procédures d'essai utilisées durant cette thèse de manière tout à fait classique. Elle commence par des outils de caractérisation qui seront utilisés, dans le chapitre 3, pour les caractérisations géotechnique, chimique et minéralogique des terres utilisées dans cette étude et, dans le chapitre 4, pour l'étude des modifications minéralogiques induites par l'ajout de liants minéraux ou organiques. Ensuite, les protocoles de fabrication des éprouvettes stabilisées ou non seront présentés ainsi que les procédures de caractérisation des matériaux confectionnés dont les résultats seront présentés dans le chapitre 4 (performances mécaniques, tenue à l'eau et propriétés hygrothermiques).

1 Matières premières

1.1 Les sols

Deux types de sols ont été utilisés dans le cadre de cette étude. Ils nous ont été fournis par des briqueteries du sud de la France (Figure II-1).

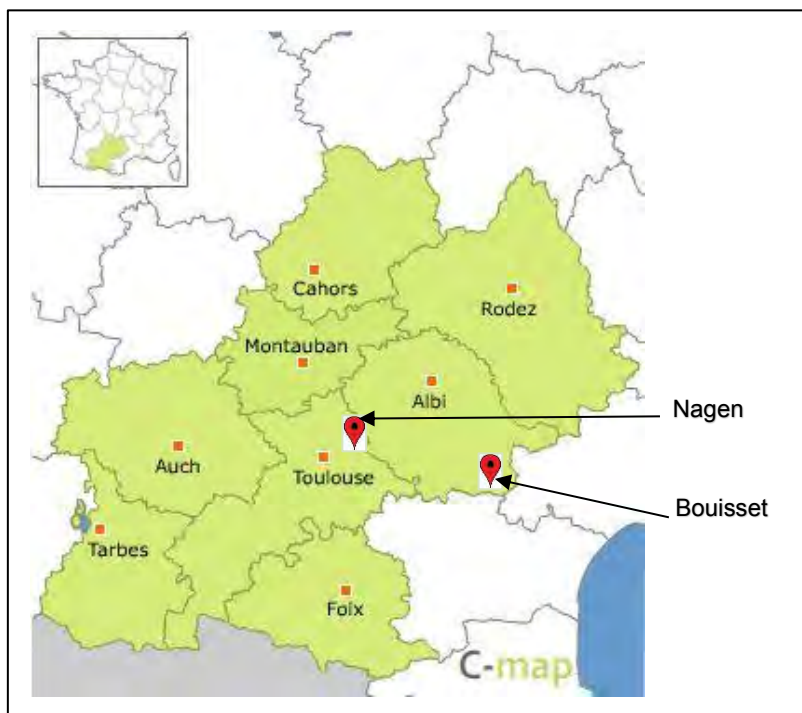


Figure II-1 : Localisation des briqueteries de Nagen et de Bouisset sur la carte de l'ancienne région Midi-Pyrénées (comersis.com, 2019)

Ces deux matériaux ont déjà fait l'objet d'une étude dans le cadre du projet Tercuso (Aubert, 2013) conduit au sein du LMDC. Le choix de ces deux sols a été basé sur leur différence de composition minéralogique qui peut jouer un rôle important dans les réactions avec les différents stabilisants utilisés dans cette étude.

❖ Sol de Nagen (sol N) :

Ce sol est fourni par la briqueterie de Nagen, spécialiste de la terre cuite, située à Saint Marcel Paulel en Haute-Garonne. L'extraction de la terre se fait dans une carrière située à proximité de la briqueterie ("LA BRIQUE DE NAGEN" 2019). Après extraction, la terre est stockée pendant plusieurs mois et préparée (broyage, malaxage et mouillage) afin d'obtenir une pâte plus ou moins molle en fonction de l'usage.

Ce sol de couleur beige (Figure II-2) est typique de la vallée de la Garonne (Aubert, 2013). Comme les terres des autres briqueteries autour, il est constitué d'illite, de chlorite et selon la provenance, on peut aussi retrouver de la montmorillonite dans ces sols. L'échantillon utilisé dans cette thèse sera à nouveau caractérisé, le gisement pouvant être légèrement variable au cours du temps.



Figure II-2 : Aspect visuel du sol de Nagen

❖ Sol de Bouisset (sol B)

Fourni par la briqueterie de Bouisset (“Briqueterie Bouisset * Savoir-Faire” 2019), ce sol a un aspect et une composition particulière considérant sa provenance d’une région tempérée. Il est de couleur rouge (Figure II-3) marquant la présence d’oxydes de fer. On note également une présence marquée de muscovite (paillettes brillantes) dans ce sol, notamment quand il est mouillé.

Ce sol est radicalement différent des autres : il s’apparente davantage à une latérite contenant beaucoup d’oxydes de fer et les argiles présentes sont de l’illite et de la kaolinite. Ainsi, le fait de travailler avec ce sol pourra permettre de généraliser nos conclusions sur l’efficacité des liants sur des sols représentatifs d’une grande diversité de régions.



Figure II-3: Aspect visuel du sol de Bouisset

1.2 Les liants organiques

Au total, neuf produits appartenant à différentes familles de molécules ont été approvisionnés. Les liants organiques utilisés dans notre étude sont tous en poudre plus ou moins hydratés. Ces produits ont été choisis à l’issue d’une étude bibliographique au chapitre 1. Les critères de sélection sont la disponibilité, le coût et aussi la meilleure représentation possible de chacune des grandes familles de biopolymères organiques (polysaccharides, protéines, composés phénoliques sauf les lipides).

Le Tableau II-1 indique les familles de molécules auxquelles appartient chacun de ces produits, leurs fournisseurs, leurs caractéristiques ainsi qu’une brève description.

Tableau II-1: Description des liants organiques

Famille de molécule	Sous-famille	Liant	Notation	Indications du fournisseur (1)	Fournisseur (2)	Prix fournisseur moyen (€/kg) (3)
Polysaccharides	Amidons	Blancol (amidon de blé)	B	Amidon de blé naturel, séché	Kenzaï	31
		Farine de maïs cireux	Mc	- Humidité $\leq 15\%$ - $4 \leq pH \leq 7$		227
	Extraits d'algues	Acide alginique	Al	- Pourcentage d'eau $\leq 15\%$ - $6,5 \leq pH \leq 8,5$	Sigma-Aldrich	342
		Agar agar	AA	- Solubilité dans l'eau = 20g/l à 60°C - $pH = 6,8$ à 100g/l à 20°C		759
	Animales	Chitosan	Cht	- Desacétylation à plus de 75% - Solubilité dans l'acide acétique : 10mg/ml		2095
Protéines	Animales	Caséine	Ca	- Humidité 10% - $pH = 4,7$ - Granulométrie : $98\% \leq 400\mu m$		Kenzaï
		Ovalbumine	Ov	- Température de stockage 2-8°C - Solubilité dans l'eau 50mg/ml	Sigma-Aldrich	270
	Végétales	Gluten	Gu	- Plus de 80% de protéine - 5,5% à 8% d'humidité		63
Polyphénols	Végétales	Acide tannique	Ta	- Humidité $\leq 12\%$		161

Les stabilisants lipidiques sont le plus souvent utilisés comme badigeon sur enduit fini afin de jouer le rôle d'hydrofuge contre l'érosion par l'eau (Vissac et al., 2012). Dans le cadre d'une stabilisation des briques de terre crue où le liant est mélangé avec la terre et de l'eau, les lipides ne sont pas adaptés car leur caractère hydrophobe empêcherait la cohésion des particules argileuses du sol nécessaire à la stabilité mécanique des briques. Le choix est donc fait de ne pas travailler avec cette famille de molécules organiques dans cette étude.

- (1) De façon générale, les caractéristiques fournisseurs de ce type de produits sont très sommaires et le type d'information donnée varie également selon le fournisseur.
- (2) Deux fournisseurs ont été privilégiés :
 - La société *Kenzaï*, spécialisée dans le commerce de matériaux de construction à base de produits naturels et écologiques. Peu d'informations sur la chimie des produits sont malheureusement fournies.

- La société *Sigma-Aldrich*, spécialisée dans la vente de produits chimiques à des fins de recherche. Bien que les informations ne soient pas exhaustives, la composition annoncée des produits vendus est garantie.
- (3) Les coûts donnés (Tableau II-1) correspondent à la moyenne au kg du prix d'achat facturé par nos fournisseurs sur la période 2016-2019. Il est important de garder en mémoire que les prix dépendent fortement de l'usage auquel est destiné le produit. A titre de comparaison, nous avons répertorié les prix des mêmes produits chez d'autres commerces dont les usages sont divers et variés (Tableau II-2).

Tableau II-2 : Ordre de grandeur des prix des liants organiques selon d'autres usages

Famille de molécule	Sous-famille	Liant	Nom générique	Usage	Fournisseur	Prix fournisseur moyen (€/kg)
Polysaccharides	Amidons	Amidon de blé	Colle d'amidon de blé prête à l'emploi	Colle	Promuseum	9
				Dermatologie	Cooper	11
		Farine de maïs cireux	Amidon de maïs cireux	Alimentaire	Myvegan	8
			Amidon modifié de maïs cireux	Alimentaire	Gourmet Versand	12
	Extraits d'algues	Acide alginique	Alginate	Moulage	Graine Créative	55
			Alginate	Moulage	Creato	23
		Agar agar	Agar agar	Alimentaire	Louis François	87
			Agar agar	Alimentaire	Les Algues Gastronomes	65
	Animales	Chitosan	chitosan	Complément alimentaire	Natura AZ	129
			Chitosan ultra low molecular	Laboratoire	Glentham Life science	131
Protéines	Animales	Caséine	Caséine	Peinture de mur	Houillères de Cruéjols	80
			Caséine	Pigment et peinture	SNC Besnier Mayenne	22
		Ovalbumine	Blanc d'œuf en poudre	Complément alimentaire	MyProtein	22
				Complément alimentaire	Body&Fit	17
				Complément alimentaire	Louis François	39
	Végétales	Gluten	Gluten de blé	Alimentaire	Moulin de Nomexy	3
Polyphénols	Végétales	Acide tannique	Tanin de châtaignier	Oenologie	LAFFORT	11
			Acide tannique	Métier de l'art	Art-chimie	38

Pour chacun des produits, au moins deux fournisseurs sont répertoriés. Les prix peuvent varier beaucoup entre différents fournisseurs. Nous remarquons aussi que les prix des produits sur le marché classique sont nettement moins élevés que ceux des sociétés spécialisées comme indiqué dans le Tableau II-1.

1.3 Les liants minéraux

1.3.1 Le ciment

Il s'agit d'un échantillon du lot de ciment CEM I 52,5 R CE CP2 (NF EN 197-1, 2012) fourni par l'usine du Teil de la société Lafarge Holcim. Le même échantillon est utilisé pour toute l'étude. Le Tableau II-3 présente les caractéristiques fournisseur de ce ciment.

Tableau II-3 : Caractéristiques fournisseur du ciment CEM I 52,5 R utilisé dans cette étude

CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET MECANIQUES						
Début de Prise (min)	Résistances mécaniques (MPa)			Masse Volumique (g/cm ³)	Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	Demande en eau (%)
	1 jour	2 jours	28 jours			
135	26,8	40,6	73,1	3,15	4160	28,6
CONSTITUANTS			CARACTERISTIQUES CHIMIQUES			
Clinker Portland Le Teil			95,0 %	Teneur en sulfates (SO ₃)		3,5%
CaO/SiO ₂			3,1	Teneur en ions chlorures (Cl ⁻)		0,05%
MgO			0,8%	Perte au feu à 950°C		2,1%
C ₃ S			66%	Insolubles		0,4
C ₂ S			13%	Teneur en ions sulfure (S ²⁻)		0,01%
C ₃ A			8%	Alcalins équivalents [Na ₂ O et K ₂ O]		0,2%
C ₄ AF			8%	Alcalins actifs		0,2%
Constituants secondaires						
Calcaire, fines de cuisson, laitier de haut fourneau			5%			
Autres constituants						
Gypse			4,8%			

Nous avons choisi de travailler sur un ciment portland classique car c'est le type de ciment le plus utilisé dans le domaine de la construction avec le béton. Ainsi, une discussion cohérente de l'impact environnemental des solutions développées dans ce travail peut être faite en comparaison avec les matériaux traditionnels à base de ciment. De plus, le fait de travailler avec un ciment CEM I qui ne contient que du clinker permettra d'étudier plus facilement les modifications minéralogiques induites par la stabilisation des terres par ce liant que si nous avons utilisé des ciments composés pour lesquels les réactions d'hydratation sont souvent plus complexes.

1.3.2 La chaux

Nous utilisons une chaux hydratée d'appellation Supercalco S97, de type CL90 (NF EN 459-1, 2015) fournie par l'entreprise Carmeuse. Le Tableau II-4 présente les caractéristiques techniques de cette chaux.

Tableau II-4 : Caractéristiques techniques de la chaux hydratée Supercalco S97

Analyses chimiques		
CaO+MgO		95,8%
Ca(OH) ₂ disponible		93,6%
Eau libre		0,84%
CO ₂		3,05%
MgO		0,52%
SO ₃		0,10%
Propriétés physiques (valeurs moyennes)		
Passant au tamis	200µm	99,4%
	90µm	96,3%
Stabilité		0,79 mm
Contenant en air		2,4%
Pénétration		29 mm
Masse volumique tassée / non tassée		0,86/0,52 g/ml

2 Composition des mélanges stabilisés aux liants minéraux et organiques

2.1 Etude préliminaire sur les liants organiques

➤ Objectifs

L'objectif principal de notre étude est d'augmenter la tenue à l'eau des briques en terre crue grâce à l'ajout de stabilisants. La diversité chimique des produits organiques utilisés dans cette optique implique des comportements divers. Leur efficacité dans le sol dépend de façon variable des conditions de préparation, du protocole de mélange et de l'ajout ou non d'autres composés d'activation (ex : acides, bases, ...). Un protocole expérimental a donc été mis au point afin d'identifier par des méthodes qualitatives les produits organiques les plus prometteurs et ceux nécessitant des études plus approfondies.

➤ Préparation des éprouvettes

De petits échantillons parallélépipédiques sont moulés à la main dans un moule en plastique de dimensions 47 mm x 35 mm x 15 mm avec divers mélanges de sols et de liants (Figure II-4 (a)). Le sol et le liant sont d'abord homogénéisés à sec. Ensuite, l'eau est ajoutée progressivement jusqu'à l'obtention de la consistance désirée. La teneur réelle en eau de ce mélange est mesurée. Les éprouvettes sont ensuite séchées jusqu'à masse constante dans une chambre climatique à 20°C et 50% d'humidité relative.

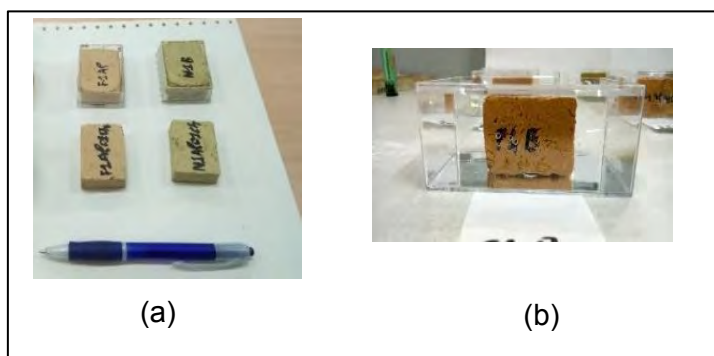


Figure II-4 : Eprouvettes de test de performance des liants organiques (a) et test de tenue à l'eau par immersion (b)

➤ Test de tenue à l'eau des éprouvettes par immersion

Les éprouvettes sèches sont immergées dans une boîte remplie d'eau. Le temps mis jusqu'à la dislocation totale est mesuré et considéré comme la tenue à l'eau du matériau (Figure II-4 (b)). En outre, l'aspect des éprouvettes est observé afin de détecter d'éventuelles fissures de retrait lors du séchage.

2.2 Choix des dosages

A la suite de la discussion sur la pertinence du taux d'incorporation des liants minéraux dans le sol (voir chapitre I), nous avons choisi de retenir durant cette thèse un dosage maximal de 4% pour les liants minéraux (ce pourcentage s'exprime par rapport à la masse sèche de sol). Par souci de cohérence, une même limite de 4% a été appliquée aux mélanges incorporant des liants organiques. Un dosage intermédiaire de 2% est également réalisé afin d'étudier l'évolution des propriétés du matériau en fonction du taux d'incorporation des liants. Ainsi, le diagramme de la Figure II-5 présente une synthèse des matériaux étudiés et le programme expérimental de la partie formulation.

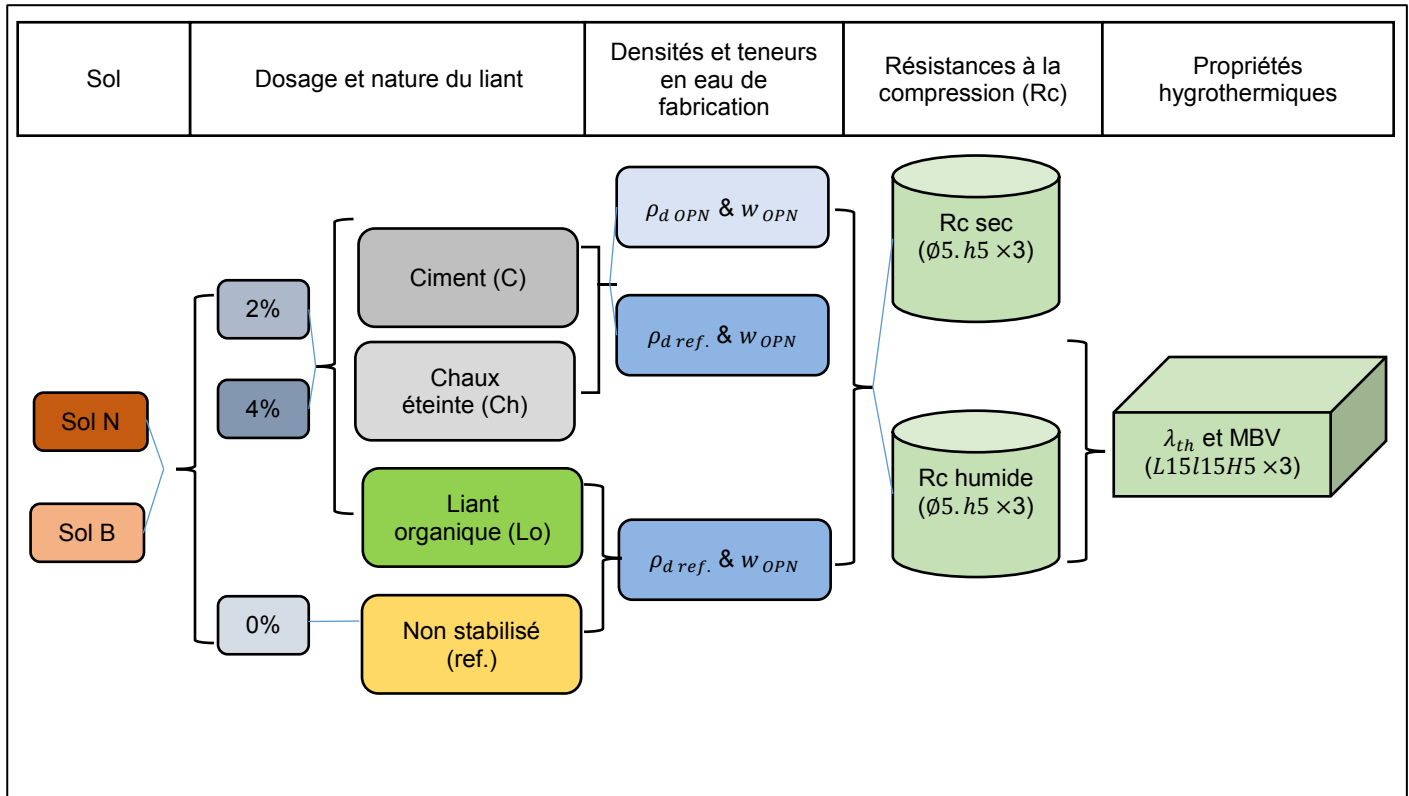


Figure II-5 : Diagramme synthétique des formulations étudiées

La densité des matériaux impacte leurs performances mécaniques. Ainsi, nous avons étudié deux modes de confection sur les sols stabilisés aux liants minéraux :

- une fabrication avec les densités à l'Optimum Proctor Normal ($\rho_{d\,OPN}$) des mélanges non stabilisés et stabilisés avec ciment et chaux ;
- une fabrication pour laquelle nous avons appliqué la même densité sèche à tous les mélanges stabilisés égale à la densité Proctor normale des sols non stabilisés ($\rho_{d\,ref.}$).

Faute de quantités suffisantes de liants organiques, seule la densité Proctor des sols non stabilisés est utilisée pour la fabrication des mélanges avec liants organiques. Les teneurs en eau à l'optimum Proctor des mélanges respectifs sont utilisées pour toutes les confections. Les tests de résistance à la compression sont réalisés sur les éprouvettes cylindriques de diamètre 5cm et de hauteur 5cm (d'éclatement 1). L'étude des propriétés hygrothermiques (conductivité thermique λ_{th} et capacité

tampon hygrique MBV) est faite sur les prismes d'épaisseur 5cm et de côté 15cm uniquement avec les mélanges à densité Proctor égale à celle des sols non stabilisés. Nous pouvons déterminer ainsi l'impact des stabilisations en s'affranchissant de l'effet de la densité sur les performances hygrothermiques des sols. Les procédures de ces différents essais sont décrites dans la section suivante.

3 Procédures expérimentales

3.1 Caractérisation géotechnique

3.1.1 Teneur en eau

La mesure de la teneur en eau est conduit conformément à la norme (NF P94-050, 1995).

La masse m_c d'un contenant à vide est préalablement déterminée. Un échantillon de matériau est prélevé et sa masse initiale dite masse humide m_{h+c} dont celle du contenant métallique est déterminée par pesée. L'ensemble est placé dans une étuve à 105°C jusqu'à masse constante c'est-à-dire lorsque la variation de masse est inférieure à 0,1% entre deux pesées espacées de 24h. Alors, on détermine la masse de l'échantillon sec avec le contenant m_{s+c} .

La teneur en l'eau w de l'échantillon est donc :

$$w (\%) = 100 \times \frac{m_{h+c} - m_{s+c}}{m_{s+c} - m_c} \quad (\text{II-1})$$

3.1.2 Analyse granulométrique

➤ Tamisage par voie humide

Cette méthode (NF P94-041, 1995, pp. 94–041) est utilisée car le sol contient une proportion importante de fines qui s'agglomèrent pour former des grains. La teneur en eau d'un échantillon du sol de masse 300 g est déterminée conformément à la norme (NF P94-050, 1995). Il est ensuite soumis à un lavage sur une colonne de tamis normalisés (Figure II-6) d'ouvertures de mailles décroissantes du haut vers le bas, la plus petite étant de 80µm. Les tamis et leurs refus respectifs sont séchés à l'étuve à 105°C. Les refus sont pesés pour établir le tableau des refus cumulés en fonction des dimensions des mailles des tamis.



Figure II-6 : Dispositif de tamisage par voie humide

La boue de lavage est récupérée. Elle est décantée puis siphonnée et séchée pour l'analyse granulométrique par sédimentation.

➤ Méthode par sédimentation

La méthode par sédimentation (NF P94-057, 1992, p. 94) complète celle par tamisage. Elle est réalisée sur la fraction inférieure à $80\mu\text{m}$. Une poudre d'échantillon sec (NF P94-050, 1995) de cette fraction de $80\text{g} \pm 10\text{g}$ est mise en suspension dans une solution défloculante d'hexamétaphosphate de sodium ($\text{Na}_6(\text{PO}_3)_6, 10\text{H}_2\text{O}$). Après agitation, une série de mesures de densité de la suspension est effectuée en y plongeant un densimètre à des échéances de temps bien définies. Des mesures parallèles de température et de densité de référence sont pratiquées dans une éprouvette témoin contenant de l'eau déminéralisée placée dans la même salle (Figure II-7).



Figure II-7 : Dispositif d'analyse granulométrique par sédimentation

L'évolution de la densité dans le temps permet de déterminer le pourcentage des grains en suspension en fonction de leur diamètre grâce à une approximation de la loi de Stokes. Cette loi donne pour des grains sphériques de même masse volumique la relation entre le diamètre des grains et leur vitesse de sédimentation. Les particules fines du sol sont assimilées à des sphères de diamètres équivalents donnés par la loi de Stokes dont la norme (NF P94-057, 1992, pp. 94–057) donne les détails de calcul (ce qui est une approximation de la réalité, les particules d'argile ou de mica étant sous forme de plaquettes).

Les courbes granulométriques complètes des sols sont tracées à partir des résultats de ces deux essais.

3.1.3 Détermination des limites d'Atterberg

Les limites d'Atterberg sont déterminées sur la fraction inférieure à $400\mu\text{m}$ du sol conformément à la norme (NF P94-051, 1993, pp. 94–051).

➤ Détermination de la limite de liquidité (w_L) :

C'est théoriquement la teneur en eau à laquelle le sol remanié se situe au point de transition entre les états liquide et plastique.

Un échantillon (environ 70g) de cette fraction du sol est humidifié et étalé par couches successives dans une coupelle de Casagrande (Figure II-8) afin d'éviter l'emprisonnement de bulles d'air. La pâte est partagée en deux par un outil à rainurer. L'ensemble est monté délicatement sur l'appareil à chocs puis soumis à une série des chocs en tournant la manivelle jusqu'à la fermeture sur un centimètre de la rainure. On note le nombre de coups nécessaire et on effectue un prélèvement de la pâte sur la partie de fermeture en vue d'une mesure de teneur en eau. La coupelle est ensuite vidée, la pâte mélangée puis étalée pour un léger séchage. L'opération est reproduite de sorte à obtenir une série de quatre à cinq points compris entre 15 et 35 coups. Après obtention des teneurs en eau correspondantes, une droite d'approximation est tracée sur une figure semi-logarithmique de la teneur en eau en fonction du nombre de coups.

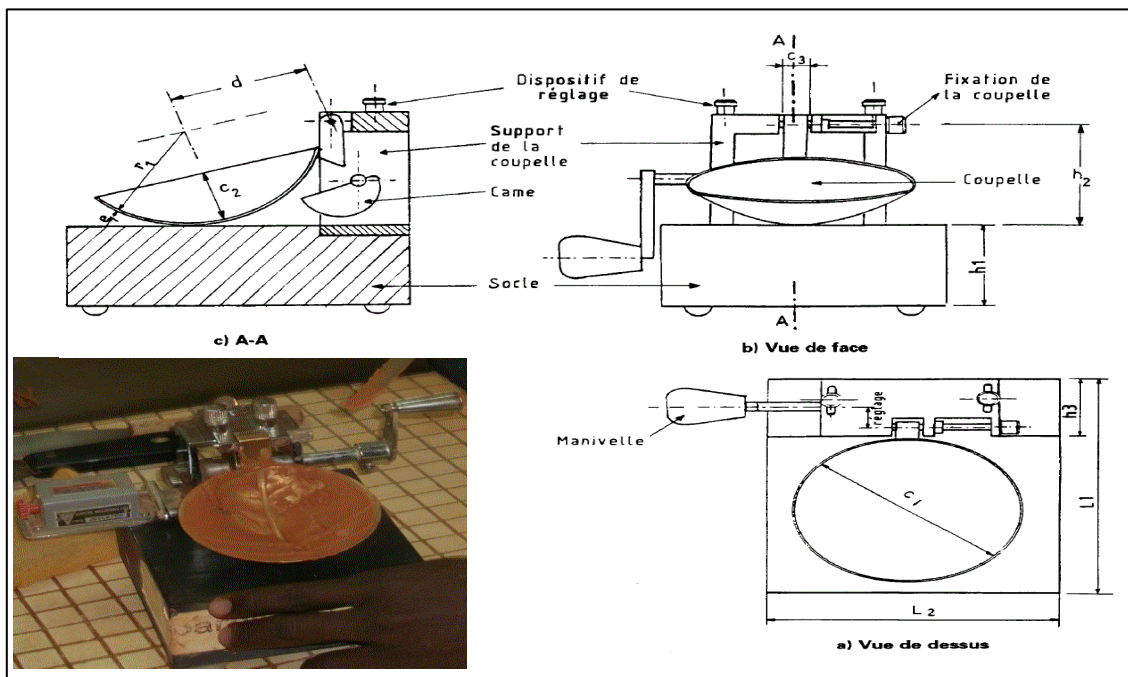


Figure II-8 : L'appareil de Casagrande (NF P94-051, 1993, pp. 94-051)

La limite de liquidité est par définition, la teneur en eau du sol nécessitant 25 coups pour une fermeture de 1 cm.

➤ Détermination de la limite de plasticité (w_p) :

À partir de la pâte précédemment préparée, une boulette est formée. Cette boulette est ensuite roulée sur une plaque lisse à la main de façon à obtenir un rouleau qui est aminci progressivement jusqu'à atteindre 3 mm de diamètre. La cadence de mouvement de la main doit être régulière. L'amincissement du rouleau doit se faire de façon continue et sans coupure dans le sens de sa longueur. Le rouleau au moment où il atteint $3\text{mm} \pm 0,5\text{mm}$, doit avoir environ 10 cm de long et ne pas comporter de creux. La limite de plasticité est obtenue lorsque, simultanément, les fissures apparaissent sur le rouleau dont le diamètre atteint $3\text{mm} \pm 0,5\text{mm}$ et quand on le soulève légèrement. Si aucune fissure n'apparaît, le rouleau est réintégré dans la boulette. La pâte est

ensuite malaxée et séchée légèrement, puis l'opération est reprise. Une fois les fissures apparues, la partie centrale du rouleau est prélevée pour une mesure de teneur en eau. Un deuxième essai est effectué sur une nouvelle boulette.

La limite de plasticité w_p est la teneur en eau d'un rouleau de sol qui se fissure lorsque son diamètre atteint $3 \text{ mm} \pm 0,5\text{mm}$.

- Détermination de l'indice de plasticité (I_p) :

C'est la plage de teneur en eau du sol comprise entre la limite de liquidité et la limite de plasticité. Il se calcule par la relation suivante :

$$I_p = w_L - w_p \quad (\text{II-2})$$

- Détermination de l'activité (A_c) de Skempton 1953 (Chrétien et al., 2007) :

$$A_c = \frac{I_p}{C} \quad (\text{II-3})$$

Avec C la teneur en pourcentage de la fraction argileuse ($< 2\mu\text{m}$) du sol. A_c rapporte l'indice de plasticité à la fraction argileuse présente dans le sol et rend compte ainsi de la nature des minéraux argileux présents dans cette fraction (Cf. Tableau II-5).

Tableau II-5 : Valeurs d'indice d'activité de Skempton de quelques minéraux argileux (Mitchell, 2005)

Minéral argileux	A_c
Smectites	1-7
Illite	0,5-1
Kaolinite	0,5

3.1.4 Valeur au bleu de méthylène des sols

L'activité des argiles présentes dans un sol traduit la prépondérance de leur rôle dans le comportement global du sol en présence d'eau. Elle dépend de la proportion de ces argiles dans le sol et de leurs surfaces externes et internes lesquelles dénotent de la nature minéralogique de ces argiles. La valeur au bleu de méthylène quantifie la capacité d'absorption d'eau des sols sur la fraction inférieure à 5 mm d'un sol (NF P94-068, 1993, pp. 94–068).

Une masse comprise entre 30 g et 60 g de cette fraction de sol est mise en suspension dans 500 ml d'eau déminéralisée. L'ensemble est soumis à une agitation mécanique à 700 tr/min (Figure II-9.a) de sorte à disperser entièrement l'argile. La vitesse d'agitation est diminuée à 400 tr/min, puis on introduit 5 cm^3 à 10 cm^3 de la solution de bleu de méthylène de concentration 10 g/l dans la suspension selon son argilosité. Le test commence 1 min après, en déposant une goutte de la

suspension à l'aide d'une baguette de verre sur du papier filtre maintenu horizontalement. La goutte déposée doit former un dépôt central de 8 mm à 12 mm de diamètre. Le test est dit positif lorsqu'apparaît une auréole périphérique bleu clair, de largeur millimétrique, dans la zone humide de la tâche. Sinon, il est répété en ajoutant successivement 5 cm³ à 10 cm³ de bleu de méthylène (quantité à diminuer progressivement à l'approche de la fin du test) dans la suspension. Le dépôt des gouttes sur le papier filtre s'effectue en décrivant un cercle concentrique (Figure II-9-b).

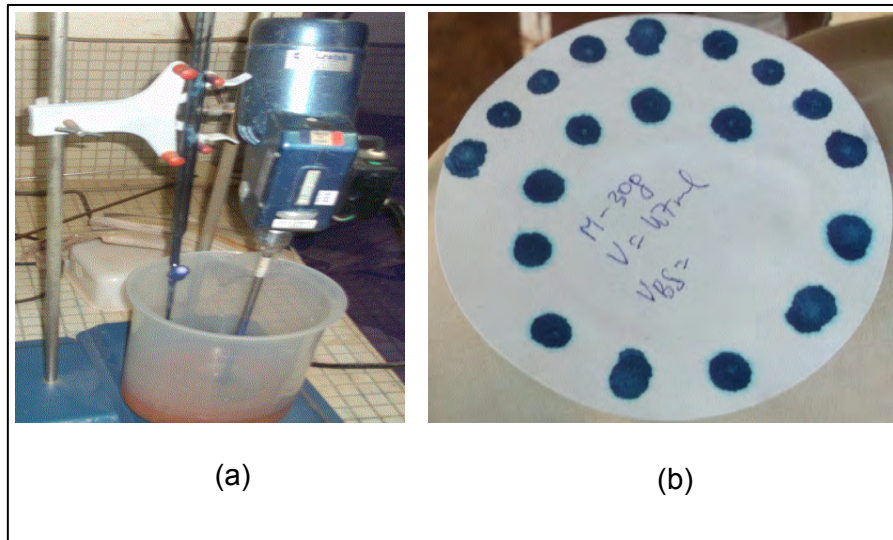


Figure II-9 : Détermination de la valeur au bleu de méthylène du sol (a) agitation mécanique de la suspension de sol, (b) taches de bleu de méthylène sur le papier filtre

La valeur de bleu de méthylène du sol (VBS) s'obtient par les relations suivantes :

- Masse de bleu introduite B (g):

$$B = V \times 0,01 \quad (\text{II-4})$$

Avec V (l) le volume total de solution de bleu de méthylène (de concentration 10 g/l) introduite dans la suspension.

- La valeur au bleu de méthylène du sol (VBS) :

Dans le cas de notre matériau ($D_{max} < 5mm$), l'expression du résultat est

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

Avec m_h (g) la masse de sol utilisé pour l'essai et w sa teneur en eau initiale déterminée en parallèle de l'essai.

VBS est exprimée en grammes de bleu de méthylène pour 100 g de matériau sec. Le Tableau II-6 donne les VBS pour différents types de sols.

Tableau II-6 : Seuils de VBS correspondants à différents types de sols (NF P11-300, 1992, pp. 11–300)

Seuil de VBS (g/100g)	Type de sol
< 0,1	Sol insensible à l'eau (notamment si passant 80 µm < 12%)
0,1-0,2	Début de la sensibilité à l'eau
0,2-1,5	Limite des sols sablo-limoneux
1,5-2,5	Sol limoneux peu plastiques
2,5-6	Sol limoneux de plasticité moyenne
6-8	Sol argileux
> 8	Sol très argileux

- L'indice d'activité de bleu (A_{CB}) du sol peut être déterminé par la formule suivante :

$$A_{CB} = \frac{100 \times VBS}{C} \quad (II-6)$$

Avec C la teneur en pourcentage de la fraction argileuse ($< 2\mu m$) du sol. L'indice d'activité de bleu des sols, contrairement au VBS, s'affranchi de l'effet de proportions massiques des argiles et rend compte du degré d'affinité à l'eau liée aux types de minéraux argileux présents dans le sol. Le Tableau II-7 propose une classification de l'activité des argiles d'un sol en fonction de leurs A_{CB} .

Tableau II-7 : Degré d'activité des argiles selon leur indice d'activité de bleu. D'après D. Lautrin 1989 cité par (Chrétien et al., 2007)

A_{CB}	Qualificatif
<3	Inactive
3-5	Peu active
5-13	Moyennement active
13-18	Active
>18	Très active

3.1.5 Détermination de l'Optimum Proctor Normal

Le test du Proctor Normal a été choisi afin de pouvoir obtenir des compositions permettant une mise en place convenable. Comme ce test est emprunté de son usage classique qui est le domaine routier, certaines adaptations ont été nécessaires. Une adaptation de la norme (NF P94-093, 1999, pp. 94–093) a été nécessaire pour la conduite de cet essai. En effet, pour des quantités limites de liants et de sols, le cycle des cinq à six points a été réalisé sur le même échantillon de sol qui est progressivement humidifié et mélangé avant chaque compactage. En outre, nous avons choisi de déterminer les paramètres de Proctor Normal (moule et compactage de Proctor normal).

3 kg de sol sec est humidifié à une teneur en eau d'environ 10% et placé dans un sac hermétique pendant 24 h avant la réalisation de l'essai. Au moment du test, le liant est ajouté sur ce sol pré

humidifié, mélangé à la main et au malaxeur à couteau. Puis, environ 2% d'eau est ajouté pour la réalisation de chaque point.

Pour le cas particulier des formulations avec liants, le mélange de sol pré-humidifié et de liant est réalisé juste avant le compactage normalisé. Ce choix est dû au fait que nous voulons éviter une évolution importante du comportement du mélange (prise et durcissement du ciment etc.) avant la conduite de l'essai (NF P11-300, 1992, pp. 11–300) pour les mélanges traités.

3.2 Caractérisation chimique et minéralogique

3.2.1 Analyses ICP-AES (Inductively Coupled Plasma-Atomic - Emission Spectrometry)

L'analyse par l'ICP-AES nécessite que les échantillons soient complètement dissouts (digérés) dans une solution. Ainsi, l'échantillon de sol préalablement broyé en poudre ($\leq 80\mu\text{m}$) est fondu en combinaison avec du métaborate de lithium (LiBO_2) pour former une perle. Ces perles sont dissoutes dans un ou plusieurs acides sous forme d'acide fluorhydrique (HF), nitrique (HNO_3) ou chlorhydrique (HCl). Chacune des solutions ainsi obtenues est ensuite utilisée pour l'analyse ICP.

3.2.2 Diffraction des Rayons X (DRX)

Les analyses par Diffraction de Rayons X (DRX) permettent d'identifier les minéraux cristallisés qui constituent le matériau. Elles ont été effectuées sur un diffractomètre de type BRUCKER D8 ADVANCE équipé d'un monochromateur arrière SOLLER et d'une anticathode au cobalt ($\text{CoK}\alpha$). La tension d'accélération utilisée était de 40kV et l'intensité du courant de 30 mA. Toutes les analyses ont été réalisées de 4 à 70° ($2^\circ \theta$) sur des matériaux minéraux préalablement broyés au mortier d'agate jusqu'à obtenir une poudre passant au tamis 80 μm .

En complément à l'analyse sur poudres, la diffraction de rayons X est également réalisée sur des préparations de lames orientées de ces sols (Thiry et al., 2013). L'analyse par diffraction de rayons X sur poudre donne un diagramme complet du sol mais les argiles diffractant peu d'intensité à des distances réticulaires élevées, ces dernières sont peu visibles sur les diagrammes classiques et leur analyse est difficile. Pour faciliter leur caractérisation, une préparation spéciale sur lame orientée est utilisée. Le sol est placé dans de l'eau et on laisse sédimenter une partie du sol pour ne recueillir que les fractions les plus fines considérées comme essentiellement constituées d'argiles à analyser. Une goutte de cette suspension est déposée à la surface d'une lame de verre puis une fois qu'elle a séché, on recommence l'opération jusqu'à avoir une épaisseur suffisante pour analyse. Cette préparation augmente de manière marquée l'intensité des pics caractéristiques des argiles de deux manières : tout d'abord, la suspension est concentrée en argile et d'autre part, les plaquettes d'argiles contenues dans les gouttes vont se déposer de manière parallèle à la lame de verre et ainsi augmenter la diffraction des rayons X (d'où le terme « orientée » de lames orientées). Afin de distinguer certains minéraux argileux de type gonflants comme les smectites, chlorites, vermiculite et les interstratifiés (Mitchell, 2005), une goutte d'éthylène glycol est déposée sur une des lames

orientées et laissée à évaporation sous une hotte pendant 4h avant analyse par DRX. Une autre lame est calcinée à 500°C pendant 1h puis analysée par DRX.

3.2.3 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée à l'aide d'un équipement composé d'un four (METLER TOLEDO) couplé à un système d'acquisition (HP 34970A associé au logiciel STARe v.15). Le principe consiste à mesurer la perte de masse d'un échantillon représentatif de 60-70 mg environ, placé dans un creuset cylindrique, lors de la montée en température jusqu'à 900°C avec une rampe de 10°C/min dans de l'argon. Cet essai permet d'identifier les composés présents dans le sol à partir de leur température de décomposition et, connaissant les équations chimiques des transformations, de calculer la proportion de ces composés. Préalablement à l'essai, les échantillons ont été broyés au mortier d'agate au passant à 80 µm.

3.2.4 Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)

Cette technique se base sur les fréquences de vibration et de torsions symétriques/asymétriques, planes ou pas, caractéristiques des longueurs et forces de liaisons entre les atomes constitutifs d'un matériau (Vaculikova and Plevova, 2005). En effet, lorsqu'on fait passer un rayonnement de spectre infrarouge à travers le matériau, les bandes correspondantes aux fréquences de vibration/torsion typiques des groupes fonctionnels et atomes présents sont absorbées. Cela se manifeste par des pics de diminution de la transmission (ou d'augmentation de l'absorption) de l'onde à des fréquences typiques sur la transformée de Fourier du spectrogramme infrarouge. On peut alors déduire la composition du matériau grâce à des bases de données existantes. Les diagrammes Infrarouge ont été obtenus sur des poudres d'échantillons broyés au mortier d'agate au passant 80 µm en utilisant le spectromètre Perkin Elmer UATR1 type Frontier FT-IR.

3.3 Fabrication des éprouvettes

3.3.1 Confection des éprouvettes

Deux types d'éprouvette ont été confectionnés par compression : des éprouvettes cylindriques de diamètre 5 cm et d'élançement 1 pour les essais de compression sèche et humide et des éprouvettes parallélépipédiques 5 cm * 15 cm * 15 cm pour les essais hygrothermiques.

Les éprouvettes de forme cylindrique de diamètre 5 cm et d'élançement 1 (NF EN 13286-53, 2005, pp. 13286–53) ont été fabriquées par compression statique sur une presse hydraulique de type IGM de capacité 2,5 tonnes. Le sol est pré-humidifié à une teneur en eau d'environ 10% et conservé

dans un sac hermétique pendant 24h. Cette étape vise à assurer une meilleure absorption et une meilleure répartition de l'humidité dans le sol. La teneur en eau réelle du sol pré-humidifié est mesurée afin de déterminer la quantité d'eau à ajouter pour atteindre la teneur en eau nécessaire au moment de la fabrication.

La masse du mélange humide $m_{h/ép}$ à introduire dans le moule cylindrique (NF EN 13286-53, 2005, pp. 13286–53) est déterminée par la relation suivante :

$$m_{h/ép} = [\rho_{dOPN}(1 + w_{OPN})][h_{ép} \left(\pi \frac{\phi_{ép}^2}{4} \right)] \quad (\text{II-7})$$

Avec :

$m_{h/ép}$ la masse du mélange humide par éprouvette (g)

ρ_{dOPN} la masse volumique sèche à l'optimum Proctor normal du mélange (g/cm^3)

w_{OPN} la teneur en eau l'optimum Proctor normal du mélange en valeur décimale (%)

$h_{ép}$ la hauteur de l'éprouvette ici égale à 5 cm pour un élancement de 1

$\phi_{ép}$ le diamètre de l'éprouvette ici égal à 5 cm

On introduit alors dans le cylindre la masse de mélange adéquate calculée avec l'équation (II-7). Ensuite, on referme le moule avec un second piston à embase. On presse dans un sens, on retire les cales et on presse à nouveau dans l'autre sens en maintenant la pression de fermeture constante à chaque fois pendant 10 secondes. Puis, on procède au démoulage à l'aide d'un piston. La Figure II-10 présente une éprouvette juste après le pressage.



Figure II-10 : Eprouvettes cylindriques pressées

Des éprouvettes parallélépipédiques 5 cm * 15 cm * 15 cm sont fabriquées pour la réalisation des essais de conductivité thermique et respectivement de capacité de tampon hydrique (ou *moister buffer value* - MBV). Comme pour les éprouvettes cylindriques, ces éprouvettes prismatiques sont fabriquées par compression statique dans un moule 15 cm * 15 cm * 15 cm (Figure II-11).



Figure II-11 : Fabrication d'éprouvettes parallélépipédiques pour mesures de conductivité thermique et de capacité de tampon hydrique (MBV)

La détermination de la masse volumique sèche apparente (ρ_d) des éprouvettes permet de contrôler la conformité de la fabrication avec les paramètres visés. Les dimensions de l'éprouvette sont mesurées à l'aide d'un pied à coulisse afin de calculer son volume apparent ($V_{ép}$). Ensuite, l'éprouvette est pesée pour obtenir sa masse initiale dite masse humide (m_h). Puis, un échantillon de l'éprouvette est prélevé après le test de compression simple pour la mesure de sa teneur en eau w (Cf. paragraphe 3.1.1). La masse volumique sèche apparente est alors obtenue à partir de la relation suivante :

$$\rho_d = \frac{m_h}{V_{ép}(1 + w)} \quad (II-8)$$

Avec : ρ_d ($\frac{g}{cm^3}$) ; $V_{ép}$ (cm^3) ; m_h (g) ; et w ($\%$)

3.3.2 Conditions de cure

L'utilisation de liants hydrauliques comme le ciment nécessite une période de cure afin de permettre aux réactions d'hydratation de se faire dans les meilleures conditions et ainsi d'améliorer l'efficacité du liant. La cure consiste à maintenir le matériau dans un environnement suffisamment humide pendant une durée suffisante pour maximiser les réactions chimiques. Ainsi, trois conditions de conservation ont été appliquées :

- 1- **Sans cure (0 jour)** : les éprouvettes sont placées directement dans la salle à température contrôlée de 20°C et d'humidité relative de 50% pour séchage ;
- 2- **Une cure de 7 jours** : les éprouvettes sont placées dans un sac hermétique et conservées en salle à température contrôlée de 20°C pour une durée de 7 jours, puis retirées et stockées dans la salle à température contrôlée de 20°C et d'humidité relative de 50% pour séchage ;

- 3- **Une cure de 21 jours** : les éprouvettes sont également mises dans les mêmes conditions qu'en 2-, mais pour une durée de 21 jours, puis retirées pour séchage.

Pendant la durée de séchage, la masse des éprouvettes est suivie par pesées journalières, les éprouvettes étant considérées sèches lorsque la variation de leur masse sur 24 h est inférieure à 0,1%. La durée maximale de cure de 21 jours est préférée aux 28 jours traditionnellement utilisés afin de réduire l'âge de test des éprouvettes qui comprend la durée de cure et le temps de séchage.

3.4 Essai de compression simple à l'état sec

Après séchage, un lot d'éprouvettes est soumis à un essai de compression simple afin de déterminer leur résistance à la compression à l'état sec. Ce test est conduit sur une presse hydraulique de type IGM avec un capteur de force d'une capacité de 50 kN à une vitesse de chargement de 0,2 kN/s correspondant à 0,10 MPa/s pour une section de 50 mm. Elle est légèrement inférieure à la plage de 0,15 MPa/s-0,25 MPa/s préconisée par la norme française sur les BTC (XP P 13-901, 2001, pp. 13-901).

L'éprouvette est placée dans l'axe du capteur de force. La mise en contact entre le plateau du capteur de force et la surface supérieure de l'éprouvette est faite de sorte à avoir une détection de force sur le logiciel inférieure à 10 N. Ensuite, le capteur de déplacement est ajusté au contact avec le plateau de la presse afin d'enregistrer le déplacement au cours de l'essai.

- Calcul de la résistance à la compression à l'état sec σ_c de l'éprouvette :

$$\sigma_c = \frac{F_c}{\pi \times \frac{\varnothing^2}{4}} \quad (\text{II-9})$$

Avec :

σ_c la résistance à la compression de l'éprouvette (MPa)

F_c la force de rupture (N)

\varnothing le diamètre de l'éprouvette (mm) mesuré à l'aide d'un pied à coulisse avant l'essai

- Calcul du module élastique E :

La détermination du module élastique des matériaux nécessite un appareillage spécifique (Cf. Figure II-12). Les Figure II-12-a et Figure II-12-b schématisent les dispositifs préconisés pour une mesure précise de la déformation lors d'un essai de compression simple.

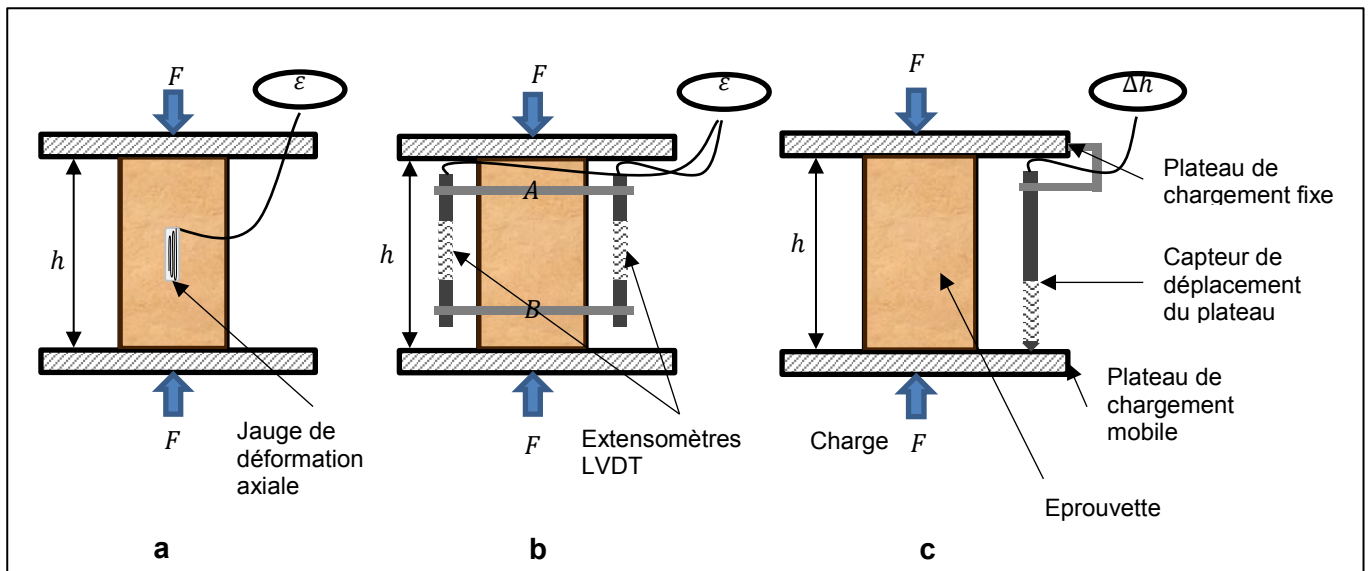


Figure II-12 : Schémas de dispositifs de mesure de la déformation au cours d'un test de résistance à la compression simple : (a) Jauge, (b) extensomètres LVDT, (c) capteur de déplacement.

En outre, on peut distinguer trois types de chargements : statique, dynamique et cyclique. Le Tableau II-8 présente les choix adoptés par différentes études pour la mesure du module élastique de la terre crue.

Tableau II-8 : Méthodes pour la mesure du module élastique dans les études sur la terre crue

	Jauge de déformation	Extensomètres LVDTs	Capteur de déplacement du plateau
Chargement statique		Miccoli, Müller, and Fontana 2014)	(Piattoni et al., 2011)
Chargement dynamique		(Bui et al. 2014)	
Chargement cyclique		(Lima et al., 2012)	

On remarque que la plupart des études sur la terre crue utilise les extensomètres ou les capteurs LVDT (linear variable differential transformer). Ceci est probablement dû au fait qu'ils sont un bon compromis entre la précision de la mesure et le temps de montage du dispositif. Quant aux types de chargement, leur choix dépend des objectifs des auteurs : détermination du module élastique statique ou dynamique.

Dans cette étude, nous avons choisi de déterminer une approximation des modules élastiques des matériaux à l'aide d'un capteur de déplacement de plateau et par application d'une charge statique (Cf. Figure II-12-c). Pour ce faire, on déduit la déformation ϵ (-) globale de l'éprouvette au cours de l'essai par la relation suivante :

$$\epsilon = \frac{\Delta h}{h} \quad \text{(II-10)}$$

Avec Δh (mm) le déplacement global de l'éprouvette mesuré au cours de l'essai et h (mm) la hauteur initiale de l'éprouvette mesurée avant l'essai à l'aide d'un pied-à-coulisse.

On trace la courbe contrainte (σ_c)-déformation (ϵ). Le module élastique approximatif E de l'éprouvette est la pente de la partie linéaire de cette courbe (Cf. Figure II-13).

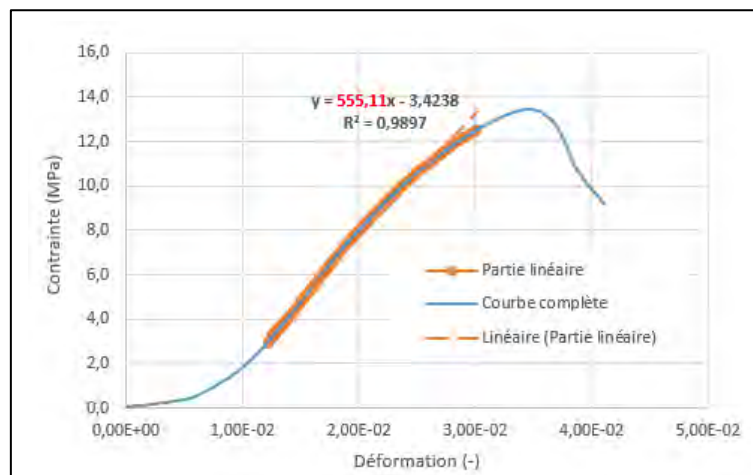


Figure II-13 : Courbe contrainte-déformation pour calcul de module élastique

Ce calcul du module élastique demeure une approximation dont il convient de relever les limites. En effet, la détermination de la déformation par une mesure du déplacement du plateau de chargement (Figure II-12-c) peut être affectée par le frettage, d'éventuels défauts de mise en contact initial entre le plateau et la surface de l'éprouvette ou de tassement initial de l'éprouvette au début du chargement. Néanmoins, cette méthode permet d'avoir une approximation rapide des modules élastiques des matériaux afin de pouvoir étudier leurs évolutions avec la stabilisation.

3.5 Essai de compression simple à l'état humide

Pour la mesure de la résistance à la compression simple à l'état humide des éprouvettes, nous avons adapté les dispositions de la norme sur les BTC (XP P 13-901, 2001, pp. 13–901). Les éprouvettes sont immergées dans un bac d'eau pendant 2h. Puis, elles sont retirées et essuyées à l'aide d'une serviette légère humide. Ensuite, elles sont placées dans un sac hermétique et conservées pendant 48h dans la salle à température contrôlée 20°C (Figure II-14). Après 48h de conservation en sac étanche, les éprouvettes sont soumises au test de compression simple comme décrit dans le paragraphe 3.4.

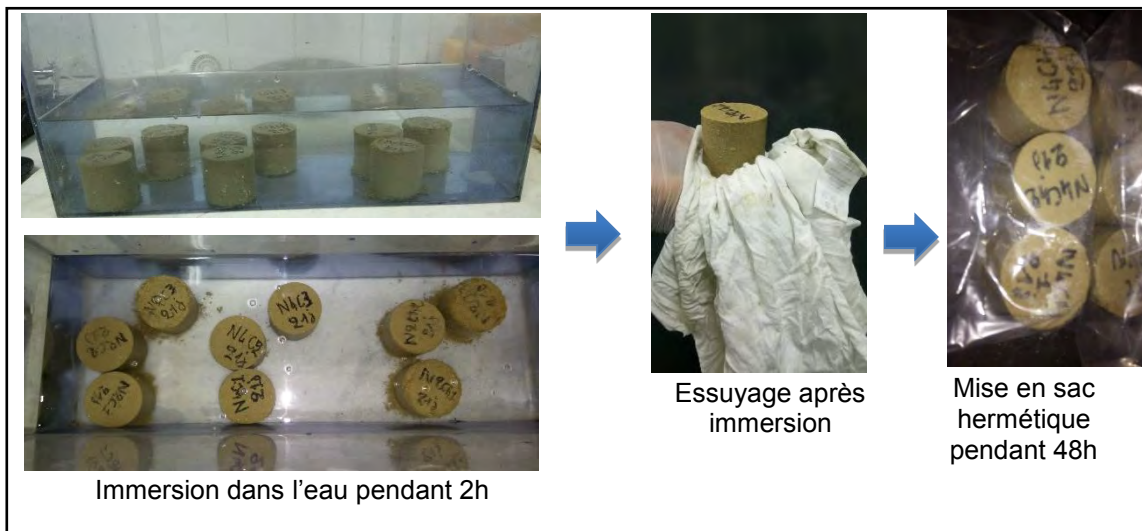


Figure II-14 : Préparation des éprouvettes au test de compression simple à l'état humide

Il est difficile de juger de la tenue à l'eau des briques de terre par ce test qui, comme souvent, est un test essentiellement comparatif. En effet, que signifie la résistance des briques de terre crue mesurée dans ces conditions (immersion 2h puis conservation pendant 24h) ? Il est normal que la résistance diminue par rapport à la compression sèche mais dans quelles proportions ? Nous ne sommes pas aujourd'hui capables de répondre à ces questions. Il existe dans les normes routières des indices d'immersion qui permettent de juger de la résistance des sols traités à l'immersion dans l'eau mais les protocoles d'essai ainsi que les scénarios d'utilisation de ces matériaux sont très différents de la problématique d'une brique de terre crue exposée à la pluie ou à une inondation accidentelle. La question de la tenue à l'eau reste ouverte et il est important dans le futur que les chercheurs travaillant sur le sujet s'emparent de ce problème d'essai et de représentativité d'essai. Pour le moment, nous pourrions utiliser nos résultats de compression humide de deux manières : de manière comparative en classant les différents stabilisants entre eux et aussi par comparaison aux valeurs standards de la norme française sur les BTC même si l'on peut se poser la question de la pertinence des valeurs retenues dans cette norme en cours de révision (Cf. Tableau II-9).

Tableau II-9 : Catégories de blocs pleins de terre crue stabilisée (XP P 13-901, 2001, pp. 13-901)

Blocs pleins	Catégorie		
	BTC 20	BTC 40	BTC 60
Résistance minimale à l'état sec (MPa)	2	4	6
Résistance minimale à l'état humide (MPa)	1	3	3

3.6 Caractérisation hygrothermique

3.6.1 Conductivité thermique par plaque chaude gardée

La conductivité thermique est une grandeur qui caractérise la capacité d'un matériau à se laisser traverser par la chaleur. Dans le domaine du bâtiment, les matériaux à faible conductivité thermique sont intéressants pour leur contribution à la réduction de la consommation énergétique liée au chauffage ou à la climatisation selon la région. De ce fait, cet indicateur de capacité isolante est donc déterminé pour les matériaux de construction en cours de développement. Pour sa mesure, il convient de considérer les paramètres d'influence suivants (NF EN ISO 10456, 2008, p. 10456) :

- L'épaisseur et la densité de l'éprouvette,
- Le taux d'humidité de l'éprouvette,
- L'âge du matériau.

Les mesures de conductivité thermique de nos formulations ont été réalisées avec un appareil λ -Meter EP 500 selon la méthode de la plaque chaude gardée. Les éprouvettes 15 cm * 15 cm * 5 cm sont d'abord conditionnées selon le protocole de cure du paragraphe 3.3.2. Elles sont ensuite séchées jusqu'à masse constante dans une étuve. La norme (NF EN ISO 10456, 2008, p. 10456) préconise un séchage « complet » des matériaux à 105°C afin d'éviter le biais engendré par une différence de taux d'humidité entre les éprouvettes. Toutefois, un séchage à cette température risque de modifier chimiquement nos compositions notamment celles avec l'ovalbumine qui change de structure chimique au-delà de 60°C. Le choix est donc fait de sécher toutes les éprouvettes à une température de 50°C, l'objectif étant de comparer les mesures de conductivité thermique sur l'ensemble de nos formulations. Les éprouvettes sont placées dans un autodessicateur TOTTECH avec des cristaux de silica-gel dans la salle de mesures pendant quelques heures. Ce conditionnement permet une mise en équilibre thermique de l'éprouvette avec la salle de mesure sans reprise d'humidité. La reprise d'humidité au cours de la mesure est également limitée en enveloppant l'éprouvette dans un film cellophane. Cette hypothèse est vérifiée par une pesée de l'éprouvette avant et juste après la mesure.

La mesure est réalisée à une température de 25°C, avec une différence de température de 10 K entre les plaques. Le régime permanent est considéré comme atteint lorsque la conductivité varie de moins de 1% pendant un intervalle de temps de 60 minutes. L'épaisseur réelle et la densité sèche apparente des éprouvettes sont déterminées avant l'essai.

3.6.2 Conductivité thermique par la méthode du fil chaud

La mesure de la conductivité thermique par la méthode du fil chaud est faite à l'aide d'un conductivimètre à Fil chaud NEOTIM FP2C. Elle consiste à placer une sonde à chocs thermiques entre deux échantillons du matériau avec un bon état de surface. La sonde est équipée d'un

thermocouple composé d'une source qui génère un échauffement du matériau, et d'un thermogramme qui mesure la réponse du matériau au cours du temps. Un traitement mathématique du signal permet de déduire la conductivité thermique λ ($W/(m.K)$) du matériau. Cette technique a l'avantage d'être rapide et souple par rapport aux dimensions des éprouvettes mais demeure sensible à la qualité de la surface de contact avec celles-ci.

La sonde utilisée a une résistance $10,9 \Omega$, la puissance de la source est de $0,5W$ et la durée de la mesure est d'environ 100s après une stabilisation de la température ($\Delta T \leq 0,2^\circ C$) sur 60 s. La température ambiante (de la salle) de mesure est maintenue autour de $20^\circ C$.

3.6.3 Capacité tampon hydrique ou Moisture Buffer Value (MBV)

La capacité tampon hydrique est déterminée selon le protocole du NORDTEST (Rode et al., 2005). La profondeur de pénétration à 1% d'humidité relative, est estimée à environ 5 cm sur les matériaux en terre crue les plus hygroscopiques à partir de données de la littérature (Abadie and Mendonça, 2009; McGregor et al., 2014b; Moevus et al., 2013). Le choix de la configuration indiquée sur la Figure II-15 est fait pour garantir le critère d'une épaisseur supérieure à la profondeur de pénétration à 1%.

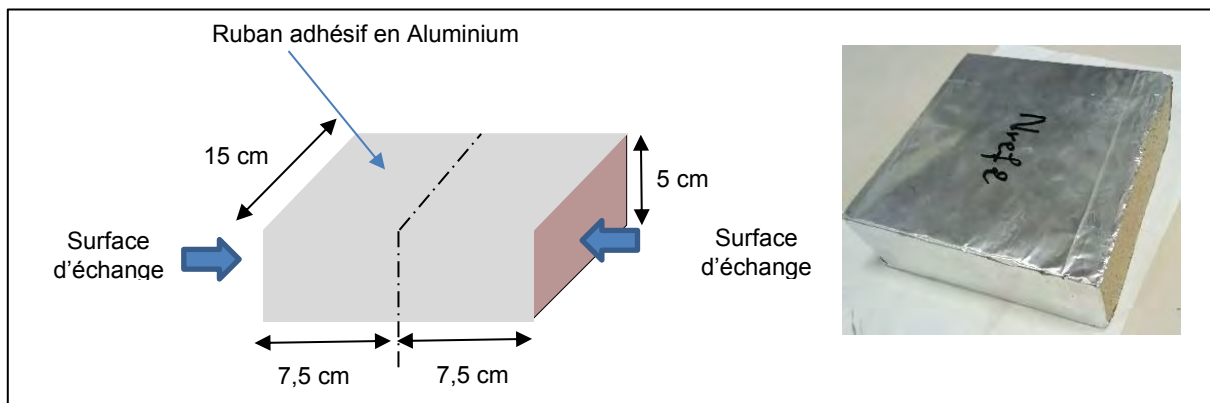


Figure II-15 : Epreuves étanchéifiées pour le test MBV

L'essai est conduit dans une enceinte climatique de type VOCHT à température et à humidité relative (HR) programmables. Les éprouvettes sont placées dans l'enceinte à l'endroit où la vitesse de l'air est sensiblement égale à $0,1$ m/s. Une stabilisation de la masse est faite à 50% HR et à $23^\circ C$. Puis l'essai est réalisé sur 5 cycles de 24 h dont 8 h à 75% HR et 16 h à 33% HR. Les éprouvettes sont pesées trois fois par créneau dont une mesure juste avant la fin du créneau.

La fin de l'essai est conditionnée par deux critères de stabilité :

- Critère 1 : dans un cycle de 24 h (16 h à 33% et 8 h à 75%)

$$\Delta m_{moy} = \frac{|\Delta m_{75\%}| + |\Delta m_{33\%}|}{2} \quad (\text{II-11})$$

$$\text{critère 1: } 100 \times \frac{|\Delta m_{75\%}| - |\Delta m_{33\%}|}{\Delta m_{moy}} \leq 5\% \quad (\text{II-12})$$

- Critère 2 : sur les trois derniers cycles n-3, n-2, et n

$$\text{critère 2: } 100 \times \frac{|\Delta m_{moy_{n-3}} - \Delta m_{moy_n}|}{\Delta m_{moy_n}} \leq 5\% \quad (\text{II-13})$$

Où $\Delta m_{75\%}$ et $\Delta m_{33\%}$ sont les variations de masse sur les créneaux respectifs de 8 h et de 16 h ; Δm_{moy_n} la variation moyenne de masse sur le cycle n.

Le MBV ($g/(\%.m^2)$) du matériau correspondant à un cycle est calculé avec l'équation :

$$MBV = \frac{\Delta m_{moy}}{A \times (75\% - 33\%)} \quad (\text{II-14})$$

Avec A (m^2) la surface totale d'échange d'humidité avec l'air de l'enceinte climatique.

Le MBV du matériau est la valeur moyenne des MBV des trois derniers cycles stabilisés. Le Tableau II-10 présente une classification d'après le protocole Nordtest des performances des matériaux selon leur valeur MBV.

Tableau II-10 : Classe de performance hygroscopiques des matériaux selon leur MBV (Rode et al., 2005)

MBV ($g/(\%HR.m^2)$)	Classe de performance hygroscopique des matériaux
< 0,2	Négligeable
0,2-0,5	Limite
0,5-1,0	Moyenne
1,0-2,0	Bonne
> 2	Excellente

Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif de présenter le contexte expérimental de ce travail de thèse avec les matériaux utilisés durant cette étude et les procédures d'essais. Concernant les matériaux, deux terres provenant de briqueteries d'Occitanie ont été sélectionnées car elles ont des minéralogies différentes et représentatives d'une part importante de sols argileux. Il est à noter que, durant l'étude expérimentale que nous avons réalisée afin de sélectionner les liants organiques les plus efficaces pour la suite de l'étude, nous avons ponctuellement utilisé une troisième terre que nous avons à disposition au LMDC. Cette terre n'ayant été utilisée que pour cette partie de notre travail ne sera présentée que de manière succincte dans la partie relative aux résultats des essais préliminaires dans le chapitre suivant. Dans ce chapitre, nous présenterons aussi les caractéristiques détaillées des sols B et N ainsi que les résultats des essais Proctor sur les sols stabilisés par les liants minéraux et organiques qui serviront de base pour la formulation et la fabrication des éprouvettes de terre stabilisées.

CHAPITRE III :
Caractérisation des matériaux
et formulations des mélanges

SOMMAIRE

CHAPITRE III: CARACTERISATION DES MATERIAUX ET FORMULATIONS DES MELANGES .. 89

INTRODUCTION 89

1 CARACTERISATION DES SOLS..... 90

 1.1 *Caractérisation géotechnique des sols* 90

 1.2 *Caractérisation chimique et minéralogique des sols* 96

2 ETUDE EXPERIMENTALE PRELIMINAIRE SUR LES LIANTS ORGANIQUES..... 103

 2.1 *Résultats des tests préliminaires* 103

 2.2 *Classification des liants organiques étudiés* 104

 2.3 *Conclusions de l'étude préliminaire* 108

3 ESSAIS PROCTOR SUR SOLS STABILISES 109

4 COMPOSITIONS ET COMPACITES DES MELANGES ETUDIES 111

CONCLUSION 114

Chapitre III: Caractérisation des matières premières et formulations des mélanges

Introduction

Ce chapitre se divise en quatre parties. Dans la première partie, nous présenterons les caractérisations géotechnique, chimique et minéralogique approfondies des deux terres utilisées dans cette étude. La connaissance de ces caractéristiques nous permettra de mieux comprendre les résultats obtenus lors des différentes stabilisations chimiques que nous appliquerons à ces terres. Les effets des stabilisants à l'échelle macroscopique pourront être expliqués par les caractéristiques microscopiques des sols et la connaissance des caractéristiques microstructurales de nos matériaux nous aidera à mieux comprendre les différences éventuelles de comportement lors de la stabilisation des terres. La seconde partie de ce chapitre sera consacrée à la présentation des résultats de l'étude expérimentale préliminaire que nous avons réalisée en vue de sélectionner les liants organiques les plus efficaces pour la suite de l'étude. Nous rappelons ici que le principal objectif que nous visons avec l'ajout de stabilisant est d'abord une amélioration de la tenue à l'eau. Ainsi, ce critère sera celui retenu dans le choix des composés organiques éventuellement pré-activés chimiquement. Dans la troisième partie, nous présenterons les résultats des essais Proctor réalisés sur les deux sols stabilisés par les liants minéraux (ciment ou chaux) ou organiques sélectionnés dans l'étude préliminaire. Ces résultats sont très importants car les caractéristiques mesurées serviront de base aux formulations des mélanges qui seront testés dans le prochain chapitre. Ces formulations seront présentées dans la quatrième et dernière partie de ce chapitre.

1 Caractérisation des sols

Les deux sols utilisés dans le cadre de cette étude nous ont été fournis par des briqueteries du sud de la France. Ces deux matériaux ont déjà fait l'objet d'une étude au LMDC dans le cadre du projet Tercuso (Aubert, 2013). Les échantillons reçus pouvant être légèrement différents plusieurs années plus tard, ils ont été de nouveau caractérisés du point de vue géotechnique, chimique et minéralogique et les résultats de ces caractérisations sont présentés dans les paragraphes suivants.

1.1 Caractérisation géotechnique des sols

1.1.1 Les courbes granulométriques

La Figure III-1 présente les courbes granulométriques complètes des sols B et N obtenues par tamisage par voie humide et par sédimentation (NF P94-041, 1995, p. 14; NF P94-057, 1992, pp. 94-057). Le fuseau des sols recommandés pour la fabrication des Blocs de Terre Comprimées (BTC) par la norme (XP P 13-901, 2001) y est également représenté à titre indicatif.

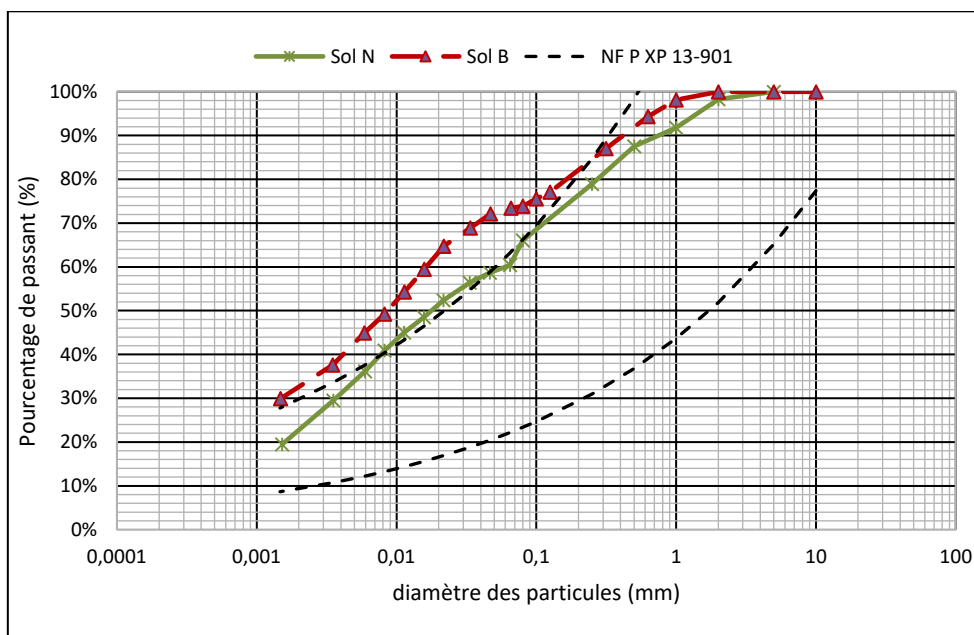


Figure III-1: Courbes granulométriques des sols

Le Tableau III-1 présente les différentes classes granulaires des deux sols étudiés.

Tableau III-1: Classes granulaires des deux sols étudiés

	Argile < 2µm (%)	Limon 2-63 µm (%)	Sable 63-2000 µm (%)	Gravier > 2mm (%)
Sol N	22,5	38,5	37,0	2,0
Sol B	32,0	40,0	28,0	0,0

Les résultats présentés sur la Figure III-1 et dans le Tableau III-1: Classes granulaires des deux sols étudiés montrent que le sol B est plus fin que le sol N. Les courbes granulométriques sont relativement classiques mais, pour le sol N, nous pouvons observer un léger « accident » dans la

courbe granulométrique qui provient du changement de technique pour les particules inférieures ou supérieures à 80 μm (passage du tamisage à la sédimentation). Pour ces deux sols, les quantités de particules inférieures à 2 μm ("argile") sont respectivement égales à 22,5% et 32,0% pour le sol N et le sol B. De plus, la taille maximale des grains étant de 5 mm pour le sol N et de 2 mm pour le sol B, il y a donc des particules qui appartiennent à la classe des graviers pour le sol N alors qu'il n'y en a pas pour le sol B. Globalement, ces deux sols sont très fins et leur granularité est traditionnelle comparée à celle de la littérature sur les briques de terre, même si les quantités d'argile sont souvent en dehors des limites supérieures des spécifications granulaires proposées par la norme française NF XP 13-901 sur CEB (AFNOR 2001). Cependant, ces courbes de référence sont données à titre indicatif pour des BTC et les sols N et B tels que nous les avons reçus sont utilisés sans problème pour la fabrication de briques extrudées (il est reconnu que les terres utilisées pour les briques extrudées sont souvent plus fines que pour les autres techniques de terre crue). De plus, ces fuseaux sont souvent critiqués dans la bibliographie notamment lorsqu'on s'intéresse aux adobes du patrimoine car les courbes granulométriques de ces matériaux sont souvent en dehors du fuseau recommandé (Aubert et al., 2015b). Ces remarques sont d'ailleurs faites dans l'état de l'art réalisé par le TC Rilem « Testing and characterisation of earth-based building materials and elements » qui sera publié dans quelques mois et dont un des chapitres porte sur la caractérisation des terres utilisées dans les différentes techniques de construction en terre crue. Les fuseaux proposés dans la littérature ne constituent qu'un repère et sont ainsi utilisés avec une certaine tolérance. Il existe, en effet, d'autres recommandations sur la granularité des sols dans la littérature qui ne font pas toujours consensus (Jiménez Delgado and Guerrero, 2007).

1.1.2 Les limites d'Atterberg

Les limites d'Atterberg (NF P94-051, 1993) rendent compte du degré de plasticité d'un sol et de son argilosité. La Figure III-2 présente les couples Indice de plasticité (I_P) et limite de liquidité (W_L) des deux sols sur le diagramme de Casagrande.

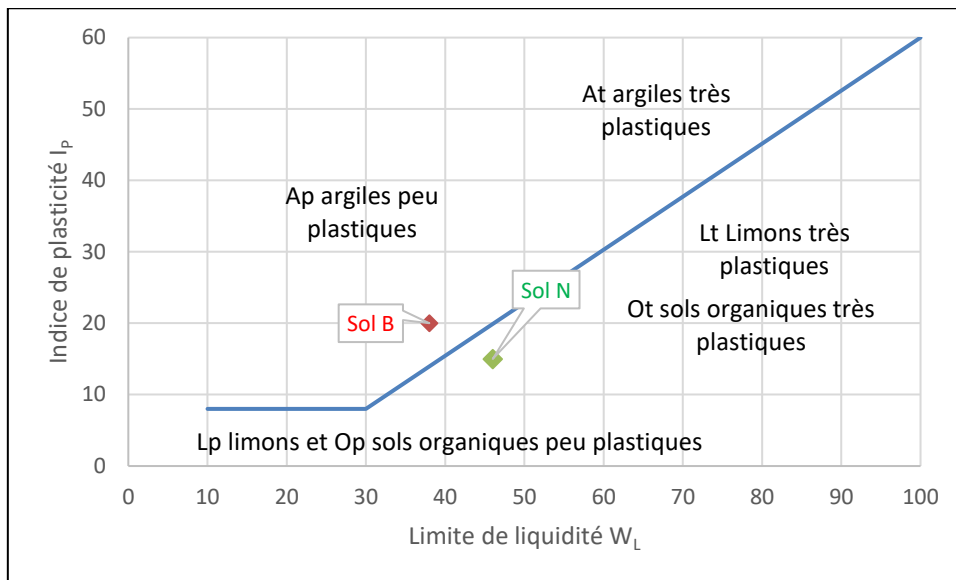


Figure III-2 : Classification des sols B et N sur le diagramme de Casagrande des sols fins (Magnan, 1997)

Sur la base de cette classification, le sol B est une argile peu plastique et le sol N est un limon organique peu plastique. Cette classification grossière utilisée fréquemment dans le domaine routier (NF P11-300, 1992) permet de s'assurer que les sols ne sont pas susceptibles à d'importantes variations dimensionnelles en présence d'eau (cas des catégories At, Ot et Lt). Les indices d'activité A_c de Skempton, calculés à partir de I_p et du pourcentage de passant à $2\ \mu\text{m}$ (argiles), des sols B et N sont respectivement 0,6 et 0,7. C'est deux valeurs sont proches et tombent dans l'intervalle de 0,5-1 correspondant aux illites d'après (Mitchell, 2005).

1.1.3 La valeur au bleu de méthylène

Le Tableau III-2 donne les valeurs au bleu de méthylène (VBS) (NF P94-068, 1993) et l'indice d'activité au bleu (A_{CB}) de la fraction argileuse des sols B et N. Pour rappel, A_{CB} est le rapport de VBS sur la proportion de la fraction inférieure à $2\ \mu\text{m}$.

Tableau III-2 : Valeurs au bleu et indices d'activité au bleu des sols B et N

	Sol B	Sol N
VBS (g/100g)	2,7	4,1
A_{CB} (-)	8,3	18,2

La valeur au bleu du sol quantifie la capacité d'absorption des argiles présentes dans le sol. D'après la norme NF P 11-300 (NF P11-300, 1992), les deux sols dont les VBS sont comprises entre 2,5 et 6 sont des sols limoneux de plasticité moyenne. Le sol N est plus proche de la catégorie des sols dit argileux. Le sol B est plutôt proche du seuil des sols limoneux peu plastiques. En outre, l'indice d'activité des deux sols apporte une nette distinction quant à leurs natures respectives. En effet, avec 18,2 de A_{CB} , le sol N est considéré comme très actif alors que le sol B est moyennement actif avec un A_{CB} égal à 8,3. Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, ces deux sols ont été

choisis pour la thèse car ils ont des minéralogies très différentes : le sol N est composé d'illite, chlorite et de montmorillonite, le sol B d'illite et de kaolinite ce qui sera confirmé lors des études minéralogiques de ces sols. Les valeurs d'activité au bleu de ces deux sols confirment les différences minéralogiques des deux sols.

En comparaison avec les résultats des limites d'Atterberg, nous constatons que les deux indices d'activités A_{CB} et A_C donnent des interprétations très différentes sur les sols B et N alors que tous les deux tendent à rendre compte de la nature des argiles présentes dans ces sols. Cela pourrait s'expliquer par le fait que A_C est déterminé à partir de l'essai des limites d'Atterberg réalisé sur la fraction 0/400 μ m, dont le principe repose sur une mesure de rhéologie (limite de liquidité) et potentiellement sensible à l'effet de matériaux détritiques comme les limons (fraction 2/630 μ m). Or, A_{CB} obtenu à partir de l'essai de VBS, bien qu'effectué sur la fraction 0/5mm, repose sur le principe d'absorption d'eau par les feuillets d'argiles pour lequel les composés détritiques comme les limons et les sables (0,63/2 mm) sont inertes. En somme, nous estimons que lorsque l'essai de la valeur au bleu des sols est bien conduit, A_{CB} est mieux indiqué que A_C pour rendre compte de la nature des minéraux argileux présents dans le sol.

1.1.4 L'Optimum Proctor Normal

La Figure III-3 présente les courbes Proctor des deux sols. Cet essai est emprunté du domaine d'applications routières. En effet, pour la réalisation de murs en pisé ou en blocs de terre comprimée (BTC), les consistances des sols sont proches de celles requises pour les corps de chaussée.

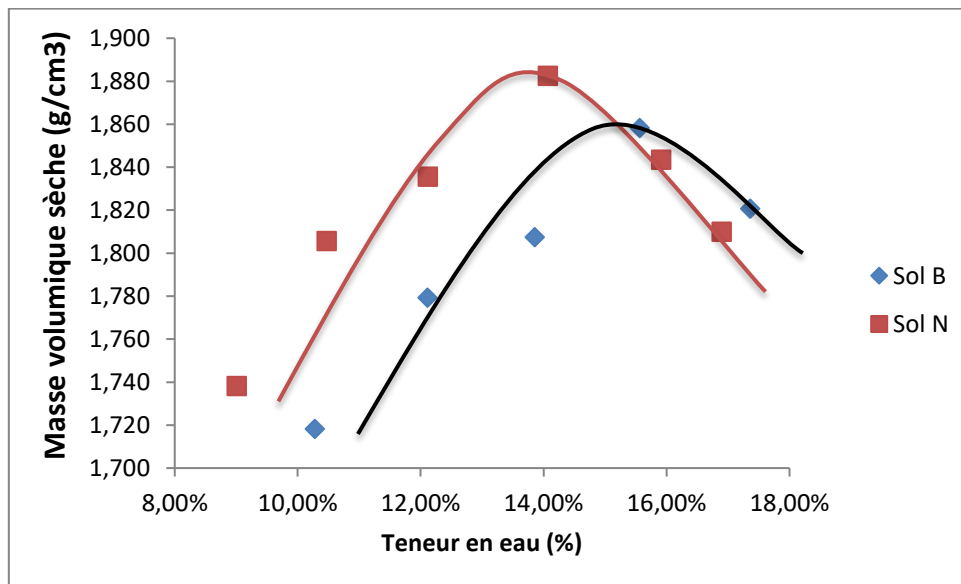


Figure III-3 : Courbes Proctor des sols

Les deux sols ont des teneurs en eau à l'optimum Proctor (w_{OPN}) relativement proches : 15,6% pour le sol B contre 14,1% pour le sol N. De même, les mêmes volumiques sèches à l'optimum Proctor (ρ_d) sont aussi très proches pour les deux sols : 1 860 kg/m³ pour le sol B contre 1 880 kg/m³ pour

le sol N. Les faibles différences observables sur la teneur en eau optimale peuvent s'expliquer par deux caractéristiques des sols qui vont avoir des effets antagonistes mais qui, au final, vont s'annuler : d'une part, la quantité de fines plus importante dans le sol B augmente son affinité à l'eau, mais, d'autre part, la nature minéralogique des argiles contenues dans le sol N (chlorite et montmorillonite) va conduire à une capacité d'absorption d'eau plus grande dans le cas du sol N.

Ces caractéristiques sont extrêmement importantes pour le reste de la thèse car les teneurs en eau OPN et les densités sèches OPN des sols seront utilisées pour la confection des éprouvettes. L'utilisation de ces deux paramètres permet de fabriquer les éprouvettes à énergie de compactage constante. Cette démarche est plus adaptée pour la réalisation des pisés dont la mise en œuvre est très similaire à la réalisation des routes. Une autre approche serait d'utiliser les teneurs en eau à l'OPN et de fabriquer les éprouvettes à une densité définie à l'avance. L'énergie (par extension la force) de compactage est automatiquement ajustée afin d'obtenir la densité visée. Cette dernière démarche est plus proche de la fabrication des BTC qui vont utiliser des presses plus puissantes avec des énergies de compactage variables, certains auteurs ayant même testé les effets de l'hypercompaction sur les propriétés des BTC (Bruno et al., 2017). L'intérêt de ces deux modes de fabrication des blocs de terre crue a été largement étudié dans la thèse de Myriam Olivier (Denis Olivier, 1994).

1.1.5 Bilan des caractéristiques géotechniques

Le Tableau III-3 présente une synthèse des caractéristiques géotechniques des deux sols étudiés.

Tableau III-3 : Caractéristiques géotechniques des sols

	% Argile ($\leq 2 \mu\text{m}$)	% Silt ($2-63 \mu\text{m}$)	% Sable ($63 \mu\text{m}-2 \text{mm}$)	% Gravier ($> 2 \text{mm}$)	w_l	I_p	VBS (g/100g)	W_{OPN} (%)	ρ_{OPN} (kg/m^3)
Sol N	22,5	38,5	37,0	2,0	46	15	4,10	14,1	1880
Sol B	32,0	40,0	28,0	0,0	38	21	2,65	15,6	1860

A partir de ces résultats, nous pouvons faire une classification globale des sols sur la base de leurs caractéristiques géotechniques. A défaut de classification dédiées à la construction en terre crue, on utilise en général celles développées pour les applications routières. La Figure III-4 présente la position des sols N et B sur le diagramme synoptique de classification des matériaux (NF P11-300, 1992) en l'occurrence celui des sols de taille inférieure à 50mm.

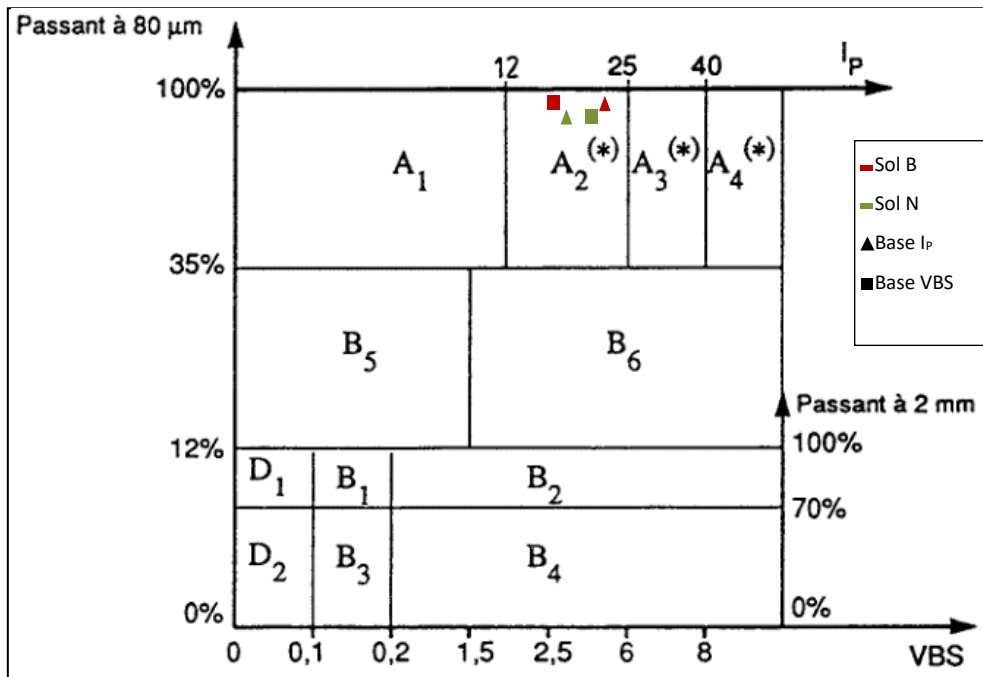


Figure III-4 : Diagramme synoptique des matériaux fins : classification des sols N et B (NF P11-300 1992, 11)

Nous avons placé les sols sur la base de leur passant à 80 µm et de leur I_P d'une part, et de leur passant à 80 µm et de leur VBS d'autre part. Nous observons que les deux sols sont de type A2 et que, pour chacun d'eux, les deux modes de classifications aboutissent à la même catégorie. Ceci démontre la cohérence des résultats obtenus avec les limites d'Atterberg et ceux obtenus avec l'indice de plasticité. Les sols de type A2, réputés pour leur sensibilité à l'eau, nécessitent un traitement pour des utilisations routières mais sont utilisables. Dans le domaine de la construction de bâtiment, leur cohésion est mise à profit pour fabriquer des briques compactes mais il existe des risques de fissure de retrait au séchage et de gonflements en présence d'humidité. Les deux sols provenant de briqueteries industrielles et étant utilisés tels quels pour la fabrication de briques extrudées, nous pouvons en conclure que ces risques ont été maîtrisés par le fabricant durant la formulation de ces mélanges.

1.2 Caractérisation chimique et minéralogique des sols

1.2.1 Composition chimique

Le Tableau III-4 présente la composition chimique des sols N et B obtenue par ICP AES et la perte au feu.

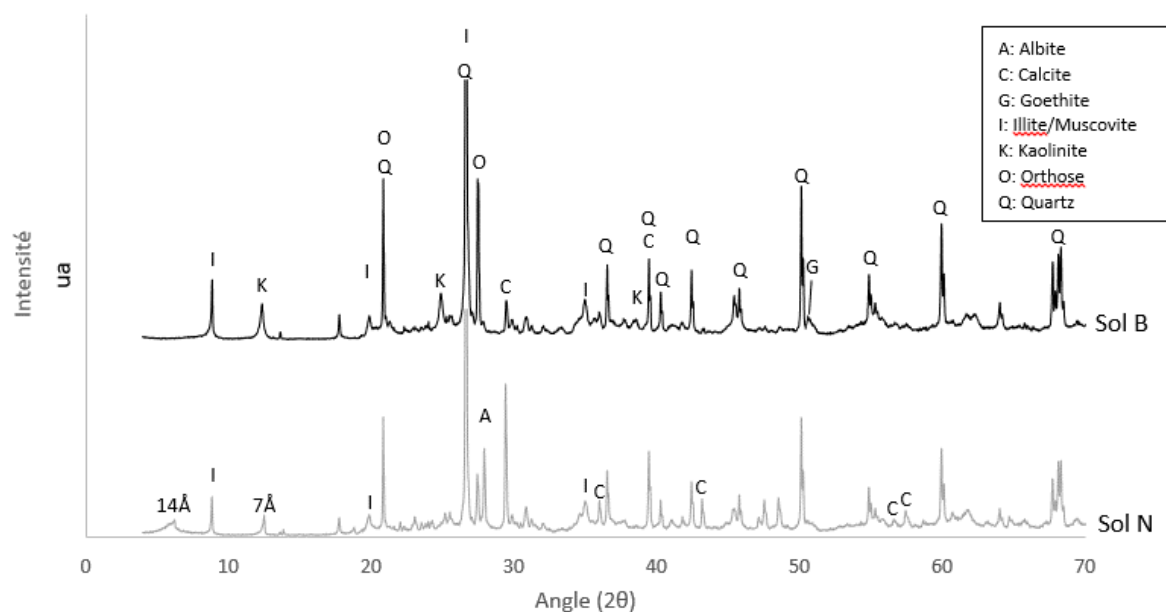
Tableau III-4 : Compositions chimiques des sols

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	Perte au feu	Total
% Sol N	55,18	13,98	7,27	4,69	2,94	2,28	0,66	0,54	0,16	0,061	11,72	99,47
% Sol B	61,71	17,24	1,87	5,59	3,84	1,34	0,16	0,73	0,12	0,066	7,52	100,16

Les deux sols sont essentiellement composés de silice et d'alumine. Ces composés se répartissent entre les minéraux argileux et dans les minéraux détritiques des sols (quartz, feldspaths etc.). Le sol B contient plus de SiO₂ et d'Al₂O₃ que le sol N. Les autres éléments importants sont les oxydes de fer (environ 5%) et de potassium (environ 3%) : pour ces deux éléments, les proportions contenues dans les deux sols sont similaires. Enfin, l'oxyde de magnésium mais surtout de calcium sont présents en quantités significatives et leur teneur est beaucoup plus élevée dans le sol N que dans le sol B. Aussi, la perte au feu mesurée à 1000°C sur le sol N est plus élevée que sur le sol B. Ceci pourrait être dû à la présence d'eau d'hydratation plus importante dans le sol N que dans le sol B, et à la décarbonatation de la calcite contenue dans les sols. Ceci pourra être vérifié par analyse minéralogique par Diffraction des Rayons X (DRX) et analyse thermogravimétrique. Bien qu'à des proportions inférieures à 1% dans les deux sols, le sodium est plus important dans le sol N que dans le sol B. Cette présence de sodium dans des sols altérés est souvent associée à la présence d'albite ce qui sera vérifié par DRX.

1.2.2 Diffraction des Rayons X

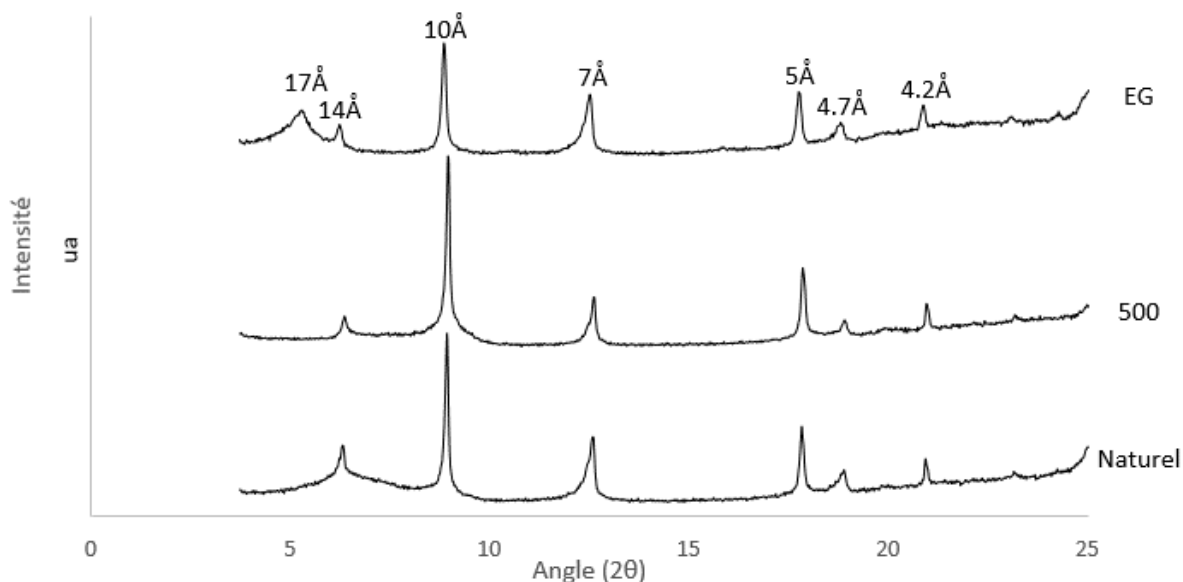
La Figure III-5 présente les diagrammes de rayons X des deux sols broyés. Pour des questions de présentation, les deux pics du quartz ont été coupés de manière aléatoire. Il faut donc être très prudent dans les interprétations pseudo-quantitatives de ces diagrammes par comparaison des hauteurs de pics.



ua : unité arbitraire

Figure III-5 : Diagrammes de rayons X des deux sols

La Figure III-5 montre que le principal constituant des deux sols est le quartz (SiO_2), ce qui coïncide avec la composition chimique qui a montré que SiO_2 est l'oxyde majoritaire de ces deux sols. En plus du quartz, les diagrammes montrent que les deux sols contiennent des feldspaths, de la calcite (CaCO_3) et de la goéthite (FeOOH). Il y a néanmoins des différences marquées entre les deux sols. Premièrement, le pic de calcite dans le sol N est beaucoup plus élevé que celui du sol B, ce qui confirme les premiers résultats des analyses chimiques. De plus, la nature des feldspaths contenus dans les deux sols est différente : le sol N contient de l'albite ($\text{NaSi}_3\text{AlO}_8$) et de l'orthoclase (KSi_3AlO_8) alors que le sol B contient seulement de l'orthoclase. Là encore, ce résultat est cohérent par rapport aux observations faites sur les compositions chimiques. Enfin, il existe d'importantes différences dans la nature des minéraux argileux et c'est la raison du choix de ces deux sols différents pour cette étude. Le sol B contient de l'illite / muscovite (il n'est pas possible de distinguer ces deux phases à l'aide de la DRX) et de la kaolinite. Toutefois, nous pouvons confirmer la présence effective des muscovites dans le sol B par l'observation des plaquettes scintillantes à l'œil nu. Enfin, le diagramme de la Figure III-5 ne permet pas de déterminer la nature des argiles présentes dans le sol N car les pics à 14 Å peuvent correspondre à différents types d'argile. Cela justifie l'utilisation de la technique des lames orientées dont les diagrammes de DRX sont présentés sur la Figure III-6.



ua : unité arbitraire

Figure III-6 : Diagrammes de rayons X des lames orientées (EG : éthylène glycol, 500 : chauffé à 500°C et naturel)

Une analyse des minéraux argileux a été effectuée en considérant l'évolution des quatre premiers pics (de gauche à droite) du sol N au cours des différentes préparations. Sur l'échantillon naturel, les pics à 14 Å et à 7 Å pourraient correspondre aux réflexions (001) et (002) des montmorillonites, chlorite ou vermiculite. Les pics 10 Å et 5 Å montrent la présence d'illite. L'intensité des pics à 14 Å et à 7 Å a diminué après le chauffage à 500°C avec un élargissement du pic à 10 Å mais ces pics n'ont pas totalement disparu ce qui prouve la présence de chlorite. De plus, le traitement à l'éthylène glycol a déplacé le pic de 14 Å à 17 Å montrant ainsi la présence de montmorillonite. En conclusion, la DRX sur lames orientées montre que le sol N contient trois types de minéraux argileux : illite, chlorite et montmorillonite alors que le sol B ne contient que de l'illite et de la kaolinite.

1.2.3 Analyse thermogravimétrique

Les courbes de l'analyse thermogravimétriques (ATG) des deux sols sont présentées sur la Figure III-7.

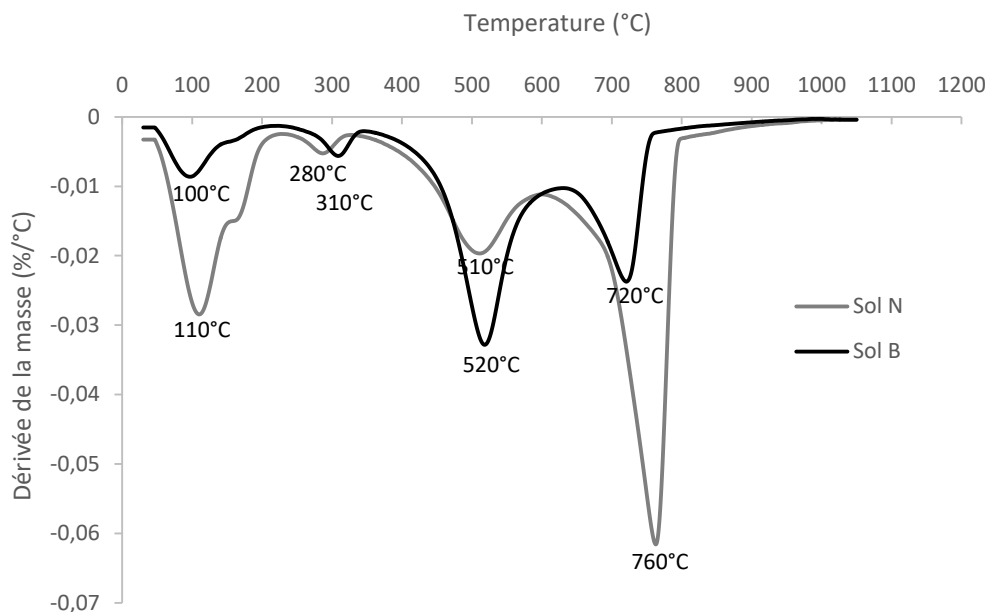


Figure III-7 : Analyse thermogravimétrique des sols B et N

Nous distinguons principalement quatre pics pour les deux sols : un à 100-200 °C, un autour de 300 °C, un à 500-550 °C et, enfin, un à 700-800 °C :

- la première plage à 100-200 °C correspond au départ d'eau hygroscopique ;
- les pics à 300 °C proviennent de la déshydroxylation de la goethite (FeOOH) ;
- ensuite, la déshydroxylation des minéraux argileux a lieu dans la plage 500-550 °C ;
- enfin, la décarbonatation de la calcite (CaCO_3) se produit sur la plage 700-800 °C.

Ces différents pics sont les mêmes pour les deux sols mais des différences d'intensité significatives existent. Le premier pic correspondant à l'eau hygroscopique est beaucoup plus élevé pour le sol N ce qui est cohérent avec la nature des minéraux argileux qu'il contient (les chlorites et essentiellement les montmorillonites sont capables de "stocker" beaucoup d'eau). Par contre, le pic à 500 °C qui correspond à la déshydroxylation des minéraux argileux est beaucoup plus faible, ce qui montre que le sol N contient moins de minéraux argileux que le sol B. Enfin, le pic correspondant à la décarbonatation de la calcite est beaucoup plus élevé dans le sol N ce qui confirme les observations précédentes faites par DRX et lors de l'analyse des compositions chimiques.

Les analyses ATG permettent de calculer la concentration en certaines phases comme la goethite et la calcite avec les pertes de masse respectives autour de 300 et 700 °C. Le Tableau III-5 présente les hypothèses et les résultats des calculs. Les teneurs vont fortement varier en fonction de la gamme de température prise en compte : pour la goethite, le pic est assez bien marqué mais pour la calcite, il est plus difficile d'être précis sur la température de décarbonatation, le pic étant très large.

Tableau III-5 : Quantification de la calcite et de la goethite contenues dans sols

Minéral		Sol N	Sol B
Goethite	Plage de température utilisée pour le calcul (°C)	230-330	220-340
	Teneur en goethite calculée (%)	1,3	2,2
	Teneur en Fe ₂ O ₃ correspondante (%)	1,2	2,0
	Fe ₂ O ₃ de la composition chimique (%)	4,7	5,6
Calcite	Plage de température utilisée pour le calcul (°C)	670-800	650-760
	Teneur en calcite calculée (%)	11,6	5,3
	Teneur en CaO correspondante (%)	6,5	3,0
	CaO de la composition chimique (%)	7,3	1,9
	MgO de la composition chimique (%)	2,3	1,3

Les teneurs en goethite et en calcite peuvent être comparées aux teneurs en oxydes de la composition chimique des sols.

Pour la goethite, la réserve d'oxydes de fer est très importante ce qui montre que ces oxydes de fer sont présents sous d'autres formes dans ces sols : pour le sol N, une quantité importante peut se trouver dans les différentes argiles (illite, chlorite et montmorillonite) ; par contre, pour le sol B, en dehors de l'illite qui peut contenir un peu de fer, la kaolinite est connue pour ne pas contenir de fer (ou très peu) dans son réseau. Le fer doit donc se trouver sous une autre forme qui n'a pas été identifiée par DRX sans doute à cause du grand nombre de pics et aussi de la faible teneur en ces phases. Si tout le fer restant dans le sol B était sous forme d'hématite (Fe₂O₃), cela représenterait 3,6% ce qui est difficilement observable par DRX. La présence de ces oxydes de fer « libres » est cohérente avec la coloration rouge du sol B.

Pour la calcite, la comparaison avec la composition chimique fonctionne dans le cas du sol N (6,5% de CaO présent dans CaCO₃ pour une teneur globale de 7,3%) mais, par contre, cela ne fonctionne pas pour le sol B (3,0% contre 1,9% de CaO global). Cela peut provenir d'une surestimation de la quantité de calcite elle-même due à l'utilisation d'une gamme de température trop large mais, plus vraisemblablement, cela vient du fait qu'il y a une quantité non négligeable de MgO en substitution du CaO dans la calcite.

1.2.4 Spectroscopie à Infra rouge

La Figure III-8 présente les bandes de transmission des sols B et N soumis à la spectroscopie infrarouge.

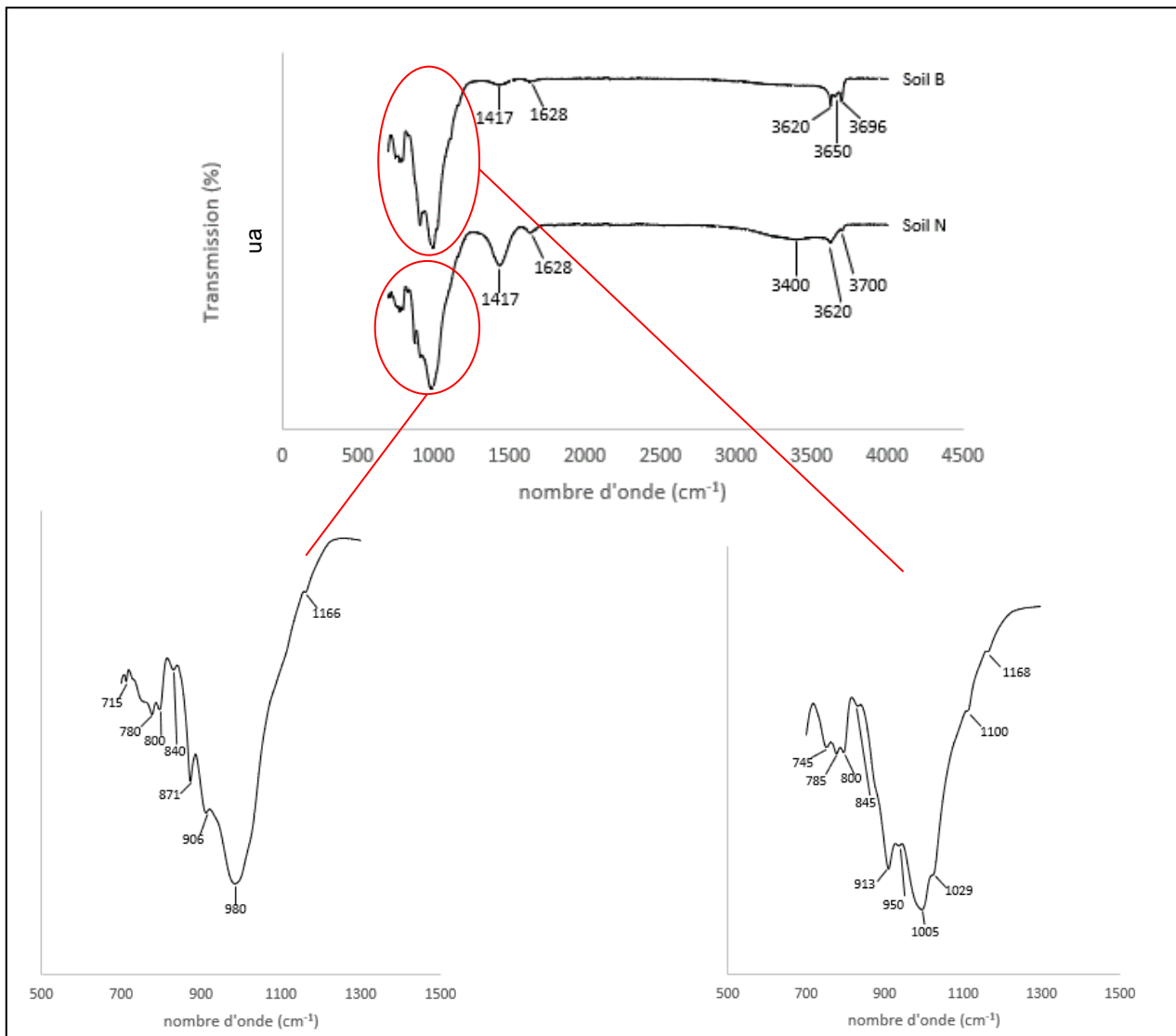


Figure III-8: Spectres infrarouges des sols B et N

D'après (Vaculikova and Plevova, 2005), les spectres infrarouges des minéraux argileux peuvent être répartis en différentes bandes caractéristiques des groupes fonctionnels et liaisons constitutifs desdits minéraux. Ainsi, les vibrations de $-OH$ sont observées dans la bande de $3400-3750\text{ cm}^{-1}$, les torsions des liaisons Métal-OH s'observent dans la zone $600-950\text{ cm}^{-1}$. De 700 à 1200 cm^{-1} , ce sont les vibrations de Si-O et de Al-O qui apparaissent. Les torsions de ces dernières apparaissent le plus souvent dans la zone $150-600\text{ cm}^{-1}$ et les vibrations liées aux cations interfoliaires ont lieu dans la zone $33-333\text{ cm}^{-1}$ mais ces vibrations ne peuvent être observées sur ces spectres qui ne vont pas en deçà de 700 cm^{-1} .

Nous remarquons dans la littérature que les fréquences caractéristiques données diffèrent de quelques cm^{-1} à une dizaine de cm^{-1} . Ceci pourrait s'expliquer par le fait que leur lecture est faite graphiquement limitant ainsi la précision des valeurs de pics. Aussi, l'identification d'un minéral dans un sol se fait en général par l'observation de plusieurs pics caractéristiques des liaisons et groupes fonctionnels constitutifs de ce dernier.

Pour les deux sols, nous observons une absorption importante des rayonnements infrarouges entre 700 et 1200 cm^{-1} . Ceci montre la présence des liaisons Si-O, Al-O dans les deux matériaux corroborant les résultats d'analyses chimiques. La présence de quartz dans les deux sols est marquée par les pics autour de 1100 cm^{-1} , 800 cm^{-1} et 780 cm^{-1} . Les carbonates (calcite) présents dans les deux sols se manifestent par les pics autour de 1420 cm^{-1} et de 880 cm^{-1} . Nous remarquons d'ailleurs que l'absorption par les carbonates est plus forte sur le sol N que sur le sol B, ce qui correspond aux observations faites sur les analyses chimiques et thermogravimétrie différentielle ainsi que sur les diffractions des rayons X des sols.

Pour le sol B, les pics étroits à 3696 cm^{-1} et 3620 cm^{-1} proviennent de groupe -OH interne et sont caractéristiques de la famille des kaolins (Vaculikova and Plevova, 2005). Aussi, les pics à 913 cm^{-1} et 938 cm^{-1} et les pics à 794 cm^{-1} et 698 cm^{-1} proviennent respectivement de la déformation des groupes -OH et des vibrations des liaisons Si-O de la kaolinite. La présence d'illite et de muscovite est caractérisée par les pics de vibration de -OH associé au couple de 829 cm^{-1} et 750 cm^{-1} correspondants respectivement à la vibration de Al-Mg-OH (illite) et à la vibration plane de de Al-O-Si (muscovite).

Pour le sol N, la large bande de vibration de -OH à 3624 cm^{-1} combinée avec les pics de 915 cm^{-1} de Al-Al-OH et de 843 cm^{-1} de Al-Mg-OH sont caractéristiques des montmorillonites. La grande bosse autour de 3400 cm^{-1} représente les vibrations des groupes -OH de l'eau présente dans les montmorillonites. Les pics caractéristiques des illites/muscovites sont également observés sur le spectre du sol N.

2 Etude expérimentale préliminaire sur les liants organiques

Le sol B n'étant pas disponible au moment de l'étude préliminaire (début de la thèse), nous avons ponctuellement utilisé un sol à base de Fines Argilo-Calcaires (FAC) (résidu de lavage de granulats calcaires) que nous avons à disposition au LMDC et qui avait été largement utilisé et caractérisé dans le cadre d'une étude antérieure (Laborel-Preneron et al., 2017). Ce sol, noté « F », a été utilisé en parallèle du sol N afin de tester les liants organiques sur des natures de sol différentes. Enfin, le sol F est principalement constitué de calcite (CaCO_3) (60%) et de kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) (11%) et d'illite ($\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3)\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) (11%) comme argiles. Les autres minéraux présents en plus faibles quantités sont : le quartz (SiO_2) (10%), la dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) (6%) et la goethite ($\text{FeO}(\text{OH})$) (3%). Quelques caractéristiques supplémentaires de ce sol sont présentées dans le Tableau III-6.

Tableau III-6 : Caractéristiques géotechniques et composition chimique du sol F (Laborel-Preneron et al., 2017)

Caractéristiques géotechniques											
	% argile ($\leq 2 \mu\text{m}$)	% limon ($2 \mu\text{m} - 63 \mu\text{m}$)	% sable ($63 \mu\text{m} - 2 \text{mm}$)	W_L	I_P	Proctor		Proctor			
						w_{OPN} (%)		ρ_{OPN} (kg/m^3)			
Sol F	28,0	67,0	5,0	30	30	14,0		1988			
Composition chimique											
Oxydes	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	TiO_2	P_2O_3	PF
%	18,73	7,47	2,39	0,03	1,27	35,27	0,09	0,90	0,39	0,09	31,92

2.1 Résultats des tests préliminaires

Le Tableau III-7 présente les différentes formulations à base des liants organiques testées ainsi que leurs tenues à l'eau exprimée en durée (correspondant au temps avant désintégration de l'éprouvette dans l'eau). Les matériaux non stabilisés se disloquent totalement en moins de 10 min d'immersion dans l'eau. Pour certains liants organiques, il est nécessaire d'avoir recours à une préactivation (voir chapitre 1 de la thèse). La plupart du temps, c'est une modification de pH (augmentation de la basicité) ou une addition de calcium (cas de l'acide alginique) qui est nécessaire à l'activation du composé organique. Ainsi, nous avons décidé d'ajouter une quantité diluée de chaux (à 0,1%) qui joue à la fois les deux rôles. Nous avons voulu vérifier qu'un ajout de 0,1% de chaux au sol ne modifiait pas sa tenue à l'eau ce qui semble être le cas. Enfin, pour l'amidon, il est souvent recommandé de l'utiliser sous forme d'empois. Ainsi, la colonne « traitement thermique à 68°C » sur le maïs cireux correspond à la fabrication d'un empois d'amidon (gel thermique) à base de maïs cireux délayé dans l'eau et chauffé à 68°C.

Tableau III-7 : Tenue à l'eau des différentes formulations à base de liants organiques

Composition				Sol F				Sol N			
Liant	Dosage	Pré-activation		code	Teneur en eau (%)	Tenue à l'eau	Fissures	code	Teneur en eau (%)	Tenue à l'eau	Fissures
		Ca(OH) ₂	T°C								
Référence	0%	0,1%						N0,1Ch	29,7	7 min	
				F	28,7	10min		N	29,9	6 min	
Blancol (amidon de blé)	1%			F1B	30,5	24min		N1B	29,1		
	4%	0,1%						N4B0,1Ch	37,1	3 jours	x
	4%			F4B	36,7	3jours		N4B	38,7	3 jours	x
Maïs cireux	4%	0,1%						N4Mc0,1Ch	30,1	7 min	
	4%		68°C	F4Mc	40,8	6min		N4Mc	41,2	20 min	
	4%							N4Mc	31,1	7 min	
Acide alginique	1%			F1	33,6	240min					
	1%	0,1%		F1Al0,1Ch	34,1	240min		N1Al0,1Ch	35,5	2h20	
	4%	0,1%						N4Al0,1Ch	51,2	7 min	x
	4%							N4Al0,1Ch	47,5	7min	x
Agar agar	4%			F4AA	34,1	4min					
	4%	0,1%		F4AA0,1Ch	34,8	4min					
Gluten	1%								32,1	100 min	
Caséine	4%	0,1%						N4C0,1Ch	52,1	7 jours	
	4%							N4C	35,0	17 min	
Ovalbumine	4%	0,1%						N4Ov0,1Ch	44,1	7 jours	
	4%							N4C	44,8	7 jours	
Acide tannique	4%	0,1%						N4Ta0,1Ch	29,9	15 min	
	4%							N4Ta	30,3	15 min	

On constate d'après les résultats du Tableau III-7 que les ajouts de liants organiques ont un effet non négligeable sur la demande en eau pour maintenir une consistance à peu près homogène. Nous n'avons pas investigué cet aspect afin de limiter le temps de la phase étude préliminaire. Le Tableau III-7 montre que certains composés organiques augmentent la demande en eau de manière importante comme le Blancol, l'acide alginique activé, la caséine activée et l'ovalbumine. De plus, nous avons dans l'idée que l'ajout d'acide tannique pourrait avoir un effet au contraire fluidifiant mais les résultats sur le sol N ne semble pas aller dans ce sens. Ceci va un peu à l'encontre de ce qui est observé dans la littérature et il faudrait vérifier dans une étude ultérieure si cela ne vient pas de la nature du sol N (notamment des argiles qu'il contient).

2.2 Classification des liants organiques étudiés

A partir du Tableau III-7, il est possible de dégager trois grandes familles de formulations selon leur tenue à l'eau et l'apparition de fissures ou non sur les éprouvettes après séchage présentées dans le Tableau III-8 :

- la catégorie des formulations « Bon » correspond à celles qui tiennent plus d'un jour dans l'eau sans se disloquer ;
- la catégorie des formulations « moyen » sont celles qui tiennent entre 2 h et un jour dans l'eau sans se disloquer ;
- et enfin la catégorie des formulations « faible » qui tiennent moins de 2 h dans l'eau.

Le temps de désintégration minimum de 2 heures fait référence au protocole d'essai (XP P 13-901, 2001). De même, la norme allemande DIN 18952 partie 2, citée par (Gernot Minke, 2009), recommande une valeur limite plus souple de 45 min. Les temps de tenue à l'eau de toutes les éprouvettes de catégorie faible de notre étude sont également inférieurs à ce critère.

Tableau III-8 : Synthèse des performances des liants organiques

	Sol		Sol F				
	Dosage liant		1%		4%		
	Pré-activation		-	0,1% chaud	-	0,1% chaud	68°C
Catégorie	Bon (>1j)	1			Blancol	Caséine	
	Moyen (2h-1j)	2		Acide alginique			
	Faible (<2h)	3	Référence, acide alginique, maïs cireux, caséine, agar agar	Agar agar	Agar agar	Agar agar	Maïs cireux
	Sol		Sol N				
	Dosage liant		1%		4%		
	Pré-activation		-	0,1% chaud	-	0,1% chaud	68°C
Catégorie	Bon (>1j)	1			Ovalbumine, Blancol*	Caséine, ovalbumine, Blancol*	
	Moyen (2h-1j)	2		Acide alginique			
	Faible (<2h)	3	Référence, gluten, Blancol		Maïs cireux, acide alginique*	Maïs cireux, acide alginique*	Maïs cireux

*Observation de fissures de retrait sur ces formulations.

Caséine et ovalbumine : l'ajout de 4% de caséine et d'ovalbumine améliore significativement la tenue à l'eau du sol N. Ceci s'explique par le fait que les chaînes de molécules de ces polymères peptidiques établissent une forte barrière d'eau autour des particules argileuses par adsorption ou par interaction électrostatique grâce à leurs propriétés amphiphiles (Vissac et al., 2017). Le pôle hydrophile de ces chaînes se fixe sur les sites -OH des particules d'argile tandis que leurs pôles hydrophobes repoussent les molécules d'eau. Ce mécanisme varie selon le type de minéral argileux et le pH du milieu. La surface électronégative des montmorillonites peut fixer de nombreuses couches de chaînes protéiques lorsque le pH de la solution est proche du point isoélectrique du biopolymère (Anger et al., 2013). Il est à noter que, contrairement à l'ovalbumine, la caséine seule n'a aucun effet sur la résistance à l'eau du sol. L'albumine est naturellement soluble dans l'eau. Elle est ensuite facilement entraînée par l'eau pour interagir avec les particules argileuses tandis que les molécules de caséine forment immédiatement des micelles une fois dans l'eau. Dans ces amas sphériques, les pôles hydrophobes sont tournés vers le centre laissant les pôles hydrophiles dans

l'eau. Aucune interaction n'est donc possible avec les particules argileuses. L'ajout de quelques produits chimiques (ici la chaux) augmente le pH du milieu et disperse les micelles de caséine (Fox and Brodtkorb, 2008), ce qui favorise ensuite l'interaction avec les particules argileuses.

Blancol (amidon de blé) : le sol N mélangé à 1% de Blancol (amidon de blé) et le sol F mélangé à 4% de Blancol ont également montré une amélioration significative de la résistance à l'eau. Cependant, seulement 1% de l'amidon de blé entraîne cette amélioration sur le sol N alors que 4% sont nécessaires sur le sol F. Deux raisons peuvent expliquer cette différence. Premièrement, la distribution granulométrique des deux sols est très différente : le sol F qui est beaucoup plus fin que le sol N pourrait nécessiter plus de liant pour couvrir suffisamment les particules argileuses afin de limiter leur exposition à l'eau. La deuxième raison pourrait être liée aux différences minérales et chimiques entre les sols. La kaolinite et la calcite du sol F peuvent moins interagir avec l'amidon de blé que l'illite, le chlorite et la montmorillonite contenues dans le sol N.

Acide alginique : L'ajout de l'acide alginique à un taux limite de 1% combiné à 0,1% de chaux respectivement sur les sols N et F améliore légèrement leur résistance à l'eau. Contrairement à (Dove et al., 2016), (Pinel, 2017) a également utilisé un test similaire au notre pour mettre en évidence le potentiel d'amélioration de la tenue à l'eau du sol par l'acide alginique. Cependant, les échantillons testés dans notre étude sont totalement désagrégés en 2 à 4 h alors que ceux de ce dernier peuvent durer 3 jours dans l'eau avec des dégâts uniquement dus aux fissures. La méthode de gélification à l'acide alginique pourrait expliquer cette différence. (Pinel, 2017) a utilisé non seulement de la chaux comme source de calcium pour la formation du gel d'alginate, mais aussi de l'hexamétophosphate de sodium et du Glucono- δ -lacton (GDL) comme contrôleur cinétique afin d'obtenir une matrice homogène du gel dans le sol. Ceci améliore l'efficacité de l'alginate sur la résistance à l'eau du matériau. Une autre explication pourrait venir de la nature du produit que nous avons utilisé. En effet, dans sa thèse, Pinel a utilisé différents échantillons d'alginate provenant de différents fournisseurs et il a montré que les différents produits avaient des comportements très variables allant du tout au rien. Dans notre étude, nous n'avons testé qu'un type de produit qui correspond peut-être à un de ceux qui avait été inefficace dans la thèse de Pinel. Enfin, les résultats sur l'acide alginique montrent une curiosité supplémentaire de ce produit : contrairement à ce à quoi on peut s'attendre classiquement, dans ce cas, plus on met de produit et moins il est efficace (les résultats sont meilleurs avec 1% que 4%). Ce résultat a confirmé nos craintes quant à nos choix expérimentaux. Pour être cohérents avec l'ajout de liants minéraux, nous avons voulu utiliser les mêmes dosages ayant tout de même le pressentiment que les quantités ajoutées étaient trop importantes. Il aurait fallu tester des dosages moindres pour l'ensemble des composés organiques mais là encore, nous n'avons pas eu assez de temps pour cela.

Problèmes de fissuration : au cours du processus de séchage, d'importantes fissures sont apparues sur les échantillons de sol N avec 4% de Blancol et des fissures modérées ont été observées sur ceux du sol N avec 4% d'acide alginique activé avec 0,1% de chaux. Aucune fissure

n'a été observée sur les échantillons de sol N avec 1% de Blancol et 1% d'acide alginique activé avec 0,1% de chaux. Ceci révèle un effet pessimum dû à la quantité de liant ajoutée au sol. En effet, nous avons noté que le Blancol et l'acide alginique sont expansifs en présence eau. Au-delà d'une certaine quantité dans le sol, leur retrait associé au départ d'eau absorbée provoque des fissures dans le matériau. Pour le sol N, le seuil se situe entre 1% et 4%. Pourtant, aucune fissure n'a été signalée sur les éprouvettes de sol F avec 4% et 1% de Blancol. Ceci met en évidence le rôle des propriétés du sol. En effet, la présence des minéraux gonflants comme la montmorillonite contenue dans le sol N pourraient être à l'origine de fissures supplémentaires liées au retrait. Ce qui expliquerait ce comportement différent entre les deux sols. Des observations similaires ont été rapportées sur des matériaux préparés à la consistance d'adobes conventionnels. (Alhaik et al., 2017) a également observé des fissures de retrait sur des formulations à base des fines de carrière (sol F) et 1% d'amidons pré-gélatinisés à la consistance de terre coulée. À la même consistance, le mélange témoin ne s'est pas fissuré. Les fissures étaient alors causées par le type d'amidon. Sans information supplémentaire sur la nature réelle du Blancol (amidon de blé) utilisé dans notre étude, nous ne pouvons conclure sur le rôle du type d'amidon sur l'apparition des fissures de retrait. Néanmoins, nous suggérons que, pour un sol donné, la consistance du matériau soit optimisée en fonction du type de liant organique afin de prévenir les fissures de retrait au séchage.

Les composés organiques les moins efficaces : les liants organiques dont l'ajout a peu ou prou amélioré la tenue à l'eau des sols sont le chitosan, le gluten, l'agar agar et l'acide tannique. Ces liants pourraient nécessiter des méthodes d'activation (thermique ou ajout de composés chimiques) autres que celles appliquées dans notre étude afin de mobiliser leur potentiel stabilisant des sols. En effet, dans leur étude (Aguilar et al., 2016) ont utilisé de l'acide acétique pour activer le chitosan.

L'absence d'effet stabilisant du tanin observée dans notre étude, contrairement à ce évoqué dans les travaux de (Sorgho et al., 2014), pourrait provenir d'une différence des sources de tanin. En effet, il existe plusieurs variétés de molécules de tanin et le tanin utilisé dans l'étude de ces derniers provenait des cosques de fruits du Néré (*Parkia biglobosa*). Le caractère artisanal de son extraction (décoction des cosques) nous laisse penser qu'il pourrait exister d'autres molécules dont l'action (combinée) avec le tanin serait à l'origine de l'amélioration de la tenue à l'eau observée dans leur étude. Nous avons remarqué l'effet fluidifiant sur les mélanges avec l'acide tannique même si les teneurs en eau du Tableau III-7 ne le montre pas explicitement. La propriété dispersante du tanin sur les argiles a été notée par (Roux, 1972). Ce phénomène peut être mis à profit dans le cadre des terres coulées afin de limiter la quantité d'eau de mélange. Toutefois, l'oxydation des molécules de tanin au contact de l'air donne une teinte sombre au matériau et peut donc limiter les utilisations à cause de problèmes esthétiques.

L'agar agar utilisé tel quel, outre l'absorption de l'eau, n'a présenté aucune interaction manifeste avec le sol même au moment du mélange.

Une amélioration de la tenue à l'eau par le gluten a été mentionnée par Guerrieri dans (Mileto et al., 2012) mais le test d'érosion dynamique réalisé par ce dernier sur ses échantillons semble moins sévère que le test d'immersion prolongé dans l'eau que nous avons réalisé dans ce travail.

2.3 Conclusions de l'étude préliminaire

Cette étude non exhaustive des différentes formulations avec neuf liants organiques et deux sols a permis d'identifier le potentiel stabilisant de l'ovalbumine sans pré-activation nécessaire, de la caséine et de l'alginate activés à la chaux (0,1%) et de l'amidon de blé (Blancol) mais avec des risques de fissures. Les premiers essais réalisés sur éprouvettes compactées ont montré que l'ovalbumine était le liant organique le plus prometteur de tous et nous avons décidé de nous focaliser dans la suite de la thèse sur ce liant et de le comparer aux liants minéraux traditionnellement utilisés pour la stabilisation de la terre crue.

Nous avons passé beaucoup de temps sur cette étude préliminaire pour, au final, des bénéfices relativement limités. Il y a eu de nombreux essais qui se sont soldés par des échecs et qui ne sont pas présentés dans ce manuscrit et nous avons pu constater que l'ajout de ces produits organiques à la terre crue était complexe car il y avait de nombreux effets auxquels nous n'étions pas préparés (modification de la consistance, fissuration, problèmes d'homogénéité, ...). Le nombre de candidats que nous avons sélectionnés au départ était trop important et nous n'avons pas eu suffisamment de temps pour explorer toutes les pistes offertes par ces liants organiques ce qui laisse un peu un goût d'inachevé à notre travail mais qui ouvre néanmoins de nombreuses perspectives intéressantes. De plus, nous avons pu nous rendre compte que la nature de la terre jouait un rôle très important dans l'efficacité ou non de ces composés organiques. En effet, à la fin de cette thèse, des essais relativement proches des nôtres ont été réalisés dans le cadre d'une autre thèse en cours « Renforcement et stabilisation de matériaux de construction sains et écologiques en terre crue par des matériaux biosources », la doctorante s'intéressant à l'effet de certains composés organiques sur la rhéologie de la terre crue (pour des applications en enduits). Les résultats de son étude essentiellement menée sur la terre N ont confirmé les nôtres : les résultats issus de la littérature n'étaient pas du tout confirmés avec ce sol. Depuis, d'autres essais ont été réalisés avec des sols de natures différentes (et identiques à la majorité des sols utilisés dans la littérature) et les tendances observées dans la littérature ont bien été confirmées ce qui montre l'importance cruciale pour l'ajout de composés organiques du choix du sol. Il y a encore énormément de travail à faire pour comprendre ces résultats et les perspectives à ce travail sur cette partie sont donc très nombreuses.

3 Essais Proctor sur sols stabilisés

Nous avons effectué les tests de Proctor sur les mélanges de liants minéraux avec les deux sols afin de déterminer les paramètres de fabrication. Les courbes Proctor des différentes formulations sont présentées sur la Figure III-9 et la Figure III-10.

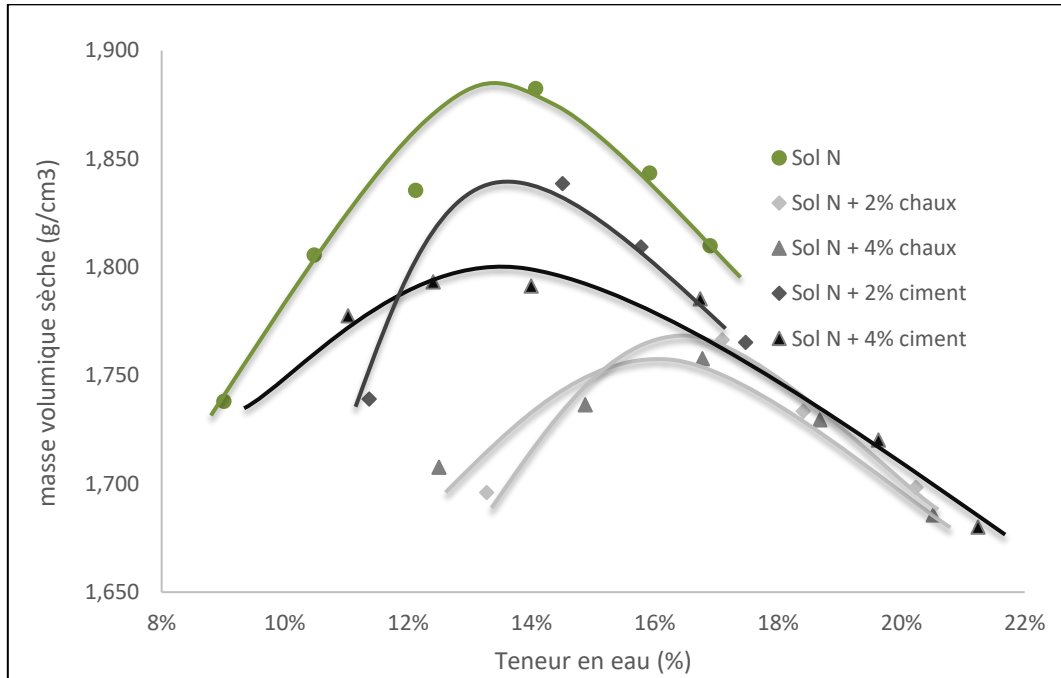


Figure III-9 : Courbes Proctor des mélanges sol N et différents pourcentages d chaux ou de ciment

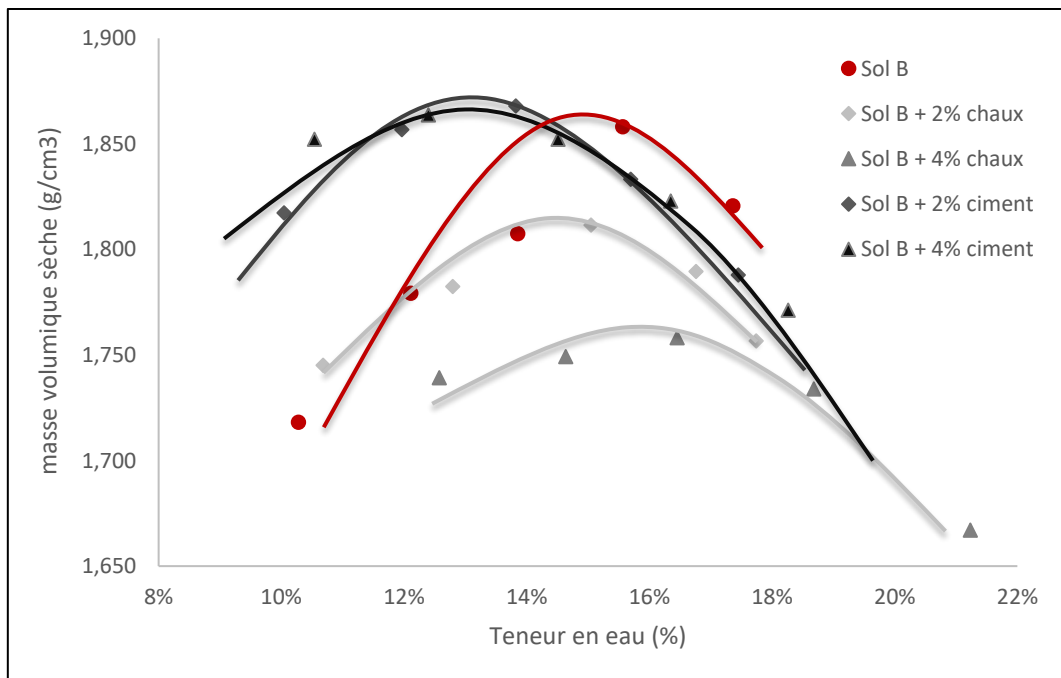


Figure III-10 : Courbes Proctor des mélanges sol B et différents pourcentages de chaux ou de ciment

Globalement, pour chacun des deux sols, l'ajout de ciment et de chaux éteinte augmente la teneur en eau et diminue la densité sèche à l'optimum Proctor. Cette tendance est cohérente avec les observations déjà faites dans d'autres études (Denis Olivier, 1994). En ce qui concerne la teneur en eau, cela peut s'expliquer par le fait que l'hydratation des liants minéraux requière une quantité supplémentaire d'eau. Toutefois, les mélanges avec le sol B avec 2% et 4% de ciment dérogent à cette tendance : les densités sèches apparentes sont égales voire légèrement plus élevées que celle du sol seul d'une part, et les teneurs en eau à l'optimum diminuent d'autre part avec l'ajout de ciment. Nous observons aussi que les courbes Proctor des mélanges de sol N avec 2% et 4% de chaux éteinte ne diffèrent pas significativement. En dépit de plusieurs reprises de l'essai, les observations précédentes persistent. Cela pourrait provenir de la faible quantité d'ajout des liants minéraux qui ne permettrait pas de modifier significativement les résultats Proctor du sol. En outre, pour des raisons de quantités de matériaux, tous les points de la courbe Proctor sont déterminés sur le même échantillon par compactage successif avec incrémentation de la teneur en eau. Or, la norme (NF P94-093, 1999) préconise d'utiliser un échantillon nouveau pour chaque point ce qui consomme des quantités très importantes de matériau. Le principal risque en utilisant le même sol stabilisé et en ajoutant à ce même sol des quantités d'eau croissante c'est qu'il y ait un début de prise qui vienne perturber l'essai. Dans notre cas, le nombre de points de mesure est relativement faible et la durée maximale de l'essai Proctor complet était toujours inférieur à 1 h ce qui est bien en dessous du temps de début de prise des liants utilisés.

4 Compositions et compacités des mélanges étudiés

La complexité de notre étude (mais c'est la même chose dans d'autres travaux similaires) réside dans le fait que nous utilisons les résultats des essais Proctor comme paramètres de formulation (quantité d'eau, densité des mélanges). Or, comme nous venons de le voir avec nos résultats, les essais Proctor présentent une précision très limitée. Dans l'absolu, ceci n'est pas vraiment un problème car la presse que nous utilisons permet d'appliquer des pressions de fabrication variables et nous sommes donc en mesure d'absorber ainsi les imprécisions éventuelles sur les densités ou les teneurs en eau en travaillant à pression de compactage variable. A partir des résultats des courbes Proctor, nous avons déterminé la teneur en eau (w_{OPN}) et la masse volumique sèche apparente à l'optimum Proctor Normal des différentes formulations, ces paramètres étant utilisés pour la fabrication des éprouvettes.

En raison de quantités limitées d'ovalbumine dont nous disposions, nous n'avons pas pu réaliser d'essai Proctor avec ce stabilisant organique. Pour les éprouvettes stabilisées à l'ovalbumine, nous avons donc décidé d'utiliser les mêmes densités et les mêmes teneurs en eau que celle à l'OPN de la terre seule.

Enfin, les résultats obtenus avec l'ajout de liants minéraux montrent que celui-ci diminue la plupart du temps les densités sèches des matériaux stabilisés. Ainsi, cela va nécessairement conduire à une diminution des performances mécaniques qui sera compensée (ou pas) par l'efficacité des liants ajoutés. Afin de n'étudier que l'effet chimique de liants ajoutés, nous avons aussi confectionné des séries d'éprouvettes ayant la même teneur en eau et la même densité que l'échantillon de sol de référence à l'OPN. Pour ces échantillons, nous avons donc dû augmenter les pressions de compactage.

Pour les éprouvettes cylindriques, il est difficile de mesurer les forces de fermeture qui augmentent de manière instantanée lorsque l'on arrive en butée de l'embase sur le moule métallique (voir schéma de principe Figure III-11). Par contre, nous avons pu vérifier qualitativement que pour tous les mélanges compactés à la densité Proctor sur éprouvettes cylindriques, la pression de compactage (juste avant la mise en butée) est systématiquement inférieure à 1,2 bars (limite de détection du capteur manométrique des forces). En revanche, pour les éprouvettes 15 cm * 15 cm * 5 cm compactées à densité égale à la densité Proctor du mélange de référence et fabriquées pour la conductivité thermique (λ_{th}) et la capacité tampon hygrique (MBV), il n'y a pas de butée mais un repère définissant la hauteur finale de l'éprouvette (Cf. Figure III-11). Pour ces éprouvettes-là, il a donc été possible de mesurer précisément la pression de fermeture.

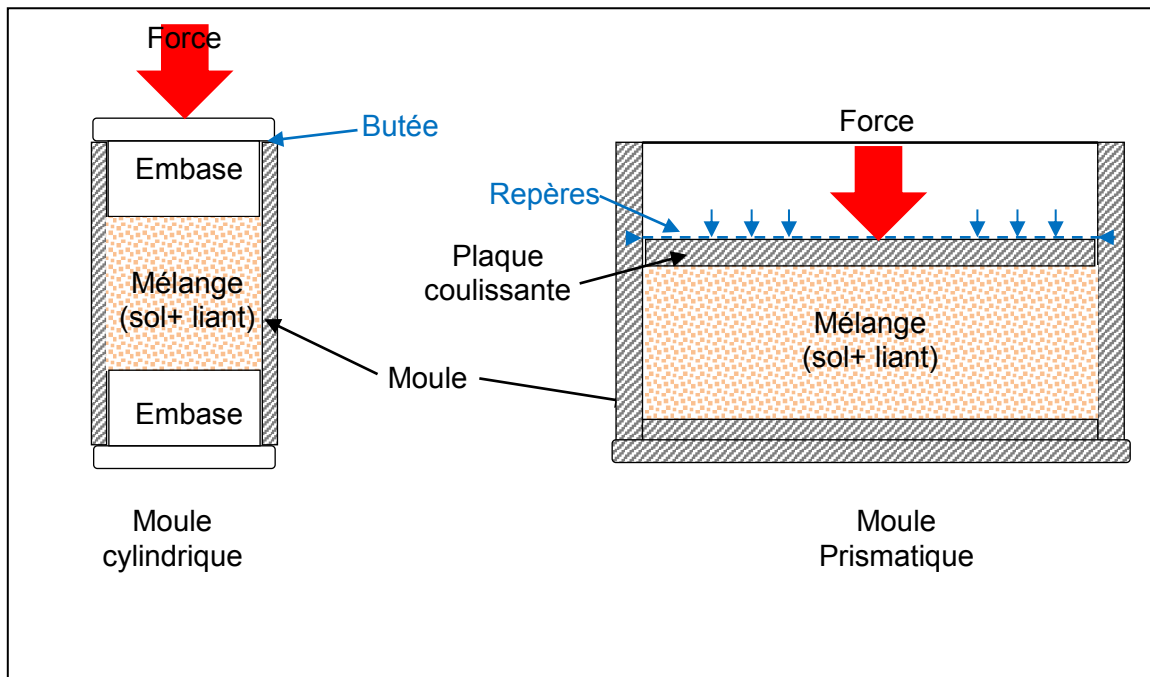


Figure III-11 : Schéma de principe de confection des éprouvettes cylindriques et prismatiques

Les compositions des différents mélanges ainsi que les paramètres de fabrication sont présentés dans le Tableau III-9. De plus, ce tableau précise les durées de cure humide (variables pour certaines formules) ainsi que les différents essais réalisés sur les mélanges après durcissement.

Tableau III-9 : Synthèse des formulations et de leurs pressions de fabrication

Code	Sol	C (%)	Ch (%)	Ov (%)	Eau (%)	Densité sèche (g/cm ³)	Pc (bars)	
Nref.	N				14,1	1,88	6,0	
N2Ov				2	14,1	1,88	12,5	
N4Ov				4	14,1	1,88	13,8	
N2C		2			14,8	1,84	<1,2	
		2			14,8	1,88	11,2	
N4C		4			14,4	1,79	<1,2	
		4			14,4	1,88	13,1	
N2Ch			2		17,4	1,77	<1,2	
			2		17,4	1,88	13,8	
N4Ch			4		16,8	1,76	<1,2	
			4		16,8	1,88	20,0	
Bref.		B				15,6	1,86	2,6
B2Ov					2	15,6	1,86	4,9
B4Ov					4	15,6	1,86	6,0
B2C	2				13,4	1,87	<1,2	
	2				13,4	1,86	8,7	
B4C	4				12,5	1,86	10,5	

Code	Sol	C (%)	Ch (%)	Ov (%)	Eau (%)	Densité sèche (g/cm ³)	Pc (bars)
B2Ch			2		15,1	1,81	<1,2
			2		15,1	1,86	9,6
B4Ch			4		16,5	1,76	<1,2
			4		16,5	1,86	10,6

L'analyse des pressions de fabrication des éprouvettes ne peut se faire que de façon relative entre les formulations. Bien que la compaction Proctor soit utilisée pour la détermination de la densité et de la teneur en eau de fabrication des éprouvettes, la réalisation se fait dans des conditions tout à fait différentes : la compaction Proctor est dynamique sans confinement de la partie supérieure de l'éprouvette alors que la compression des blocs de terre est statique (avec ou sans vibration) dans un moule fermé. En effet, à cause du phénomène de consolidation des sols, la pression maximale de fermeture est fortement tributaire de la vitesse de montée en charge de compaction. Nous nous contentons donc de comparer les pressions maximales de fabrication de nos éprouvettes qui ont toutes subi la même vitesse d'incrémentatation de la charge de compression.

La pression nécessaire pour le sol N non stabilisé (Nref.) est deux fois plus élevée que celle utilisée pour le sol B non stabilisé (Bref.). Globalement, à mélange équivalent, les pressions de fermeture avec le sol N de densités 1,88 sont plus élevées de que celles du sol B de densités 1,86. Bien qu'il soit difficile de conclure sur la base de ces observations à cause des teneurs en eau de fabrications différentes, les densités respectives étant proches, nous estimons que la nature des sols est en partie à l'origine de cette différence. En effet, la présence d'argiles gonflantes (montmorillonites) dans le sol N contrairement au sol B qui est constitué de kaolinite, peut générer des contre-pressions au moment de la compaction à cause de leur absorption d'eau. Aussi, pour tous les mélanges, la pression de fabrication augmente avec l'ajout de liant.

Les mélanges à base de chaux nécessitent les pressions les plus élevées et encore plus avec le sol N. De même, l'ajout de l'ovalbumine sur le sol N augmente également la pression nécessaire à la fermeture des moules. Cela peut s'expliquer par une modification des forces interstitielles du sol par l'ajout des liants, ce qui se manifeste par la diminution des densités optimales avec l'ajout de liants précédemment observée sur les courbes Proctor. Les mêmes mécanismes pourraient expliquer le cas de l'ovalbumine dont les essais Proctor n'ont pas été réalisés.

Conclusion

La caractérisation géotechnique des sols B et N a montré qu'ils sont tous deux des sols fins peu plastiques mais le sol N a une activité beaucoup plus importante indiquant la présence d'argiles gonflantes dans ce sol. Ceci est confirmé par les analyses chimiques et minéralogiques qui montrent que le sol N contient notamment des minéraux argileux de types illite, smectite et chlorite contre de l'illite et de la kaolinite pour le sol B. Cette caractérisation approfondie des terres utilisées dans la thèse a donc confirmé leurs différences minéralogiques qui avaient justifié au départ le choix de ces deux terres. Globalement, le sol N est particulier par rapport à ce que l'on trouve dans la littérature mais c'est le sol caractéristique de la Vallée de la Garonne qui a été très largement utilisé tout au long de l'histoire de la construction du sud-ouest (en adobes surtout et aussi en terre cuite). Le sol B apparaît comme une particularité locale mais il est beaucoup plus proche des sols rencontrés dans la littérature où de nombreuses études sont réalisées à partir de sols riches en kaolinite et notamment lorsque des latérites sont utilisées. Ainsi, l'étude de ces deux sols, pour des raisons différentes, semble pertinente.

La suite de ce chapitre a porté sur la présentation des résultats de l'étude préliminaire réalisée dans le but de sélectionner des liants organiques les plus efficaces possible. Cette étude a été fastidieuse, complexe et très chronophage pour obtenir au final des résultats décevants. Elle a essentiellement porté sur la terre N et, pour la plupart des composés organiques testés, nous n'avons pas été en mesure de retrouver les quelques résultats existants dans la littérature. Il semblerait que cela provienne de la nature du sol mais il faudrait faire des études plus approfondies pour le confirmer de manière scientifique. Néanmoins, les résultats que nous avons obtenus ont permis d'extraire certains candidats intéressants comme la caséine et de l'alginate activés à la chaux (0,1%) ou l'amidon de blé. Nous n'avons pas eu le temps durant nos travaux de poursuivre notre étude sur ces produits et nous avons préféré concentrer nos efforts sur le liant organique qui avait donné les résultats les plus prometteurs (et qui ne nécessite pas d'activant), l'ovalbumine. Ainsi, la suite de la thèse portera sur l'utilisation et la comparaison de l'ovalbumine (liant organique) aux liants minéraux traditionnellement utilisés dans la stabilisation de la terre, à savoir le ciment et la chaux.

La troisième partie de ce chapitre a porté sur les résultats des essais Proctor sur les deux terres stabilisées avec les différents liants minéraux pour deux dosages (2 et 4%). Les résultats ont montré que l'ajout de liants minéraux modifie de manière importante la demande en eau des mélanges et, plus important, leur densité sèche pour une énergie de compactage donnée (la densité sèche diminue avec l'ajout de liants minéraux). Ainsi, nous avons envisagé de faire deux types de mélanges : des mélanges compactés à la densité et la teneur en eau données par l'essai Proctor et des mélanges à isocompacité, compactés à la densité de l'OPN de la terre non stabilisée. L'ensemble des formules étudiées dans le reste de la thèse ont été présentées à la fin de ce chapitre et la présentation des résultats des essais effectués sur ces mélanges (essais mécaniques, tenue à l'eau et caractérisation hygrothermique) sera l'objet du chapitre suivant.

CHAPITRE IV : Caractéristiques des matériaux en terre crue stabilisée

SOMMAIRE

CHAPITRE IV:	CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX EN TERRE CRUE STABILISEE	117
INTRODUCTION		117
1	COMPORTEMENTS MECANIQUES ET TENUES A L'EAU	118
1.1	<i>Etude de l'effet des conditions de cure sur les formulations avec liants minéraux</i>	<i>118</i>
1.2	<i>Comportement mécanique à l'état sec</i>	<i>119</i>
2	TENUE A L'EAU (RESISTANCE A LA COMPRESSION HUMIDE)	126
3	PROPRIETES HYGROSCOPIQUES ET THERMIQUES	131
3.1	<i>Conductivité thermique</i>	<i>131</i>
3.2	<i>Effet des stabilisations sur le comportement hygroscopique.....</i>	<i>133</i>
4	MODIFICATIONS MINERALOGIQUES INDUITES PAR LA STABILISATION DES SOLS	137
4.1	<i>Diffractogrammes de rayons X des sols stabilisés</i>	<i>137</i>
4.2	<i>Analyses par spectrométrie infrarouge des sols stabilisés.....</i>	<i>139</i>
4.3	<i>Analyse thermogravimétrique différentielle de la stabilisation du sol B avec la chaux.....</i>	<i>141</i>
CONCLUSION		143

Chapitre IV: Caractéristiques des matériaux en terre crue stabilisée

Introduction

Ce quatrième et dernier chapitre de la thèse constitue l'aboutissement de notre travail. En effet, les trois chapitres précédents avaient pour objectifs de préparer et de justifier les choix expérimentaux retenus pour formuler et fabriquer les éprouvettes de terre crue stabilisée que nous allons caractériser dans ce chapitre. Les résultats du chapitre précédent ont permis de dégager les 3 liants les plus intéressants (ciment, chaux et ovalbumine) qui seront utilisés à 2 dosages (2 et 4%) pour stabiliser deux sols ayant des minéralogies différentes en comparaison aux sols non traités (0% liant). Ce chapitre se divise en trois parties.

Dans la première partie, nous présenterons les résultats obtenus sur les deux caractéristiques d'usage que nous avons identifiées comme étant les plus importantes dans le chapitre 1 : la résistance en compression et la tenue à l'eau. Nous avons discuté dans le premier chapitre de cette thèse de la difficulté, dans l'état actuel des connaissances, d'évaluer la tenue à l'eau des briques de terre crue et nous avons décidé de choisir la méthode la plus utilisée dans la littérature à savoir la mesure de la résistance à la compression humide. En plus des valeurs de résistances en compression sèche et humide, nous présenterons les effets de la stabilisation des sols sur les valeurs des modules de déformation en compression.

La seconde partie de ce chapitre sera consacrée à l'étude des effets de la stabilisation sur les performances hygrothermiques des sols stabilisés. Deux caractéristiques importantes ont été mesurées :

- la conductivité thermique (mesurée avec deux méthodes) qui permet de rendre compte de la composante thermique du comportement des briques et qui sera utile dans l'évaluation des phénomènes de transfert de chaleur (isolation) mais aussi d'inertie thermique,
- la capacité de tampon hygrique mesurée à l'aide du MBV qui va rendre compte de la capacité du matériau à réguler l'humidité relative dans un habitat.

Nous avons vu dans le chapitre 1, lors de la présentation de la problématique de cette thèse, que le point de départ de nos travaux est la comparaison des briques de terre crue que nous voulions formuler à des blocs de béton creux traditionnellement utilisés pour la construction. Cette comparaison a induit une limite de dosage en ciment pour que les briques stabilisées soient au plus aussi impactantes du point de vue environnemental que les blocs béton creux. Il semblait donc logique, dans ce chapitre dédié à l'étude des performances des éprouvettes de sol stabilisé, de comparer les performances obtenues à celles des blocs de béton creux. C'est ce que nous ferons pour chacune des caractéristiques étudiées.

Enfin, dans la troisième et dernière partie, nous chercherons à voir si des modifications minéralogiques peuvent expliquer les effets de l'ajout des liants sur les propriétés des éprouvettes

de terre compressée. Nous utiliserons les outils de caractérisation classiques disponibles au LMDC à savoir la Diffraction de Rayons X, la spectrométrie Infra-Rouge et l'analyse thermogravimétrique.

1 Comportements mécaniques et tenues à l'eau

1.1 Etude de l'effet des conditions de cure sur les formulations avec liants minéraux

L'utilisation de liants hydrauliques nécessite la réalisation d'une cure humide afin de conserver l'eau dans le matériau le plus longtemps possible pour laisser aux réactions d'hydratation le temps de se faire. Dans la partie stabilisation aux liants minéraux de notre chapitre état de l'art, nous avons remarqué que certaines études n'appliquent aucune cure, les éprouvettes humides séchant à l'air libre après leur confection. La conséquence de cette absence de cure est un gain très limité de résistances en compression pour des quantités élevées de liants. Dans le cas des matériaux cimentaires classiques, une cure humide (immersion dans l'eau ou conservation dans une salle à 20 °C et RH > 95%) de 28 jours est recommandée. Dans le cas des matériaux en terre crue, cette durée peut sembler longue dans une logique de développement industriel car, après cette cure humide, il est nécessaire de sécher les éprouvettes en terre stabilisées pour qu'elles gagnent en résistance. L'étude de la durée de cure des échantillons de terre crue stabilisée au ciment et à la chaux a été réalisée uniquement sur le sol N avec des teneurs en liant de 4%. 3 durées de cure ont été testées : 0, 7 et 21 jours. La Figure IV-1 présente les résultats des résistances en compression sèche et humide de ces éprouvettes après séchage.

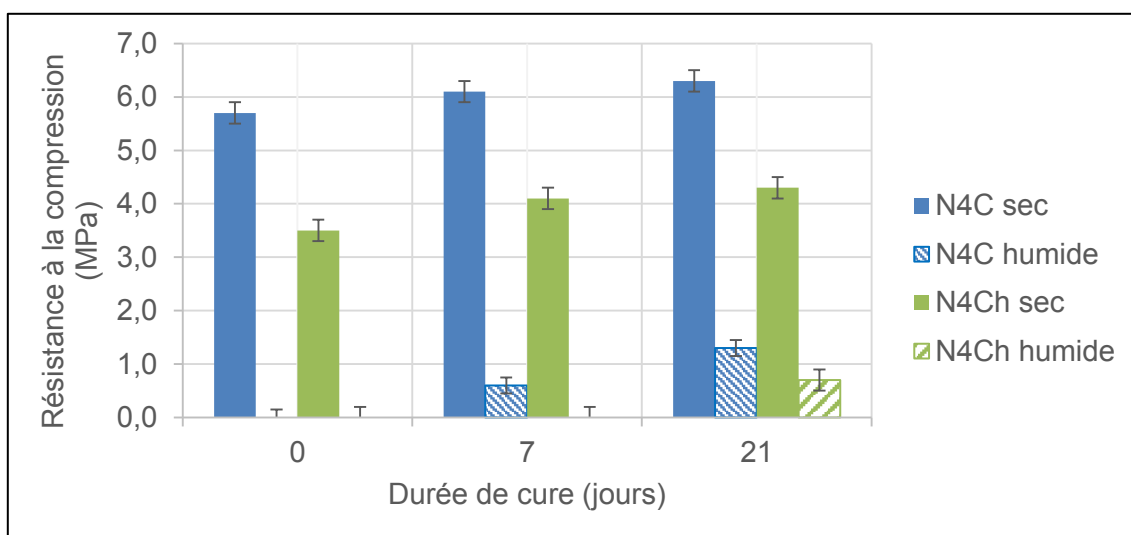


Figure IV-1 : Effets de la durée de cure sur les résistances à la compression sèche et humide à 31 jours d'âge du sol N stabilisé avec 4% de ciment (N4C) ou 4% de chaux (N4Ch)

Les résultats de la Figure IV-1 montrent, comme on pouvait s'y attendre, que l'augmentation de la durée de cure permet d'augmenter les résistances en compression sèche. Pour une cure de 21 jours (en comparaison des échantillons n'ayant pas subi de cure), ces résistances passent de 5,7 MPa à

6,3 MPa pour 4% de ciment et de 3,5 MPa à 4,3 MPa pour 4% de chaux. Les effets de la cure sont encore plus marqués sur la tenue à l'eau. En effet, concernant les résistances en compression humide, une absence de cure ne permet pas d'obtenir des éprouvettes résistantes à l'eau que ce soit avec l'ajout de ciment ou de chaux. Par contre, à partir de 7 jours de cure, les échantillons stabilisés au ciment résistent et après 21 jours de cure, il est possible de mesurer des résistances en compression humide avec les deux liants.

Ces résultats montrent qu'une durée minimale de 21 jours de cure humide (conservation dans des sacs étanches) des éprouvettes est nécessaire surtout pour que la stabilisation soit efficace sur la tenue à l'eau des éprouvettes (et encore plus pour la chaux). Les résultats ont montré que l'effet du temps de cure est plus remarquable sur les résistances à la compression humide que celles à l'état sec. Ceci pourrait s'expliquer par le fait qu'en absence de cure, un gain de résistance à la compression sèche peut être obtenu par une modification de la porosité (et éventuellement de la densité) du matériau aussi bien par les hydrates formés que par les composés anhydres des liants minéraux. Alors que, pour un gain de résistance à la compression humide, le rôle des hydrates est indispensable. Ce résultat renforce le caractère essentiel de la cure dans la stabilisation aux liants minéraux sachant que son principal intérêt est d'améliorer la tenue à l'eau des matériaux en terre crue. Le temps de séchage des éprouvettes (équilibre hygroscopique à 20 °C and 50% RH) après 21 jours de cure se situe autour de 10 jours, les éprouvettes ainsi testées sont âgées d'environ 31 jours ce qui est cohérent avec les essais classiques sur les matériaux cimentaires. Dans la suite de l'article, toutes les éprouvettes auront subi ce cycle de conservation : cure humide de 21 jours suivi d'un séchage (équilibre hygroscopique à 20 °C and 50% RH) jusqu'à masse constante (durée moyenne de 10 jours).

1.2 Comportement mécanique à l'état sec

1.2.1 Résistance à la compression à l'état sec

Le Tableau IV-1 présente l'ensemble des résultats obtenus sur la résistance en compression sèche. Ces résultats concernent les deux types de sol (N et B), les trois types de liants (ciment, chaux et ovalbumine), les 3 dosages (0, 2 et 4%) et enfin, les deux types de masse volumique sèche (ρ_d) : à l'optimum Proctor et à masse volumique constante et égale à celle de l'OPN du sol seul.

Tableau IV-1 : Résistance à la compression (Rc) sèche des sols stabilisés

					A la densité de la référence		Aux densités Proctor respectives (OPN)	
Code	Sol	Ciment (%)	Chaux (%)	Ovalbumine (%)	ρ_d (g/cm ³)	Rc (MPa)	ρ_d (g/cm ³)	Rc (MPa)
Nref	Sol N				1,88	5,5 ± 0,2	1,88	5,5 ± 0,2
N2Ov				2%	1,88	10,9 ± 0,5		
N4Ov				4%	1,88	12,9 ± 1,3		
N2C		2%			1,88	6,4 ± 0,3	1,84	5,6 ± 0,1
N4C		4%			1,88	9,2 ± 0,2	1,79	6,3 ± 0,2
N2Ch			2%		1,88	5,5 ± 0,2	1,77	3,6 ± 0,1
N4Ch			4%		1,88	5,3 ± 0,2	1,76	4,3 ± 0,1
Bref	Sol B				1,86	3,1 ± 0,3	1,86	3,1 ± 0,3
B2Ov				2%	1,86	8,6 ± 0,6		
B4Ov				4%	1,86	11,8 ± 1,1		
B2C		2%			1,86	4,8 ± 0,1	1,87	4,8 ± 0,1
B4C		4%			1,86	5,8 ± 0,2	1,86	5,8 ± 0,2
B2Ch			2%		1,86	3,4 ± 0,1	1,81	2,9 ± 0,1
B4Ch			4%		1,86	3,3 ± 0,1	1,76	2,9 ± 0,1

Afin de mieux apprécier les effets de l'ajout de stabilisant sur les résistances en compression sèche, les résultats du Tableau IV-1 sont présentés sur la Figure IV-2 où ils ne sont plus exprimés en valeurs absolues mais en valeurs relatives : les gains (ou pertes) de résistances en compression des mélanges stabilisés sont divisés par la résistance en compression du sol non stabilisé.

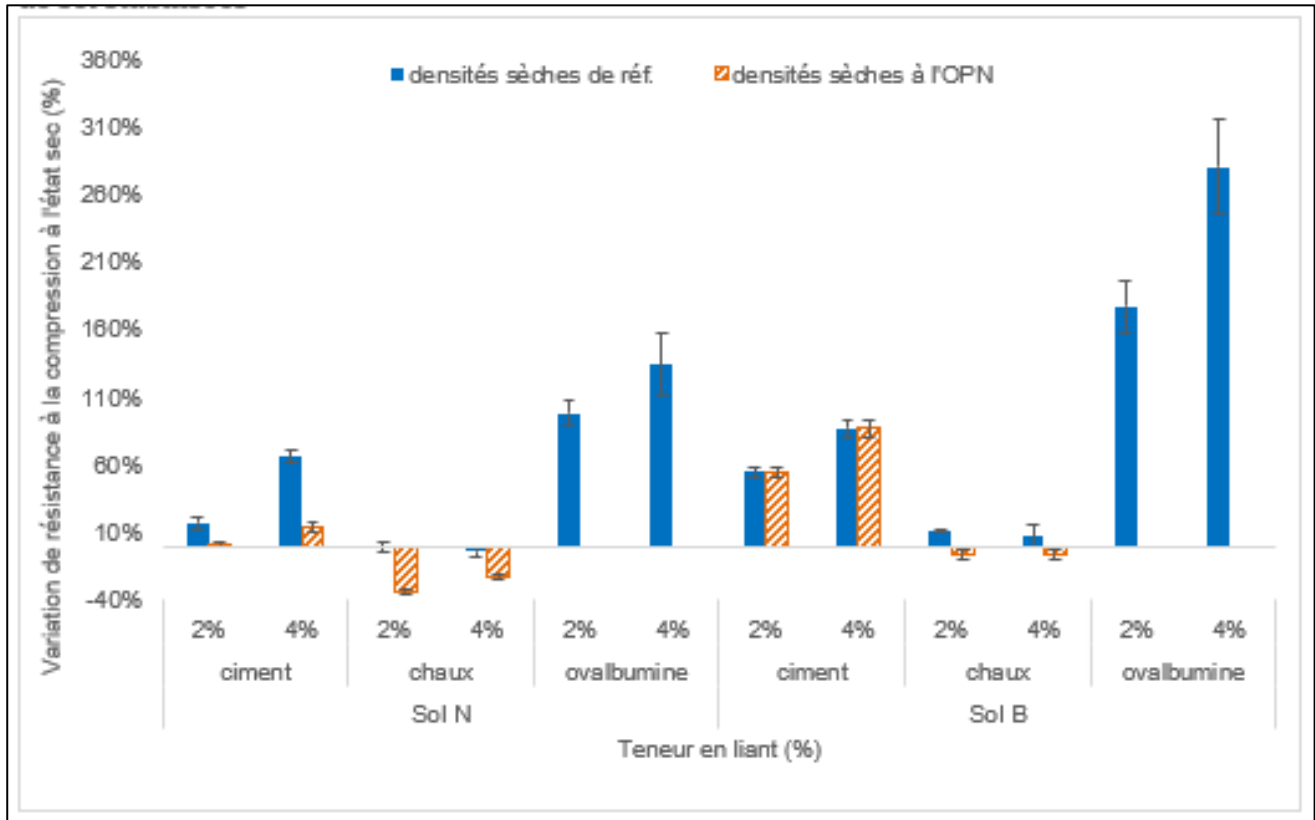


Figure IV-2 : Variation de la résistance à la compression sèche des sols par ajout des liants et selon la densité de fabrication

Les résultats de la Figure IV-2 montrent que la densité de compactage joue un rôle important sur les valeurs de résistance en compression sèche. En effet, en travaillant à la même énergie de compactage, qui est une énergie arbitraire utilisée de manière standardisée dans l'essai Proctor pour les applications routières, les ajouts de ciment et de chaux induisent des diminutions de densité sèche à l'exception du sol B avec le ciment. Ceci se traduit par une augmentation limitée des résistances en compression sèche dans le cas des ajouts de ciment mais on observe même une diminution des résistances (variation négative) pour cette énergie de compactage avec l'ajout de 2 et 4% de chaux. Ceci est observable pour les deux types de sol mais la diminution avec l'ajout de chaux est encore plus marquée avec le sol N. (Spence et Cook 1983) cités par (Ngowi, 1997) avaient également montré le rôle de la densité sur l'efficacité des stabilisations au ciment. Le choix de travailler à énergie de compactage constante (et égale à celle de l'OPN) est discutable car cette énergie ne correspond pas du tout aux énergies qui peuvent être utilisées pour fabriquer des BTC ni aux densités qui pourraient être obtenues par extrusion par exemple. A l'issue d'une étude beaucoup plus étoffée en faisant varier les énergies de compactage (pressions de fabrication) et bien d'autres paramètres, (Denis Olivier, 1994) était arrivé à la même conclusion. De plus, l'étude des résistances en compression d'éprouvettes fabriquées à l'OPN pose des problèmes d'interprétation car deux effets antagonistes de l'ajout des liants s'opposent : la réduction des résistances liées à la diminution de la densité sèche et l'augmentation des résistances attendues par les actions chimiques des liants (formation d'hydrates dans le cas du ciment, réactions pouzzolaniques et éventuellement carbonatation dans le cas de la chaux). Il apparaît donc plus cohérent de comparer les résistances en compression obtenues sur des éprouvettes ayant une densité constante et égale à celle de l'échantillon non stabilisé.

Dans ce cas, l'ajout de ciment augmente de manière importante la résistance en compression sèche. Ces augmentations sont observables sur les deux types de sol mais elles sont beaucoup moins marquées sur le sol N que sur le sol B. Ceci peut s'expliquer par les différences de nature minéralogique des deux sols. Le sol B est constitué de kaolinite qui ne va pas interagir avec le ciment lors de son hydratation alors que le sol N contient des chlorites et de la montmorillonite qui peuvent interagir avec le ciment lors de son hydratation. Les interactions chimiques qui se produisent entre la montmorillonite et le ciment sont complexes et dépendent du type de montmorillonite (notamment de la nature des cations interfoliaires) mais des problèmes de prise et de durcissement du ciment en présence de montmorillonite sont fréquemment observés (Temimi, Ben Amor, and Camps 1998 ; Molard, Camps, and Laquerbe 1987). De plus, même avec de telles densités, l'ajout de 2 et 4% de chaux a un effet très limité sur les résistances en compression sèches. Pour le sol N, on retrouve globalement les mêmes résistances avec ou sans ajout de chaux avec même, en moyenne, une légère diminution des résistances pour le mélange à 4% de chaux. Pour le sol B, comme dans le cas du ciment, les résultats sont un peu meilleurs qu'avec le sol N mais l'augmentation de résistance avec l'ajout de chaux reste très limitée (10% environ) et il n'y a pas de différence entre 2 et 4%.

Avec +98 à +135% sur le sol N et +177 à +281% sur le sol B, les gains de résistance à la compression sèche par ajout d'ovalbumine sont de loin meilleurs que ceux avec les liants minéraux. Sur les formulations avec l'ovalbumine, nous ne pouvons pas conclure sur le rôle de la densité car les mélanges sont faits uniquement à la densité des sols non stabilisés. Ces résultats exceptionnels sont imputables aux diverses propriétés de l'ovalbumine. Sa solubilité naturelle dans l'eau permet une bonne dissémination dans la matrice argileuse et assure ainsi une interaction homogène avec le sol. En outre, grâce à ses propriétés amphiphiles, les pôles hydrophiles s'adsorbent sur les sites -OH disponibles à la surface des argiles (Anger et al., 2013), lesquelles liaisons agrègent fortement les particules de sol entre elles. La même tendance en fonction de la nature du sol est également observable sur les résultats avec l'ovalbumine : les performances avec le sol B sont nettement supérieures à celle obtenues avec le sol N. Nous l'avons vu lors de l'étude préliminaire et, malheureusement nous nous en sommes rendu compte trop tard, mais la nature des argiles contenues dans le sol N (illite, chlorite et, surtout, montmorillonite) interagit avec les liants minéraux et avec les molécules organiques réduisant très nettement leur efficacité sur les résistances à la compression sèche. Les résultats sur la résistance en compression sèche avec l'ovalbumine confirment de nouveau cela.

L'ensemble de ces résultats montre une différence de comportement importante entre les deux natures de sol et les trois natures de liant. Les résultats des essais de caractérisation minéralogique (DRX, ATG et IR) des mélanges stabilisés seront présentés dans le paragraphe 3 de ce chapitre pour voir s'il est possible d'expliquer ces différences de comportement par des modifications minéralogiques des mélanges.

Enfin, il est possible de comparer les résultats obtenus dans cette étude avec ceux de la littérature. Globalement, quelle que soit la densité de compactage des éprouvettes, les résistances obtenues dans cette étude sont largement supérieures à celles de la littérature. Pour 4% de ciment et des élancements proches de 1, (Bahar et al., 2004) et (Eires et al., 2014) obtiennent respectivement 2,3 MPa et 1,5 MPa là où les résultats de cette étude oscillent entre 5,8 et 9,2 MPa. Pour la chaux, il est difficile d'établir des comparaisons avec la littérature car, dans certaines références, il n'y a pas de cure (Alam, Naseer, and Shah 2015 ; Millogo, Hajjaji, and Ouedraogo 2008) ou alors le type de chaux utilisé n'est pas le même que dans la présente étude (Seco et al., 2017). Les seuls résultats qu'il est possible d'utiliser sont ceux de (Eires et al., 2014) qui trouvent une résistance de 0,8 MPa avec l'ajout de 4% de chaux (contre 2,9 à 5,3 MPa pour la présente étude).

A ce jour, nous ne connaissons pas d'étude portant sur l'utilisation de l'ovalbumine pour la stabilisation de blocs de terre. Celles connues portent sur l'amélioration de l'étanchéité des enduits en terre crue (Vissac et al., 2012). Nous ne disposons donc pas de valeurs de résistance mécanique dans la littérature pour une comparaison avec les nôtres. L'état de l'art sur les stabilisations aux liants organiques a montré que la valeur maximale de résistance à la compression sèche obtenue

était de 7 MPa pour des éprouvettes d'élancement 1 sur une fine argilocalcaire stabilisée avec 1% d'amidon (Alhaik et al., 2017). Mais, la tenue à l'eau de ce matériau n'a pas été testée.

Enfin, nous avons observé quelques fissures apparaissant uniquement sur les éprouvettes de sol N stabilisé avec 2% et 4% de d'ovalbumine juste après la compaction (Figure IV-3).

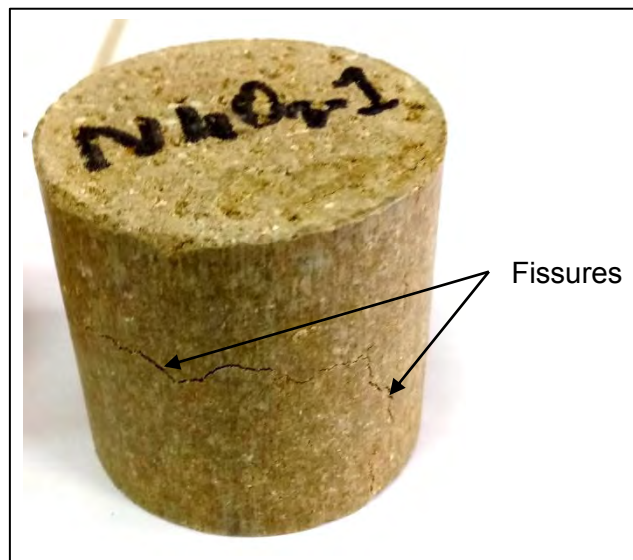


Figure IV-3 : Apparition de fissures après confection des éprouvettes de sol N stabilisé avec ovalbumine

Ces fissures peuvent s'expliquer par des gonflements causés par la présence des smectites et des répulsions électrostatiques potentielles dues à l'ovalbumine dont les propriétés surfactantes sont bien connues dans la littérature (Anger et al., 2013).

Pour finir sur cette partie, il est possible de comparer les résistances en compression des éprouvettes de sols stabilisés avec les résistances des blocs de bétons creux. Pour cette comparaison, la notion d'élancement est très importante à cause des phénomènes de frettage qui modifient énormément la valeur des résistances. Nos éprouvettes ont un élancement de 1 et si on considère des blocs de bétons creux de géométrie traditionnelle (20 cm x 20 cm x 50 cm) testés dans le sens de pose, l'élancement est aussi de 1 (hauteur sur la plus petite des deux autres dimensions). Nous pouvons donc comparer directement nos valeurs. Ainsi, les résistances que nous obtenons (de 3 à 13 MPa) sont du même ordre de grandeur que celles des blocs de bétons creux, la norme NF EN 15435/CN donnant des classes de résistance pour ces blocs comprises entre 4 MPa à 12 MPa (NF EN 15435/CN, 2009). Pour cette caractéristique, on peut conclure que les briques de terre stabilisées seraient aussi performantes que les blocs de bétons creux.

1.2.2 Modules élastiques

Le Tableau IV-2 présente les modules élastiques déterminés à partir des courbes contrainte-déformation issues des mesures de force et de déplacement du plateau lors de l'essai à la compression sèche.

Tableau IV-2 : Modules élastiques des sols B et N stabilisés ou non obtenus par mesure de déplacement du plateau de presse

Code	Sol	Ciment (%)	Chaux (%)	Ovalbumine (%)	A la densité de la référence		Aux densités Proctor respectives (OPN)	
					ρ_d (g/cm ³)	E (MPa)	ρ_d (g/cm ³)	E (MPa)
Nref	Sol N				1,88	215 ± 18	1,88	215 ± 18
N2Ov				2%	1,88	352 ± 37		
N4Ov				4%	1,88	525 ± 50		
N2C		2%			1,88	327 ± 14	1,84	290 ± 21
N4C		4%			1,88	493 ± 18	1,79	305 ± 09
N2Ch			2%		1,88	265 ± 59	1,77	184 ± 07
N4Ch			4%		1,88	275 ± 05	1,76	249 ± 12
Bref		Sol B				1,86	203 ± 30	1,86
B2Ov				2%	1,86	421 ± 40		
B4Ov				4%	1,86	512 ± 40		
B2C	2%				1,86	262 ± 18	1,87	262 ± 19
B4C	4%				1,86	319 ± 15	1,86	319 ± 15
B2Ch			2%		1,86	216 ± 20	1,81	192 ± 13
B4Ch			4%		1,86	208 ± 16	1,76	184 ± 12

Logiquement, les résultats sur les modules élastiques ont la même tendance que ceux obtenus sur les résistances à la compression sèche. Le module élastique augmente avec la quantité de liant. Les matériaux les plus rigides sont les mélanges avec l'ovalbumine. On remarque aussi que l'augmentation de la densité de fabrication s'accompagne d'une augmentation du module élastique ce qui peut s'expliquer par le fait que la réduction de la porosité (et ou de la distribution dimensionnelle des pores) conduit à un resserrement des grains dont les déplacements différentiels étaient à l'origine de la souplesse (ductilité) globale du matériau. A cela s'ajoute l'effet de la nature et la densité des forces de liaison entre les particules du matériau (stabilisé ou non). Plus ces liaisons sont fortes et nombreuses, moins le matériau se déforme. Ceci expliquerait la différence d'effet entre les types de liants. En effet, on constate que pour les mélanges à densité constante et en dépit de la nature du sol, le module élastique est décroissant respectivement avec l'ovalbumine, le ciment et la chaux. Pour le cas de l'ovalbumine, les forces d'adsorption et leur nombre important à la surface des particules de sol à cause des longues chaînes de molécules d'ovalbumine peuvent expliquer la nette augmentation du module élastique. Cela peut s'apparenter à une forme de réticulation de la matrice sur sol par les chaînes de molécules d'ovalbumine. Des structures naturelles, dites nano-composites, formées d'un agencement de particules minérales réticulées par des molécules organiques et ayant de ce fait de très bonnes propriétés mécaniques, existent dans les règnes végétal et animal. Ainsi, une analogie peut être faite entre la microstructure des sols stabilisés par des biopolymères organiques et la nacre (Anger et al., 2013) (cf. Figure IV-4).

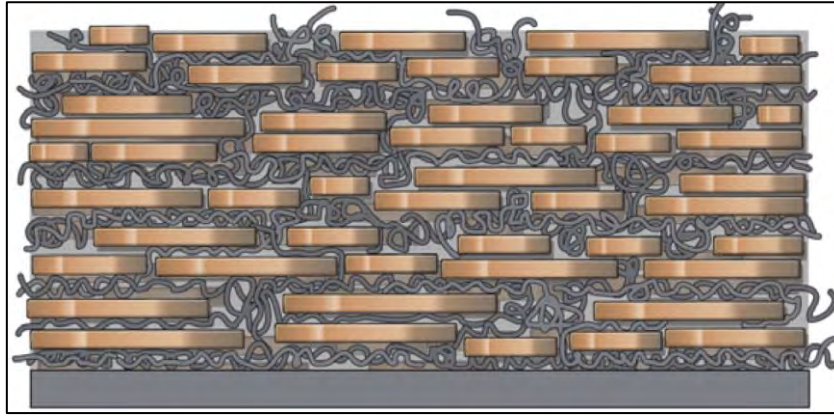


Figure IV-4 : Représentation schématique de la structure d'une nacre (Crédits : Arnaud Misse, 2009) par (Anger et al., 2013)

La nacre est un revêtement de la paroi intérieure de certains mollusques constitué de plaquettes d'aragonites (CaCO_3) tissées par des chaînes de conchyoline qui est une scléroprotéine chitinoïdale.

Les valeurs de modules élastiques discutées dans cette partie ne sont pas très précises au vu de la méthode de détermination et sont de ce fait utilisées à titre comparatif. En effet, nous avons présenté lesdites méthodes dans le chapitre 2 consacré aux méthodes et procédures et vu que les chargements cycliques et les capteurs LVDT étaient plus adaptés pour une mesure précise des modules élastiques. Malgré cela, nous avons pu constater que, pour la plupart des auteurs, les valeurs des modules élastiques de la terre crue stabilisée, ou non, sans fibres sont de l'ordre de 200 MPa à 1000 MPa (Quagliarini and Lenci 2010 ; Miccoli et al. 2015 ; Bui et al. 2014) ce qui correspond à l'ordre de grandeur de nos mesures bien que la méthode utilisée (déplacement du plateau de la presse) soit moins fiable.

2 Tenue à l'eau (résistance à la compression humide)

En l'absence de tests de référence sur la tenue à l'eau, il a été décidé dans cette étude, comme dans de nombreuses autres études sur le sujet, d'évaluer la résistance à l'eau des mélanges stabilisés en mesurant leur résistance en compression humide.

La Figure IV-5 présente les aspects des éprouvettes après immersion de 2 h dans l'eau avant la réalisation des essais des résistances en compression.



Figure IV-5 : Aspect des éprouvettes après immersion de 2 h dans l'eau

Nous distinguons trois groupes d'éprouvettes selon les aspects après immersion de 2 h dans l'eau :

- un premier groupe d'éprouvettes qui se disloquent totalement au bout de la durée d'immersion,
- un second groupe d'éprouvettes qui se désagrègent partiellement mais ne peuvent pas être soumises au test de compression,
- et, enfin, un troisième groupe d'éprouvettes qui restent quasi intactes après l'immersion et peuvent donc subir le test de résistance à la compression.

Ces résultats qualitatifs donnent une première appréciation de l'amélioration de la tenue à l'eau des matériaux stabilisés. Bien que le deuxième groupe d'éprouvettes ne puisse pas subir le test de résistance à la compression, il montre une amélioration sensible de la tenue à l'eau des stabilisations concernées.

Les résultats des tests de résistances à la compression humide obtenus pour les différents mélanges fabriqués à différentes densités sont présentés dans le Tableau IV-3.

Tableau IV-3 : Résistances à la compression humide des sols stabilisés après 2h d'immersion dans l'eau

Code	Sol	Ciment (%)	Chaux (%)	Ovalbumine (%)	A la densité de la référence		Aux densités Proctor respectives (OPN)	
					ρ_d (g/cm ³)	Rc (MPa)	ρ_d (g/cm ³)	Rc (MPa)
Nref	Sol N				1,88	-	1,88	-
N2Ov				2%	1,88	2,9 ± 0,5		
N4Ov				4%	1,88	5,7 ± 0,2		
N2C		2%			1,88	0,6 ± 0,1	1,84	0,4 ± 0,1
N4C		4%			1,88	2,3 ± 0,1	1,79	1,3 ± 0,2
N2Ch			2%		1,88	0,6 ± 0,0	1,77	-
N4Ch			4%		1,88	1,0 ± 0,1	1,76	0,7 ± 0,0
Bref		Sol B				1,86	-	1,86
B2Ov				2%	1,86	-		
B4Ov				4%	1,86	2,6 ± 0,3		
B2C	2%				1,86	-	1,87	-
B4C	4%				1,86	0,6 ± 0,2	1,86	0,6 ± 0,2
B2Ch			2%		1,86	-	1,81	-
B4Ch			4%		1,86	0,2 ± 0,0	1,76	-

Les mélanges (3 échantillons par composition) n'ayant pas résistés aux deux heures d'immersion dans l'eau (1^{er} et 2^{ème} groupes) du paragraphe précédent) sont symbolisés par « - » dans le Tableau IV-3 car le test de résistance à la compression humide n'a pas pu être réalisé sur ces éprouvettes. Contrairement à ce qui a été observé pour les résistances en compression sèche, les stabilisations à la chaux et au ciment sont globalement plus efficaces sur le sol N que sur le sol B pour la résistance à l'eau. Pour le sol B, seules les stabilisations à 4% de ciment et 4% de chaux (et dans ce cas uniquement pour les mélanges les plus denses) résistent après 2h d'immersion et les résistances atteintes ne sont pas très élevées (0,6 MPa et 0,2 MPa respectivement). Tous les échantillons de sol N compactés à une densité constante résistent à l'immersion, qu'ils soient stabilisés au ciment ou à la chaux, et l'augmentation du dosage en liant permet d'obtenir des résistances en compression humide plus élevées. La stabilisation du sol N à la chaux soulève des questions : en effet, cette stabilisation n'a quasiment aucun effet sur les résistances en compression sèche ce qui laisserait penser qu'il n'y a pas de réaction entre le liant et le sol ; mais, parallèlement à cela, cette stabilisation est très efficace en termes de résistance à l'eau ce qui montre que des réactions se produisent. Des tentatives d'explication de ces différences seront avancées lors des études des modifications minéralogiques du paragraphe 3 de ce chapitre.

A la suite des résistances mécaniques à l'état sec, les mélanges avec 2% et 4% d'ovalbumine donnent les meilleures tenues à l'eau comme on peut l'observer sur le Tableau IV-3 : en effet, avec 4% d'ajout sur le sol B on obtient 2,6 MPa contre 0 MPa à 2%, tandis que le sol N donne 2,9 MPa et 5,7 MPa respectivement pour 2% et 4% d'ajout. Ces valeurs dépassent de loin celles obtenues avec les liants minéraux. Contrairement à ce que montrent les résultats sur les résistances à la

compression à l'état sec, nous observons que l'ovalbumine est plus efficace sur la tenue à l'eau du sol N que sur celle du sol B.

Pour cette caractéristique de tenue à l'eau, il est extrêmement difficile de comparer les éprouvettes de sol stabilisées aux blocs de bétons creux. En effet, pour ces derniers, nous savons que leur durée de tenue à l'eau est « infinie » alors que, pour nos éprouvettes, elles résistent dans des conditions d'essai particulières mais nous ne savons pas ce qui se produirait en cas d'immersion beaucoup plus prolongée. On peut néanmoins penser que les briques de terre crue (même si elles sont stabilisées) ne devraient pas être utilisées pour des applications durant lesquelles elles seraient immergées pendant longtemps. Quoiqu'il en soit, le problème de la sensibilité des briques de terre crue stabilisées demeure et on observe une réduction importante des résistances en compression après immersion ce qui n'est pas le cas pour les blocs de bétons creux. Pour cette caractéristique particulière, on peut conclure que les briques de terre crue sont beaucoup moins performantes que les blocs de bétons creux.

Sur la base des résistances à la compression à l'état sec et celles à l'état humide, nous pouvons proposer une classification de nos formulations selon les catégories de la norme actuelle française sur les BTC (XP P 13-901, 2001). Etant donné que nos éprouvettes ont un élancement de 1 contrairement aux élancements des éprouvettes préconisés dans le protocole la norme BTC, nous avons appliqué un facteur correcteur sur les valeurs de résistance de nos éprouvettes afin de se rapprocher au mieux de celles de la norme. Ce facteur correcteur est proposé par (Walker, 2002) dans la norme australienne sur les constructions en terre crue afin de rapprocher les valeurs des résistances à la compression à celles qu'on aurait obtenues si le test est exempt de frottement. Il augmente avec l'élancement et il est égal à 1 si l'élancement est supérieur ou égal à 5.0. Il vaut 0,70 pour de élancements de 1. Le Tableau IV-4 propose une synthèse de la classification des mélanges utilisés dans notre thèse après correction de leurs résistances à la compression.

Tableau IV-4 : Catégories de blocs pleines de terre crue stabilisée selon leurs résistances à la compression sèche et humide (XP P 13-901, 2001, pp. 13–901)

Sol	Liant	Dosage	Densité	Catégorie par fc sec			Catégorie par fc humide		
				BTC 20	BTC 40	BTC 60	BTC 20	BTC 40	BTC 60
				≥ 2 MPa	≥ 4 MPa	≥ 6 MPa	≥ 1 MPa	≥ 2 MPa	≥ 3 MPa
Sol N	Ref.		1,88	+					
	Ovalbumine	2%	1,88			+		+	
		4%	1,88			+			+
	Ciment	2%	1,84	+					
			1,88		+				
		4%	1,74		+				
	Chaux	2%	1,88			+	+		
			1,77	+					
		4%	1,88	+					
			1,76	+					
Sol B	Ref.		1,86	+					
	Ovalbumine	2%	1,86			+			
		4%	1,86			+	+		
	Ciment	2%	1,87		+				
			1,86		+				
		4%	1,86		+				
	Chaux	2%	1,86		+				
			1,81	+					
		4%	1,76	+					
			1,86	+					

On constate à partir du Tableau IV-4 que sur la base des résistances à la compression sèche, les sols B et N non stabilisés et la quasi-totalité des sols B et N stabilisés au ciment et à la chaux fabriqués à densité OPN sont de catégorie BTC 20. La fabrication à densité constante égale à celles de la référence permet de les hisser à la catégorie BTC 40. Le mélange à 4% de ciment passe quant à lui à la catégorie BTC 60. Dans cette dernière catégorie se trouvent également les mélanges stabilisés avec l'ovalbumine.

Les critères sont plus contraignants pour les résistances en compression humide : en effet, sur la base de ces résistances, seuls quatre mélanges atteignent au moins la catégorie BTC 20. Cela montre combien ce critère est sévère. Toutefois, le mélange du sol N avec 4% d'ovalbumine est le meilleur (BTC 60) que ce soit avec la résistance en compression sèche ou humide. La norme BTC (XP P 13-901, 2001, pp. 13–901) ne précise pas pour autant les éléments de structures et les types de construction (bâtiment à niveau ou non etc.) dans lesquels chaque catégorie de briques de terre crue pourrait être utilisée. Pour la construction de bâtiments, (Danso et al., 2015) renvoient à la norme turque (TS 704 1983, 1985) qui préconise une résistance minimale de 1 MPa quand (Houben, 2006) suggère un minimum de 2 MPa pour les blocs stabilisés au ciment. Selon les critères de (Danso et al., 2015) et de (Houben, 2006), tous les matériaux de notre étude qui sont au moins de

catégorie BTC 20 à l'état sec sont aptes à la construction. A l'état humide, les sols B et N stabilisés à 4% de ciment passent le critère de (Danso et al., 2015) et le sol N stabilisé à 2% et 4% d'ovalbumine passe les deux critères.

3 Propriétés hygroscopiques et thermiques

3.1 Conductivité thermique

Le Tableau IV-5 présente les conductivités thermiques des sols stabilisés mesurées par les deux méthodes (la plaque chaude gardée et fil chaud) que nous avons utilisées.

Tableau IV-5 : Conductivités thermiques des matériaux compactés à densités constantes

Code	Sol	Ciment (%)	Chaux (%)	Ovalbumine (%)	Méthode de la plaque chaude gardée (mW.K ⁻¹ .m ⁻¹)	Méthode du fil chaud (mW.K ⁻¹ .m ⁻¹)
Nref	Sol N				564 ± 24	713 ± 29
N2Ov				2%	602 ± 00	754 ± 22
N4Ov				4%	582 ± 39	775 ± 32
N2C		2%			529 ± 01	761 ± 28,2
N4C		4%			556 ± 20	731 ± 23
N2Ch			2%		557 ± 17	690 ± 24
N4Ch			4%		561 ± 42	733 ± 07
Bref		Sol B				573 ± 29
B2Ov				2%	605 ± 23	709 ± 12
B4Ov				4%	559 ± 29	696 ± 35
B2C	2%				486 ± 04	638 ± 12
B4C	4%				520 ± 15	659 ± 35
B2Ch			2%		513 ± 22	636 ± 13
B4Ch			4%		497 ± 41	649 ± 14

Les conductivités thermiques mesurées par la méthode de fil chaud sont en moyenne toujours supérieures de 0,15 W/(K.m) aux valeurs obtenues par la méthode de la plaque chaude gardée. Cette différence est connue dans littérature (Seng et al., 2019). En effet, la méthode de fil chaud est beaucoup plus simple et rapide mais elle a l'inconvénient d'être locale et de dépendre de la qualité de contact entre la sonde et les surfaces des deux échantillons du matériau. Les mesures par la méthode de la plaque chaude gardée sont plus précises et ce sont ces valeurs qui seront discutées dans le paragraphe suivant.

Les résultats du Tableau IV-5 montrent qu'il n'y a pas de différence significative de conductivités thermiques entre les mélanges puisqu'elles sont toutes comprises entre 0,49 à 0,61 W/(K.m), que l'on considère des formulations différentes ou des sols différents dont les masses volumiques apparentes sèches sont toutes comprises entre 1,86 g/cm³ et 1,88 g/cm³. De nombreuses études sur la conductivité thermique des matériaux de construction ont montré que cette grandeur était fortement liée à la masse volumique sèche des matériaux : ainsi, l'ensemble des mélanges que nous avons étudiés ayant des masses volumiques très proches, il était prévisible que leurs conductivités thermiques le soient aussi. Nous pouvons ainsi conclure que l'ajout en quantité limitée de liants (minéraux ou organiques) est sans effet apparent sur la conductivité thermique des éprouvettes de sols compactés stabilisés. Il est de plus possible de comparer les valeurs que nous mesurons avec celles issues de la littérature. Dans leurs études respectives, (Cagnon et al., 2014) et (Maillard and

Aubert, 2014) ont étudié le comportement hygrothermique de briques de terre crue extrudées ayant des densités sèches comprises entre 1,94 et 2,07. (Cagnon et al., 2014) ont aussi utilisé la méthode de la plaque chaude gardée et ils ont mesuré des conductivités comprises entre 0,47 et 0,59 W/(K.m) ce qui est tout à fait similaire aux résultats du Tableau IV-5. (Maillard and Aubert, 2014) ont par contre utilisé un autre dispositif de mesure basé sur la mesure de flux de chaleur et ils ont mesuré les conductivités thermiques dans deux directions afin de mettre en évidence l'anisotropie des briques extrudées. Les valeurs mesurées sont globalement plus élevées que celles du Tableau IV-5 : de 0,57 à 0,69 W/(K.m) dans la direction perpendiculaire au sens d'extrusion et de 0,72 à 1,24 W/(K.m) dans la direction parallèle. L'appareil de mesure n'étant pas le même, il est difficile de dire si les différences viennent des caractéristiques intrinsèques des matériaux ou si cela est dû à l'appareil comme cela a été observé avec la méthode du fil chaud. (A. Laborel-Préneron et al., 2018) ont travaillé sur l'effet de l'ajout de granulats biosourcés sur les propriétés hygrothermiques des briques de terre. Les échantillons de brique testés et la méthode utilisée étaient identiques à ceux de cette étude avec une terre différente et les auteurs ont mesuré sur les briques de référence sans ajout de granulats biosourcés une conductivité thermique sèche de 0,57 W/(K.m) pour une densité sèche égale à 1,89 ce qui est tout à fait cohérent avec les résultats du Tableau IV-5. Enfin, les travaux de recherche qui se rapprochent le plus de ceux de notre étude sont ceux de (Saidi et al., 2018) qui ont travaillé sur les effets de la stabilisation des briques de terre crue sur la conductivité thermique et la sorption de vapeur d'eau. Ils ont travaillé sur des BTC stabilisées à 5, 8, 10 et 12% de ciment ou de chaux (hydraté) et ils ont mesuré les conductivités thermiques en utilisant la méthode de la boîte. Ils trouvent des valeurs oscillant entre 0,79 et 1,10 W/(K.m) pour l'ajout de ciment ou de chaux difficilement comparables avec les valeurs du Tableau IV-5, les méthodes de mesure étant différentes. Par contre, (Saidi et al., 2018) montrent que la conductivité thermique augmente de façon quasi linéaire avec l'augmentation des dosages en ciment ou en chaux. Ceci n'est pas du tout en contradiction avec les résultats du Tableau IV-5 car pour les dosages de 5% de ciment ou de chaux, les auteurs trouvent les mêmes conductivités thermiques que les briques non stabilisées ce qui confirment les résultats de la présente étude.

La résistance thermique usuelle des blocs de béton creux de dimension 20 cm x 20 cm x 50 cm est de 0,23 m².K/W. Pour une épaisseur de 20 cm, des briques de terre crue stabilisée pleines fabriquées à partir de nos mélanges auraient une résistance thermique comprise entre 0,33 et 0,41 m².K/W ce qui est légèrement supérieur à la résistance thermique des blocs de béton creux. Cependant, la différence de résistance thermique étant très faible, on peut conclure que, pour cette propriété, les deux matériaux sont équivalents. Que ce soit l'un ou l'autre, ces matériaux sont de « mauvais isolants » qui nécessitent (en France) l'ajout d'un isolant pour assurer notamment le confort d'hiver. Une des grosses différences entre ces deux types de matériaux portera sur la manière d'associer la paroi à l'isolant. Contrairement au cas de la maçonnerie traditionnelle en bloc de béton creux, pour les briques de terre crue, une isolation par l'extérieur sera plus avantageuse pour deux raisons : d'une part, cette isolation protégera le mur en terre de l'humidité extérieure et,

d'autre part, le fait que le mur en terre soit en contact avec l'air intérieur permettra de profiter au mieux de ses capacités de régulation hygroscopique.

3.2 Effet des stabilisations sur le comportement hygroscopique

La Figure IV-6 présente les variations de masse des éprouvettes de sol N non stabilisé soumises aux cycles de sorption-désorption de l'essai MBV selon le protocole Nordtest (Rode et al., 2005).

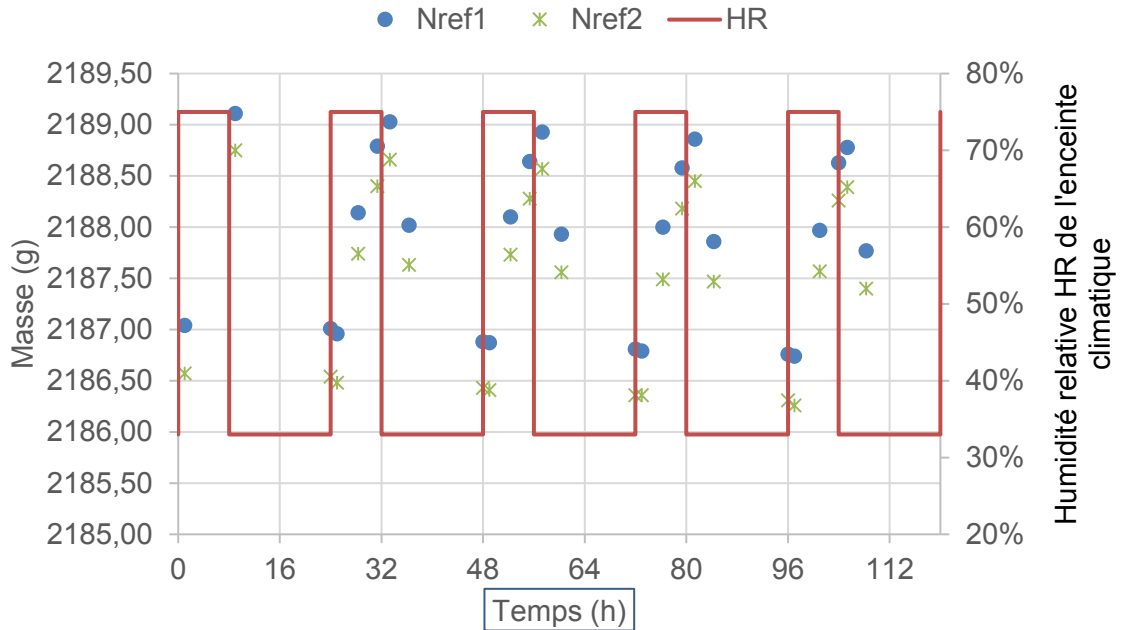


Figure IV-6 : Variations de masse pour le sol N selon les cycles d'humidité imposés durant l'essai Nordtest

Les courbes des autres mélanges ont la même allure que le mélange de référence (Cf ANNEXES). La Figure IV-6 montre que la dispersion des résultats entre les deux éprouvettes testées est assez faible. De plus, on observe un léger déphasage entre la modification de l'Humidité Relative et la réponse de l'éprouvette. Ce décalage est aussi observable pour les autres mélanges. Les résultats de la Figure IV-6 sont utilisés pour calculer les valeurs de capacité tampon hygrique (MBV) des différents mélanges, présentées sur la Figure IV-7.

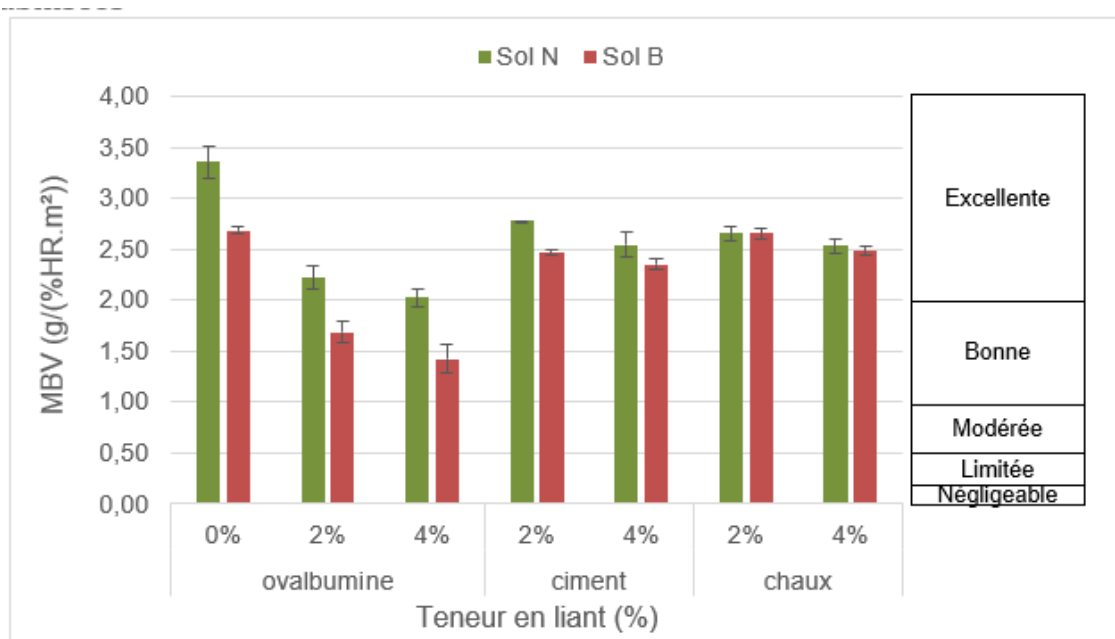


Figure IV-7 : La capacité tampon hygrique des sols N et B non stabilisés et stabilisés

Nous remarquons que le sol N est plus hygroscopique que le sol B. Ceci s'explique par la nature différente des minéraux argileux contenus dans les deux sols. Le sol N contient, en plus de l'illite, de la chlorite et de la montmorillonite qui ont une surface spécifique et une capacité d'absorption d'eau plus importantes que celles de la kaolinite contenue dans le sol B. Ceci confirme les résultats de l'ATG présentés dans le paragraphe 1.2.3 du chapitre 3 et des observations similaires avaient déjà été faites sur le même type de sol lors des mesures de sorption-désorption de vapeur d'eau par (Cagnon et al., 2014) et (McGregor et al., 2014b). Pour les deux sols, l'ajout de liants diminue les performances hygroscopiques du matériau. Toutefois, jusqu'à 4% d'ajout en masse, les performances hygroscopiques des matériaux demeurent excellentes dans le cas de liants minéraux et bonnes dans le cas de l'ovalbumine selon les critères du Nordtest (Rode et al., 2005). La Figure IV-8 illustre mieux cette diminution en représentant pour les deux sols les pourcentages de variation de la valeur MBV en fonction du dosage et du type de liant.

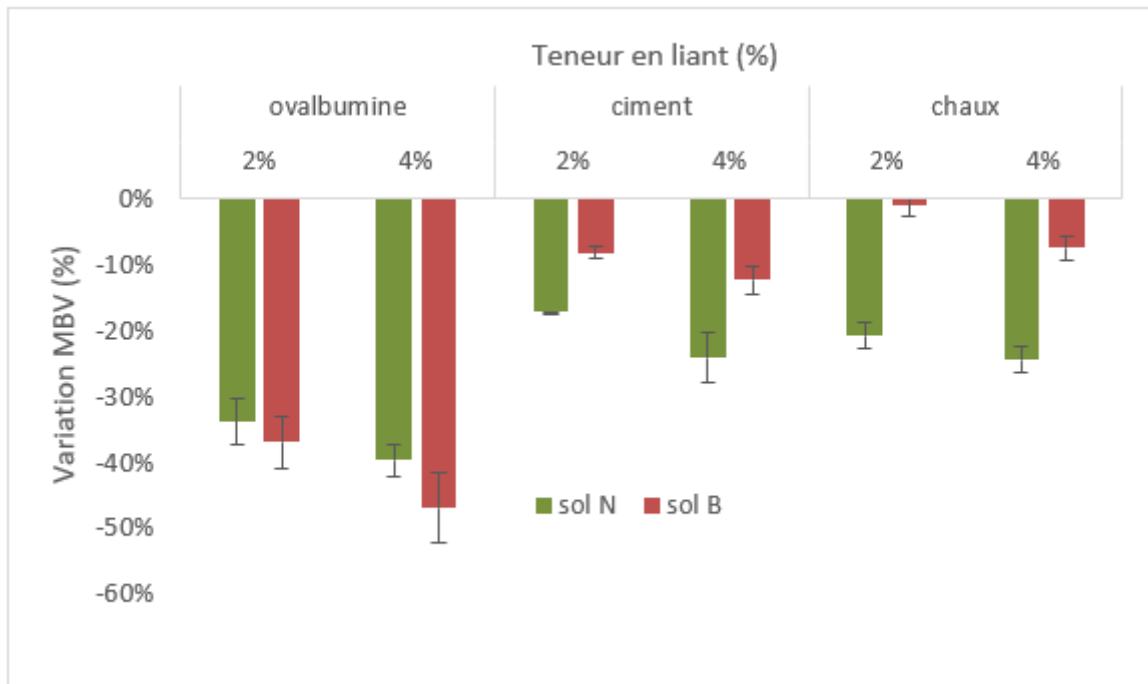


Figure IV-8 : Variation de la capacité tampon hygrique en fonction du pourcentage de liant

On observe deux tendances sur la Figure IV-8. D'abord, l'influence de la stabilisation au ciment et à la chaux sur la capacité tampon hydrique est plus marquée sur le sol N que sur le sol B. Aussi, l'effet de la chaux sur le sol B est nettement plus faible que sur celui du ciment. La minéralogie des sols et le mode d'interaction du ciment et de la chaux pourraient expliquer ces différences. En effet, les smectites (montmorillonites) et les chlorites présents dans le sol N sont sujets à une modification chimique de leur structure interfoliaire par échange cationique contrairement à la kaolinite présente dans le sol B. Ainsi, l'action du ciment et de la chaux est double sur le sol N contrairement au sol B. Outre la diminution de la structure porale du sol N par la formation d'hydrates, notamment pour le ciment et de carbonates pour la chaux, les deux liants peuvent interagir avec les smectites et les chlorites qui le constituent par échange d'ion calcium (Ca^{2+}) modifiant doublement sa capacité à retenir l'eau. Or, pour le sol B, seule la modification de la structure porale par formation d'hydrates et de carbonates a lieu. Pour le cas de la stabilisation avec 2% et 4% d'ovalbumine, la diminution de la performance hygroscopique est de 34 à 40% pour le sol N et de 37 à 47% pour le sol B contre une diminution maximale de 24% avec les liants minéraux. Cette nette différence est une conséquence des propriétés surfactantes de l'ovalbumine mises à profit dans le paragraphe 2. En effet, les molécules d'ovalbumine s'adsorbent sur les sites $-OH$ des particules argileuses grâce à leurs pôles hydrophiles et leurs pôles hydrophobes forment à leur surface une pellicule qui repousse l'eau. Ce mécanisme qui empêche la pénétration de l'eau liquide dans le matériau, limite également la fixation des molécules d'eau de l'air sur ses parois intra porales dans le cas des échanges hygroscopiques avec le milieu environnant.

La légère diminution de la sorption d'eau des briques de terre crue avec l'ajout de stabilisants minéraux (ciment ou chaux) est un résultat déjà observé dans d'autres études sur des essais de

sorption-désorption comme dans l'étude de (Saidi et al., 2018) et (McGregor et al., 2014a) sur les BTC stabilisées au ciment ou à la chaux. Ces auteurs ont montré que le sol non stabilisé a toujours les meilleures performances hygrothermiques. Ainsi, la stabilisation diminue la capacité hygroscopique du matériau. Dans la présente étude, les dosages en liants étant limités à 4%, les effets négatifs sur les propriétés hygrothermiques sont aussi limités et ne semblent pas réducteurs à l'utilisation de stabilisants minéraux.

En ce qui concerne l'impact des liants organiques, et en particulier l'ovalbumine, sur les performances hygroscopiques de la terre crue, les références bibliographiques sont quasi inexistantes à notre connaissance. La seule dont nous disposons provient du rapport PaTerre+ (Anger et al., 2013) où une évaluation sommaire de la variation du coefficient de perméabilité (μ) à la vapeur d'eau d'un enduit terre-paille-sable stabilisé au blanc d'œuf est réalisée. Ce coefficient correspond à la résistance du matériau à la perméabilité à la vapeur d'eau et est faible pour les matériaux à bonnes performances hygroscopiques (Moevus et al., 2013). Dans cette étude, les auteurs trouvent qu'avec l'ajout aux proportions volumétriques de « 1 blanc d'œuf pour 5 litres d'enduit » la valeur de μ passe de $7,9 \pm 3,6$ à $10,0 \pm 0,7$. L'interprétation de cette étude est mitigée au vu de la notion de taux d'incorporation du liant et de l'incertitude de la mesure. Néanmoins, on peut observer que l'ajout de l'ovalbumine diminue les performances hygroscopiques de la terre crue ce qui corrobore les résultats de notre étude.

Concernant le MBV, des valeurs sont données dans l'étude de (Rode et al., 2005) pour des blocs bétons à granulats légers, des blocs de béton cellulaire et du béton : les meilleures valeurs dépassent à peine $1 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \% \text{HR})$ contre plus de $2 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \% \text{HR})$ pour nos éprouvettes de sol traité (sauf dans le cas de l'ovalbumine). Comme on pouvait s'y attendre, car c'est une des qualités principales de la terre crue, les briques de terre crue stabilisée seront donc bien meilleures que les blocs de béton creux pour la régulation hygroscopique. Il convient néanmoins de nuancer cette conclusion car, comme nous l'avons vu pour la conductivité thermique et pour mettre à profit ces capacités de régulation, les murs en briques de terre crue seront logiquement utilisés nus à l'intérieur de l'habitat ce qui ne sera jamais le cas des blocs de béton creux. Ainsi, ce qui est important dans ce second cas, ce sera surtout les capacités de régulation des matériaux que l'on viendra mettre sur les blocs en béton.

4 Modifications minéralogiques induites par la stabilisation des sols

Même si les dosages de ciment, de chaux et d'ovalbumine ajoutés aux sols de cette étude sont faibles, les résultats obtenus sur les performances mécaniques et hygrothermiques ont montré que les effets de ces additions ne sont pas nuls. Selon la caractéristique étudiée, les effets sont plus ou moins marqués : les effets ne sont pas observables pour les résistances en compression sèches et pour les conductivités thermiques sèches ; par contre, l'ajout en faible quantité de liants minéraux modifie de manière importante la résistance à l'eau et le MBV. Cela montre que des réactions se produisent entre les sols et les liants et l'objectif de cette partie est de voir s'il est possible d'observer des modifications minéralogiques des sols par les techniques de caractérisation traditionnelles. Dans cette partie, toutes les analyses sont faites sur les sols B et N non stabilisés et sur les mélanges de ces sols avec 4% respectivement de ciment, de chaux et d'ovalbumine. Aussi, pour le cas des formulations avec liants minéraux, seuls les échantillons qui ont subi une cure de 21 jours sont analysés.

4.1 Diffractogrammes des rayons X des sols stabilisés

Les Figure IV-9 et Figure IV-10 présentent les diagrammes de rayons X respectifs des sols N et B non stabilisés et stabilisés à 4% de chaux, de ciment et d'ovalbumine (avec sol N uniquement).

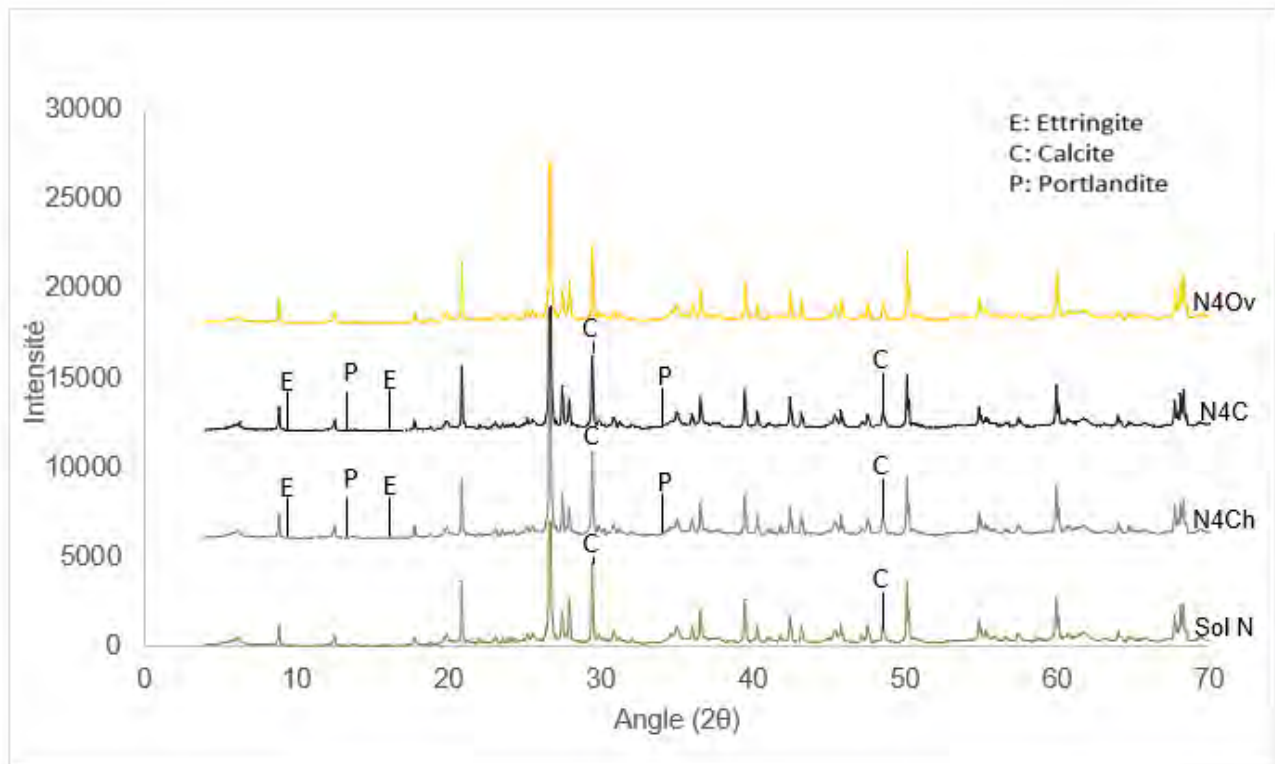


Figure IV-9 : Diffractogrammes des rayons X sur les mélanges de sol N non stabilisé (sol N) et stabilisé avec 4% respectivement de ciment (N4C), de chaux (N4Ch) et d'ovalbumine (N4Ov)

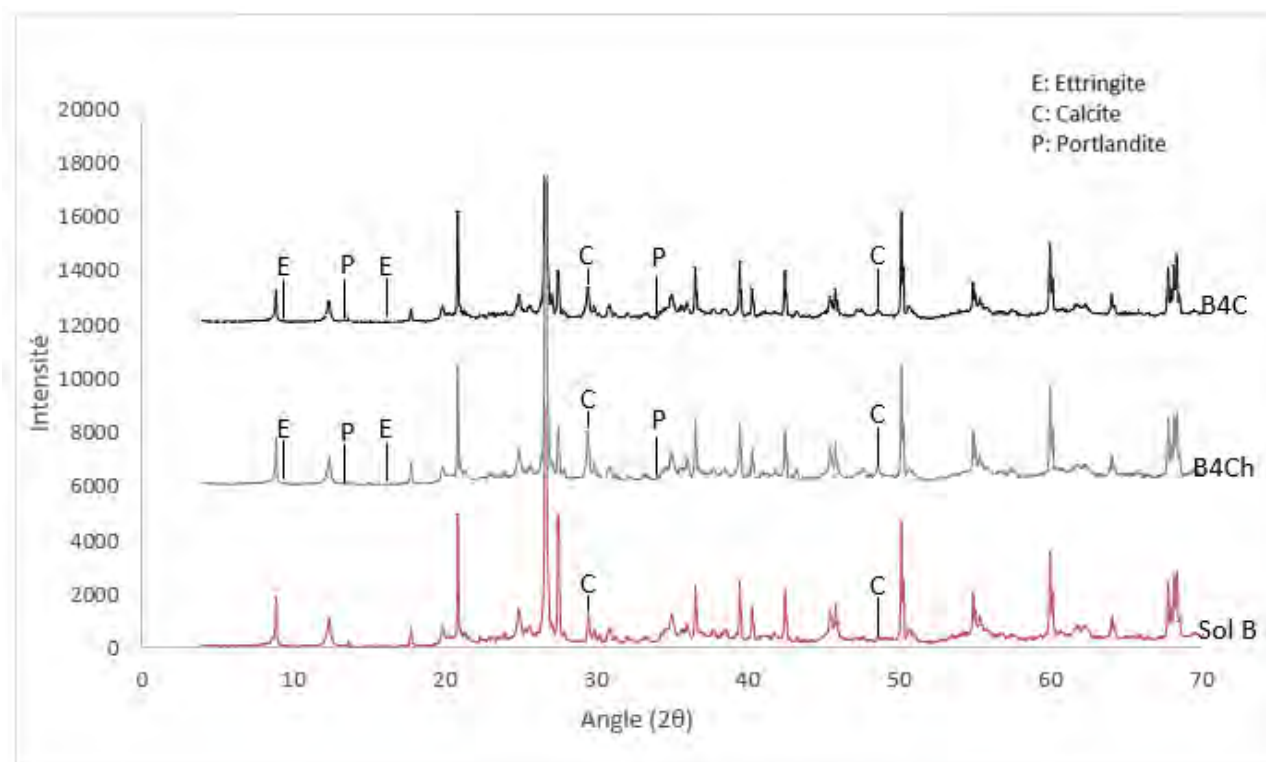


Figure IV-10 : Diffractogrammes des rayons X sur les mélanges de sol B non stabilisé (sol B) et stabilisé avec 4% respectivement de ciment (B4C) et de chaux (B4Ch)

Il est important de noter en préambule à l'analyse de ces courbes que pour des raisons de clarté de présentation, le pic principal de quartz de tous les diffractogrammes a été coupé de manière aléatoire. Ainsi, cela empêche toute analyse pseudo-quantitative en comparant la hauteur des pics entre les diagrammes. Nous ne pouvons donc faire qu'une analyse qualitative des phases consommées et des phases formées. L'hydratation du ciment produit classiquement trois hydrates : les C-S-H, l'ettringite et la portlandite. Les C-S-H sont des minéraux quasi-amorphes qui ne peuvent pas être observés par DRX contrairement à l'ettringite et à la portlandite. Les deux pics principaux de ces minéraux ont été repérés sur les diagrammes de la Figure IV-9 Et de la Figure IV-10, ainsi que ceux de la calcite. La précision de la DRX ne permet cependant pas pour des dosages aussi faibles d'observer des modifications minéralogiques. Nous n'observons pas de phases néoformées (ettringite ou portlandite ou autre) et il n'y a pas non plus de disparition de certains pics qui montrerait une consommation d'une des phases présente dans le sol. Il est à noter qu'il n'est pas non plus possible de voir les anhydres du ciment.

Les diagrammes de rayons X avec le sol B de la Figure IV-10 conduisent à des observations identiques pour le cas des liants minéraux. Avec ce sol, la DRX ne permet pas non plus de mettre en évidence des réactions chimiques autres que la formation très légèrement visible de calcite (carbonatation de la portlandite néoformée dans le cas du ciment ou de la chaux éteinte dans le cas de l'addition de chaux). Les mêmes conclusions avaient été faites par (Dao et al., 2018) dans leur étude bien que les dosages en ciment ajoutés aient été beaucoup plus élevés (jusqu'à 12%).

En ce qui concerne l'ovalbumine, seul le diagramme des rayons X du sol N stabilisé à 4% est présenté sur la Figure IV-11. Il montre lui aussi qu'il n'y a pas de formation de phases cristallines autres que celles déjà présentes dans le sol N ou du moins que ces phases cristallines ne sont pas détectables avec la diffraction des rayons X.

Ainsi, pour nos différents sols stabilisés avec 4% de ciment, de chaux ou d'ovalbumine, la DRX ne permet pas de mettre en évidence des modifications minéralogiques importantes qui expliqueraient les modifications des performances (résistances, tenue à l'eau et MBV) observées. Comme l'avaient fait (Dao et al., 2018) qui étaient dans la même situation, nous avons complété notre caractérisation par DRX infructueuse par une analyse infrarouge.

4.2 Analyses par spectrométrie infrarouge des sols stabilisés

Les spectres infrarouges des deux sols non stabilisés et stabilisés à 4% de chaux, de ciment et de d'ovalbumine après l'essai de compression (21 jours de cure suivis d'une dizaine de jours de séchage) sont présentés sur les Figure IV-11 et Figure IV-12.

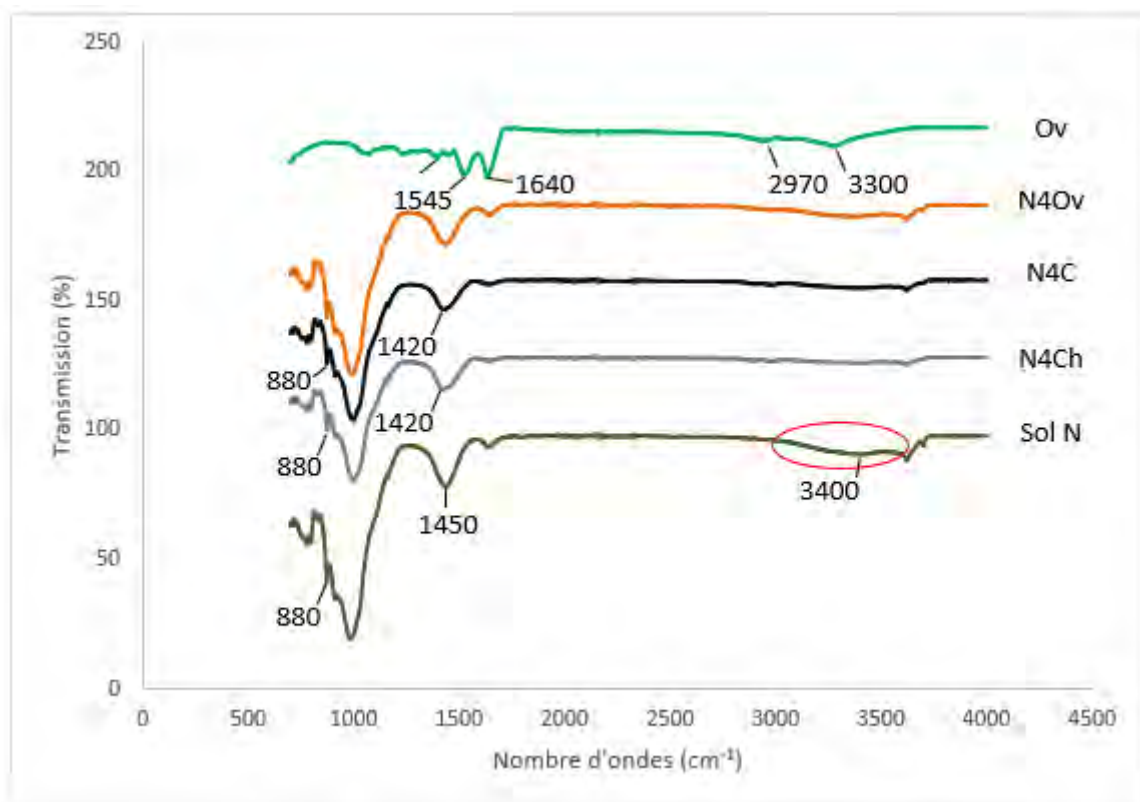


Figure IV-11 : Spectres infrarouge du sol N non stabilisé (sol N) et stabilisé avec respectivement 4% de ciment (N4C), de chaux (N4Ch) d'ovalbumine (N4Ov) et de l'ovalbumine seule (Ov)

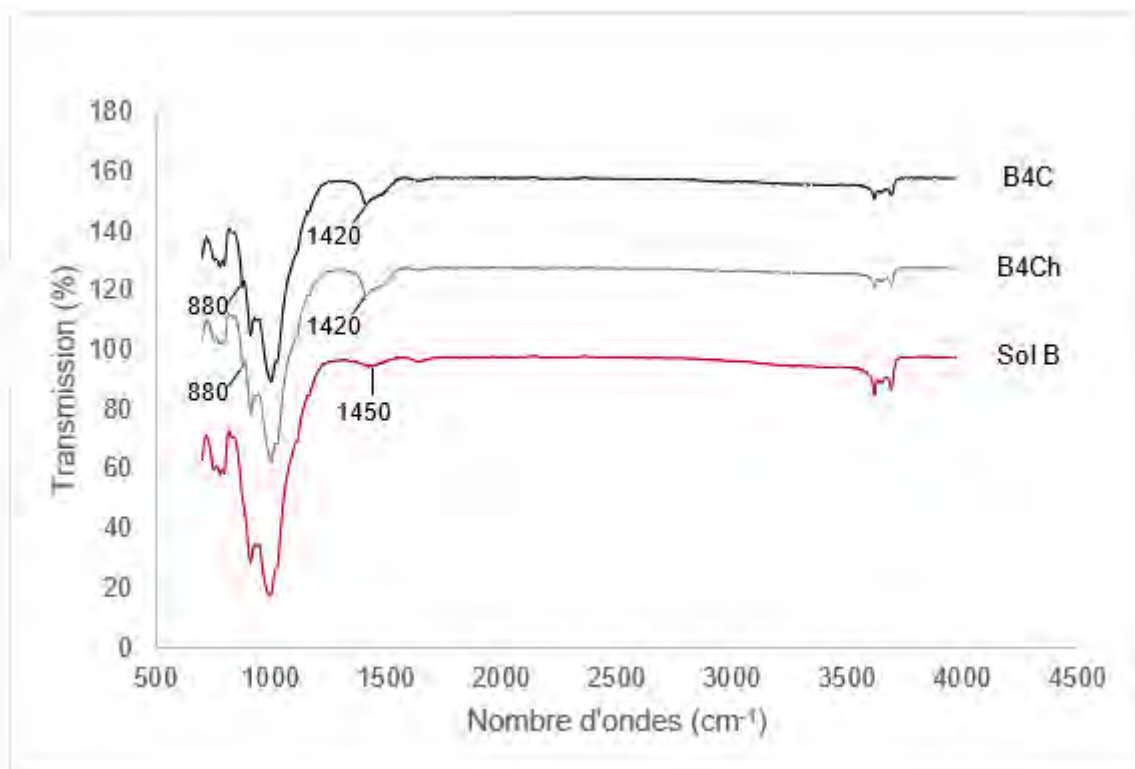


Figure IV-12 : Spectres infrarouge du sol B non stabilisé (sol B) et stabilisé avec respectivement 4% de chaux (B4Ch) et de ciment (B4C)

Sur les deux figures, nous observons quelques différences entre la courbe du sol non stabilisé et celle des mélanges avec 4% de ciment et de chaux aussi bien avec le sol B qu'avec le sol N. D'abord, il y a l'apparition d'un pic de vibration autour de 1420 cm^{-1} sur les mélanges respectifs des sols N (Figure IV-11) et B (Figure IV-12) avec les liants minéraux. Ce pic est plus marqué sur les mélanges avec le sol B. Ce pic correspond à la formation de carbonates (calcite) dont les bandes de vibrations caractéristiques sont autour de 1420 cm^{-1} et 880 cm^{-1} (Vaculikova and Plevova, 2005). D'ailleurs, cette dernière bande se distingue sur les mélanges avec le sol B contrairement aux mélanges avec le sol N qui, de base, contient déjà beaucoup de calcite. Ceci explique aussi le fait que la bande de vibration à 1420 cm^{-1} soit plus prononcée sur les mélanges avec le sol B que sur les mélanges avec le sol N. Ces observations corroborent celles déjà faites sur les analyses par DRX des mélanges avec liants minéraux.

Ensuite, nous notons une disparition de la large bande autour de 3400 cm^{-1} présente dans le sol N avec la stabilisation à la chaux et au ciment (Figure IV-11)). Sur les formulations avec le sol B, cette bande n'est pas observable (Figure IV-12). Dans le paragraphe sur l'analyse des sols par IR du chapitre 3, nous avons vu que cette bande correspond à la vibration des hydroxydes (-OH) de l'eau présente dans la montmorillonite. Nos observations sur la disparition de cette bande à 3400 cm^{-1} sont en contradiction avec les conclusions de (Dao et al. 2018) sur la formation de C-S-H. En effet, les auteurs observent une augmentation de l'intensité de la large bande de vibration autour de 3400 cm^{-1} , ce qui, selon les auteurs, correspondrait à la bande de vibration des hydroxydes (-OH) et de l'eau physisorbée des C-S-H. Ils concluent donc qu'il y a eu formation de C-S-H.

Cependant, le pourcentage de ciment qu'ils ont utilisé est de 12% ce qui est largement supérieur au 4% de notre étude. De notre côté, nous pensons que la disparition de cette bande est essentiellement imputable à une interaction chimique des liants minéraux avec la montmorillonite du sol N. Elle pourrait s'expliquer par une captation des hydroxydes de la montmorillonite du sol N par le calcium apporté par le ciment ou la chaux pour former de la portlandite et, plus tard, de la calcite par carbonatation. Une autre explication pourrait provenir de la diminution par le ciment ou la chaux de la capacité d'adsorption d'eau des minéraux argileux du sol N (baisse de la capacité tampon hygrique (MBV) observée dans le paragraphe 2.2). Cela induirait une diminution de la quantité d'eau physisorbée dans les sols N stabilisés à la chaux et au ciment et expliquerait la disparition de la bande de vibration à 3400 cm^{-1} .

Les spectres infrarouges de l'ovalbumine seule (Ov) et du mélange de sol N avec 4% d'ovalbumine (N4Ov), que nous avons uniquement représenté sur la Figure IV-11, permettent également de vérifier la présence de signature potentielle des interactions entre liant et sol. Le spectre d'ovalbumine présente des pics autour de 1400 cm^{-1} , 1545 cm^{-1} , 1640 cm^{-1} , 2970 cm^{-1} et 3300 cm^{-1} . D'après (Anger et al., 2013), ces bandes correspondent respectivement à la torsion de la liaison C-H ($1480\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$) à la torsion des liaison C-N-H ($1565\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$), à la vibration de la double liaison C=O ($1750\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$), à la vibration de C-H ($3100\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$) et à la vibration de la liaison N-H ($3400\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$) caractéristiques de l'ovalbumine. Le spectre N4Ov est quasiment identique à celui du sol non stabilisé. Or, il y a bien des interactions entre l'ovalbumine et les sols à cause de son impact fortement observé sur les performances mécaniques et hygroscopiques des sols. Ceci pourrait venir du fait que les bandes caractéristiques de l'ovalbumine seule se superposent à celles du sol N. De plus, la quantité de 4% d'ovalbumine serait trop faible pour que sa signature apparaisse dans le mélange. Enfin, on peut supposer que les liaisons établies par les molécules d'ovalbumine avec le sol ne sont pas covalentes, et que, de ce fait, l'analyse infrarouge ne permet pas de les mettre en évidence.

4.3 Analyse thermogravimétrique différentielle de la stabilisation du sol B avec la chaux

Pour finir, nous avons voulu voir s'il était possible d'observer par ATG, une éventuelle formation de C-S-H provenant d'une réaction pouzzolanique entre la chaux et la kaolinite du sol B. Ainsi, la Figure IV-13 présente les courbes thermogravimétriques différentielles du sol B non stabilisé et stabilisé avec 4% de chaux éteinte.

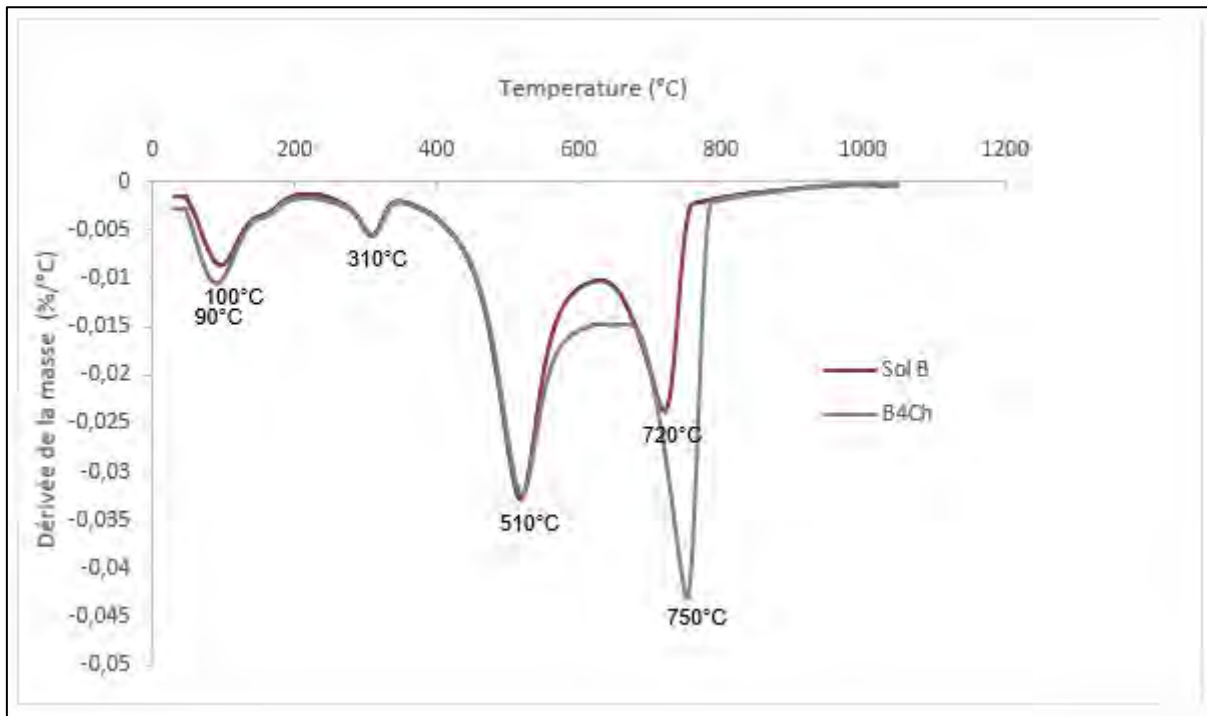


Figure IV-13 : Courbes thermogravimétriques du sol B non stabilisé (sol B) et stabilisé avec 4% de chaux (B4Ch)

La température de déshydratation des C-S-H se situe entre 100 et 200 °C (Rojas and Cabrera, 2002). Or, sur cette plage de température, les analyses du sol stabilisé et non stabilisé sont identiques ce qui montrerait qu'il n'y a pas eu formation de C-S-H ou, du moins, que cette formation serait de trop faible amplitude pour pouvoir être observée avec cet outil de caractérisation minéralogique. Les seules différences observables par ATG sont sur les pics avant 100°C qui peut provenir d'une différence de séchage entre les deux échantillons et surtout sur des pics autour de 600°C (présence de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ résiduelle dans l'échantillon B4Ch) et 750°C (augmentation de la concentration en calcite dans l'échantillon B4Ch déjà observée par DRX et sur les spectres IR). Comme dans le cas de la DRX et de l'IR, l'ATG n'a pas permis de mettre en avant des modifications minéralogiques majeures permettant d'expliquer les modifications de performances des éprouvettes de sol stabilisé.

Conclusion

Les résultats présentés dans ce chapitre ont montré que l'ajout en faibles quantités de liants minéraux ou organiques (ovalbumine) a un effet marqué sur certaines des propriétés d'usage des éprouvettes de sol compacté.

Les premières caractéristiques étudiées ont été les performances mécaniques à l'état sec et les résultats ont montré que ces performances dépendaient de nombreux paramètres : le temps de cure, l'énergie de compactage couplée à la masse volumique sèche, le type de sol et le type et le dosage en liants. Pour les liants minéraux, leur ajout entraîne une diminution des masses volumiques qui conduit à une diminution des performances mécaniques qui n'est parfois pas comblée par l'efficacité des liants. Par contre, en augmentant l'énergie de compactage (chapitre 3) pour travailler à masse volumique sèche constante, l'effet de l'ajout de liants minéraux sur les résistances en compression sèche est marqué. Il en est de même pour l'utilisation d'ovalbumine pour laquelle les résistances en compression sont plus que doublées quelle que soit la terre. Il est à noter qu'on observe des différences importantes de comportement en fonction du couple terre/liant minéral : pour la résistance en compression sèche, le couple le plus efficace est le sol contenant de la kaolinite stabilisé avec du ciment.

On retrouve d'ailleurs un effet important du couple terre/liant minéral lors de l'étude de la résistance à la compression humide mais les conclusions diffèrent de celles des performances à l'état sec. En effet, pour la tenue à l'eau, les résultats sont bien meilleurs avec le sol contenant de la montmorillonite stabilisé au ciment. Pour les mélanges stabilisés à l'ovalbumine, là aussi les meilleurs résultats sont obtenus avec le sol contenant de la montmorillonite alors que pour le sol contenant de la kaolinite, il est nécessaire d'ajouter 4% de ciment ou de chaux pour que le sol stabilisé résiste à l'immersion.

Enfin, pour les caractéristiques hygrothermiques, les effets des ajouts de liants minéraux ou organiques sont assez limités. Nous n'observons pas d'effets sur les conductivités thermiques alors qu'une légère diminution de la capacité de régulation hygroscopique se produit avec l'ajout de liants. Compte tenu des dosages utilisés, cette diminution est faible et le comportement hygroscopique des sols stabilisés restent bon malgré la stabilisation.

Nous avons, dans la suite de ce chapitre, utilisé des outils de caractérisation minéralogique pour voir s'il était possible de mettre en évidence des modifications minéralogiques qui permettraient d'expliquer ces différences de comportement mais, malheureusement, ces études n'ont rien donné. Il se passe nécessairement des phénomènes que l'on ne voit pas, soit parce que les outils ne sont pas adaptés (par exemple si les phénomènes sont liés à des échanges d'ions interstitiels dans les argiles), soit parce que les quantités de liants utilisés, et donc de phases formées, sont trop faibles pour pouvoir être observées par ces méthodes d'analyse.

Pour finir, une comparaison entre briques de terre stabilisées et blocs de béton creux a été réalisée sur chaque caractéristique. On peut considérer que les deux matériaux sont équivalents sur l'impact environnemental (hypothèse de départ sauf évidemment dans le cas de l'ovalbumine dont l'impact environnemental est difficile à appréhender), les résistances en compression sèche et la conductivité thermique. La brique de terre crue stabilisée remporte la partie sur les propriétés hygroscopiques mais elle la perd pour la durabilité à l'eau. Enfin, et c'est un point très important à considérer, la masse d'un bloc de béton creux est de 18 kg, là où la brique de terre crue stabilisée de même géométrie pèserait 40 kg ce qui est évidemment impossible à utiliser. Cela signifie qu'il faudra adapter la taille de ces briques de terre pleines et que pour la même surface, il y aura plus de briques à poser ce qui veut dire plus de temps de main d'œuvre ce qui est très handicapant en termes de coût dans des pays comme la France où la main d'œuvre coûte très cher.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

La présente étude avait pour objectif de proposer des matériaux à base de terre crue stabilisée comme alternative écologique aux matériaux de construction à base de ciment (blocs de béton creux). Cela a nécessité de limiter le taux d'incorporation de liants minéraux (ciment et chaux) à des quantités faibles par rapport à la littérature, et d'explorer d'autres possibilités parmi les liants organiques. Elle s'est déroulée au LMDC grâce au financement du projet neOCampus de l'Université Paul Sabatier. Ce projet cherche à valoriser les compétences des laboratoires de l'université Paul Sabatier en se servant de son campus comme terrain d'expérimentation.

Bilan de l'étude

Dans la partie état de l'art, nous avons rappelé l'intérêt du matériau terre crue pour les constructions contemporaines grâce à son faible impact environnemental, à son accessibilité pour des populations aux revenus modestes et à sa capacité à assurer passivement un confort naturel dans l'habitat. Nous avons également identifié que la tenue à l'eau et les résistances mécaniques sont les principaux enjeux de l'utilisation de ce matériau dans un contexte moderne d'où un recours bien souvent à la stabilisation.

La plupart des stabilisations de la terre crue sont faites à base de liants minéraux en l'occurrence avec le ciment et la chaux. Mais les quantités de liants utilisées sont souvent très élevées pour des gains en résistances mécaniques relativement faibles, ce qui pose la question de la pertinence écologique de ces solutions. Outre les résistances mécaniques, la résistance à l'eau qui est un paramètre crucial n'est pas toujours évaluée et quand c'est le cas, les méthodes ne font pas consensus. Pour tout cela, nous rejoignons les conclusions de (Van Damme et al., 2017) qui suggèrent que la quantité de liants minéraux soit réduite au strict nécessaire pour une amélioration de la tenue à l'eau de briques de terre crue. En outre, ils proposent d'aller plus loin en ayant recours à l'utilisation de liants alternatifs naturels de type organique pour stabiliser la terre crue.

Une revue des rares travaux scientifiques sur les stabilisations de la terre crue avec ces liants organiques a montré que bien que leurs potentialités soient établies, les combinaisons avec des fibres et / ou des liants minéraux rend difficile l'identification de leurs effets propres sur les performances des matériaux stabilisés.

De cet état de l'art, nous avons dégagé les objectifs de notre travail. Dans un premier temps, nous avons limité le taux d'incorporation des liants minéraux (ciment portland et chaux éteinte) à 4% massique, équivalent à la quantité de ciment dans un bloc de béton creux couramment utilisé dans les constructions. Puis, nous avons cherché à identifier parmi plusieurs produits des liants organiques prometteurs aux fins de stabilisation de la terre crue. Les performances mécaniques, la tenue à l'eau et les propriétés hygrothermiques ont servi de critères d'évaluation. Pour ce faire, deux sols de la région Occitanie à compositions minéralogies différentes ont été utilisés. Les effets des conditions de cure et des densités de fabrication ont été déterminés. L'objectif était d'aboutir à des

matériaux à base de terre crue stabilisée avec un impact environnemental au plus égale à celui des blocs béton creux courants, et dont les résistances mécaniques sont équivalentes à ces blocs béton creux. Nous cherchions également à obtenir des résistances à la compression humides supérieures au minimum de 1 MPa préconisées par la norme française en vigueur sur les BTC (XP P 13-901, 2001). Enfin, nous voulions nous assurer que la stabilisation à faible taux de liants permet de conserver les performances hygrothermiques des briques de terre crue.

Les deux sols B et N sélectionnés ont été qualifiés par des essais géotechniques de fins et peu plastiques. Sur la base de leurs valeurs au bleu respectives, le sol N a présenté une activité beaucoup plus importante que celle du sol B, ce qui peut être relié à la présence d'argiles gonflantes dans le sol N, contrairement au sol B. Cette différence a été confirmée par les analyses chimiques et minéralogiques qui ont montré la présence de minéraux argileux de type illite, montmorillonite et chlorite dans le sol N contre de l'illite et de la kaolinite dans le sol B. Cette nette différence de composition des deux sols a justifié le choix qui a été fait de travailler avec eux. En outre, le sol N est typique de la vallée de la Garonne et largement utilisé dans la tradition constructive en terre crue (mais aussi en terre cuite) de la région du sud-ouest de la France. Le sol B, en revanche, est une exception dans le climat tempéré de la France mais il est récurrent dans la littérature car il est répandu dans les régions tropicales en particulier dans les sols latéritiques.

L'étude préliminaire sur les liants organiques a essentiellement porté sur le sol N, le plus actif, et accessoirement sur un autre sol (sol F) constitué de fines argilo calcaires. Elle a eu pour critère l'effet des liants organiques sur la tenue à l'eau par immersion des sols. Nous avons testé x produits commerciaux dont certains ont dû être activés (la caséine et l'alginate) afin de déployer leur potentiel stabilisant. Nous avons mis en évidence la variation de l'efficacité de certains de ces liants avec le type de sol, remettant en cause parfois les données de la littérature. Les résultats obtenus ont permis d'extraire certains candidats intéressants comme la caséine et de l'alginate activés à la chaux ou l'amidon de blé mais les résultats les plus prometteurs ont été obtenus avec l'ovalbumine qui ne nécessite pas d'activant.

La suite de la thèse a porté sur l'utilisation et la comparaison de l'ovalbumine aux liants minéraux traditionnellement utilisés dans la stabilisation de la terre, à savoir le ciment et la chaux. Les essais Proctor sur les mélanges des sols non stabilisés et stabilisés avec 2 et 4% de liants minéraux ayant montré que les densités sèches apparentes diminuaient et la teneur en eau optimale augmentait avec l'ajout des liants, nous avons effectué deux types de mélanges : des mélanges compactés à la densité et à la teneur en eau données par l'essai Proctor et des mélanges à isocompacité, compactés à la densité de l'OPN de la terre non stabilisée. Toutes les formulations ainsi définies ont servi à la fabrication d'éprouvettes qui ont été soumises aux tests de performances mécaniques, de tenue à l'eau et aux mesures des performances hygrothermiques.

Les résultats obtenus dans le quatrième et dernier chapitre de cette thèse permettent de répondre à plusieurs des questions posées durant le chapitre 1 sur la présentation de la problématique de la thèse.

La première question concernait la pertinence de stabiliser les briques de terre crue avec de faibles quantités de liants minéraux. Les résultats obtenus sur les différentes caractéristiques permettent de répondre positivement à cette question même si des nuances doivent être apportées en fonction de certaines caractéristiques importantes. La première concerne le couple énergie de compactage – masse volumique à l'état sec auquel sont fabriquées les éprouvettes stabilisées aux liants minéraux. En effet, à énergie constante, l'ajout de chaux ou de ciment diminuant la masse volumique sèche entraîne par la même une diminution des performances mécaniques qui, selon les mélanges, ne peut pas être compensée par l'effet liant de l'ajout. En revanche, pour des éprouvettes compactées avec une énergie plus importante de façon à avoir toujours la même masse volumique sèche, l'efficacité des liants minéraux est notable. Cette dernière dépend du couple sol – liant : pour les résistances mécaniques, le sol à base de kaolinite (B) traité au ciment donne de loin les meilleurs résultats alors que pour la tenue à l'eau, c'est le sol qui contient de la montmorillonite (N) traité au ciment qui donne les meilleurs résultats. Nos résultats montrent (ou confirment) que lorsqu'il s'agit de stabilisation de terre avec des liants minéraux, il est primordial de connaître la composition minéralogique de la terre pour pouvoir appliquer un traitement efficace. Du point de vue des caractéristiques hygrothermiques, l'étude a montré qu'il y avait un effet notamment sur la capacité à réguler l'humidité qui diminue avec l'ajout de liants minéraux mais, compte tenu des dosages utilisés, ces diminutions sont minimes et ne remettent pas en cause l'excellent comportement hygroscopique des éprouvettes de sol stabilisé.

La seconde réponse apportée par nos résultats concerne l'existence d'une alternative possible à la stabilisation par des liants minéraux. Le chapitre 3 avait montré qu'il existait certains candidats intéressants et notamment l'ovalbumine. Les résultats obtenus avec ce liant organique ont dépassé nos espérances, puisque, à dosages équivalents, ils dépassent de loin ceux des liants minéraux étudiés (ciment et chaux). Ici encore, on a mis en évidence des particularités en fonction de la nature du sol : pour le sol qui contient principalement de la kaolinite (sol B), les résistances à la compression sèche sont plus que triplées avec 4% d'ovalbumine, dosage nécessaire pour conserver une tenue à l'eau ; pour le sol avec montmorillonite (sol N), les résultats sont bons pour les deux caractéristiques (résistances en compression sèche et humide).

La comparaison des performances (résistances mécaniques, tenue à l'eau et hygrothermiques) des briques de terre crue stabilisée avec celles d'un bloc de béton creux a montré que l'utilisation de chaux ou de ciment à 4% permettent d'atteindre des valeurs de résistances à compression sèche équivalentes aux blocs béton. Du point de vue de l'impact environnemental, la nécessité du sable (qui est de plus en plus rare) pour les blocs béton rend nos briques de terre crue plus intéressantes

même à des quantités de liants égales car la terre crue est de base disponible localement. En plus, les bonnes performances hygroscopiques de nos matériaux pourraient permettre des économies d'énergie nécessaires à la climatisation dans le cas des parois en béton. Cependant, les briques de terre crue stabilisée présentent deux inconvénients majeurs : les problèmes de la durabilité à l'eau à long terme ainsi que de la mise en œuvre de ces briques pleines qui nécessite au final plus de main d'œuvre. La stabilisation à base d'ovalbumine semble être plus intéressante car elle permettrait de réduire de façon significative l'impact environnemental (l'impact de l'ovalbumine n'a pas été étudié mais on peut raisonnablement penser qu'il est plus faible que celui de la chaux ou du ciment), mais cette solution génère inévitablement de nouvelles questions que nous n'avons pas abordées dans notre travail :

- premièrement, la disponibilité de la ressource : quand nous avons listé les liants polymères potentiellement utilisables, nous ne nous sommes pas préoccupé de cela volontairement pour ne pas limiter l'étude. L'idée de ce travail était de se situer en amont et de voir si des molécules organiques naturelles pourraient améliorer significativement le comportement des matériaux en terre crue. Pour nous, si la réponse était positive, alors il faudrait se tourner vers les chimistes pour voir s'ils seraient capables de synthétiser et développer des molécules ayant des propriétés similaires aux molécules naturelles. Loin de nous l'idée d'utiliser du blanc d'œuf de poule pour stabiliser les futures constructions en terre crue à l'échelle de la demande mondiale ! Nous surexploitions déjà les poules pour des besoins de consommation humaine, il ne serait pas possible de produire plus d'œufs pour stabiliser la terre crue. Il va donc falloir à présent s'associer aux chimistes pour voir comment développer les résultats de notre étude ;
- la seconde question qui rejoint celle-ci concerne le coût de cette stabilisation. En effet, nous avons vu que les protéines pour les sportifs coûtent environ 17 € le kilo ce qui est plus de 100 fois plus cher que le ciment ou la chaux. Cette dimension sera sans nul doute aussi à considérer si l'on souhaite aller plus loin dans l'utilisation de l'ovalbumine pour stabiliser les matériaux en terre crue. Il est d'ailleurs important de noter que cette remarque sur le coût est valable pour tous les liants organiques d'origine naturelle dont l'utilisation de certains est en cours de recherche dans d'autres laboratoires français et internationaux.

Les perspectives

Comme à la fin de tout travail de recherche, cette thèse a permis de dégager un certain nombre de perspectives.

Tout d'abord, nous avons vu dans le chapitre 3, lors de l'étude préliminaire sur les liants organiques, que de nombreuses opportunités existaient mais qu'il n'était raisonnablement pas possible d'approfondir nos recherches sur tous les liants prometteurs. Sur cet aspect, cette thèse a un petit goût d'inachevé car nous avons passé beaucoup de temps sur cette étude préliminaire compte tenu du nombre de produits et du nombre de paramètres à étudier. En s'appuyant sur nos premiers résultats, de futures études pourront avoir lieu sur ces liants organiques ou plus généralement sur les biopolymères (les tanins par exemple jouent plus un rôle de fluidifiant que de liant à proprement dit ou des protéines oléagineuses peuvent aussi être utilisées comme revêtement protecteur). On peut citer par exemple la caséine et l'alginate activés à la chaux ou l'amidon de blé mais de nombreux autres biopolymères que nous n'avons pas étudiés durant notre étude préliminaire mériteraient sans doute d'être plus investigués.

Concernant l'ovalbumine en particulier, nous avons vu dans la conclusion qu'il fallait à présent se tourner vers la valorisation de ces travaux. Les résultats ont montré que la stabilisation était efficace mais il faut voir si elle est réaliste et si oui comment. On pourrait par exemple envisager la valorisation des déchets de l'industrie agroalimentaire où les œufs sont largement utilisés. Une autre démarche, plus scientifique et nécessitant des collaborations avec d'autres laboratoires académiques, consisterait à reporter après les avoir mieux mises en évidence par des méthodes plus adaptées, les mécanismes d'action de l'ovalbumine à des molécules d'origine végétale aux propriétés similaires et beaucoup plus disponibles. Cette démarche pourrait s'étendre aux autres liants organiques comme la caséine, l'amidon de blé, l'alginate et le gluten. De plus, nous avons jusqu'à présent travaillé qu'avec des dosages élevés (2 et 4%) et il serait intéressant de voir les résultats que nous obtiendrions avec des dosages plus faibles (0,5% par exemple). Enfin, il reste à étudier la durabilité à long terme des matériaux stabilisés à l'ovalbumine et, notamment, nous envisageons d'évaluer le risque de développement fongique à la surface de ces matériaux lié à la présence de matière organique. Pour cela, nous pourrions réutiliser le protocole expérimental développé lors de notre stage de master 2 recherche et qui a fait l'objet d'une publication (Aurélien Laborel-Préneron et al., 2018) dans le cadre du projet ANR Bioterra.

Pour la stabilisation par le ciment, nous avons choisi dans notre travail de ne travailler qu'avec un ciment Portland pur (CEM I) pour faciliter l'étude des mécanismes. Mais, il existe de nombreuses perspectives en termes de choix de liants hydrauliques visant à réduire l'impact environnemental de la stabilisation par des ciments composés ou par d'autres liants type laitiers de hauts fourneaux. L'utilisation de ciments moins impactants du point de vue environnemental permettrait d'augmenter les dosages en ciment contrairement à notre hypothèse de départ. D'une manière générale, la stabilisation des briques de terre crue devrait s'accompagner d'une analyse de cycle de vie (ou au

minimum d'un bilan carbone) comme nous avons prévu de le faire au démarrage de cette thèse (non réalisée par manque de temps).

Du point de vue méthodologique, nous avons montré dans notre travail qu'il n'y avait pas d'essai faisant l'unanimité sur la tenue à l'eau des briques de terre crue. Nous pensons que des développements importants seraient à réaliser dans l'étude de la durabilité des briques de terre crue vis-à-vis de l'eau afin de mettre en place des essais qui soient à la fois représentatifs des situations réelles (pluies intensives) mais aussi simples à mettre en œuvre.

Enfin, nos investigations minéralogiques ont montré leurs limites pour expliquer les modifications de certaines propriétés avec la stabilisation des sols étudiés. Il conviendrait là encore d'essayer d'aller plus loin pour arriver à comprendre ce qui se passe à l'échelle microscopique (voir nanoscopique si on se place à l'échelle des feuillets interstitiels d'argile). Cela nécessitera sans doute d'utiliser d'autres outils que ceux auxquels nous avons eu recours.

Références bibliographiques

- Abadie, M.O., Mendonça, K.C., 2009. Moisture performance of building materials: From material characterization to building simulation using the Moisture Buffer Value concept. *Build. Environ.* 44, 388–401. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2008.03.015>
- Aguilar, R., Nakamatsu, J., Ramírez, E., Elgegren, M., Ayarza, J., Kim, S., Pando, M.A., Ortega-San-Martin, L., 2016. The potential use of chitosan as a biopolymer additive for enhanced mechanical properties and water resistance of earthen construction. *Constr. Build. Mater.* 114, 625–637. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.218>
- Alam, I., Naseer, A., Shah, A.A., 2015. Economical stabilization of clay for earth buildings construction in rainy and flood prone areas. *Constr. Build. Mater.* 77, 154–159. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.12.046>
- Alavéz-Ramírez, R., Montes-García, P., Martínez-Reyes, J., Altamirano-Juárez, D.C., Gochi-Ponce, Y., 2012. The use of sugarcane bagasse ash and lime to improve the durability and mechanical properties of compacted soil blocks. *Constr. Build. Mater.* 34, 296–305. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.02.072>
- Alhaik, G., Ferreira, M., Dubois, V., Wirquin, E., Tilloy, S., Monflier, E., Aouad, G., 2017. Enhance the rheological and mechanical properties of clayey materials by adding starches. *Constr. Build. Mater.* 139, 602–610. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.11.130>
- Amidon - Société Chimique de France [WWW Document], n.d. URL <http://www.societechimiquedefrance.fr/amidon.html> (accessed 8.26.19).
- Andersen, T., Strand, B.L., Formo, K., Alsberg, E., Christensen, B.E., 2011. Chapter 9. Alginates as biomaterials in tissue engineering, in: Pilar Rauter, A., Lindhorst, T. (Eds.), *Carbohydrate Chemistry*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, pp. 227–258. <https://doi.org/10.1039/9781849732765-00227>
- Anger, R., Fontaine, L., 2013. Interactions argiles/biopolymères : Patrimoine architectural en terre et stabilisants naturels d'origine animale et végétale, CRAtterre- ENSAG. ed.
- Aubert, J.-E., 2019. Earth construction materials : from past to modern buildings, in: Keynote in Proceedings. Presented at the International Conference on Bio-Based Building Materials (ICBBM), Belfast, UK.
- Aubert, J.-E., 2013. Caractérisation des briques de terre crue de Midi-Pyrénées.
- Aubert, J.E., Maillard, P., Morel, J.C., Al Rafii, M., 2016. Towards a simple compressive strength test for earth bricks? *Mater. Struct.* 49, 1641–1654. <https://doi.org/10.1617/s11527-015-0601-y>
- Aubert, J.-E., Marcom, A., Oliva, P., Segui, P., 2015a. Chequered earth construction in south-western France. *J. Cult. Herit.* 16, 293–298. <https://doi.org/10.1016/j.culher.2014.07.002>
- Aubert, J.-E., Marcom, A., Oliva, P., Segui, P., 2015b. Chequered earth construction in south-western France. *J. Cult. Herit.* 16, 293–298. <https://doi.org/10.1016/j.culher.2014.07.002>
- Bahar, R., Benazzoug, M., Kenai, S., 2004. Performance of compacted cement-stabilised soil. *Cem. Concr. Compos.* 26, 811–820. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.01.003>
- Bahobail, M.A., 2012. The mud additives and their effect on thermal conductivity of adobe bricks. *J Eng. Sci.* 40, 21–34.
- Bahrani, S.A., 2012. Modification des propriétés physico-chimiques de l'amidon par procédés hydrothermiques: Contribution à l'étude des transferts couplés chaleur-masse. Université de La Rochelle.
- Beau, M., 1941. La caséine et la présure. *Le Lait* 21, 113–137.
- Bloor, J.M.G., Jay-Robert, P., Le Morvan, A., Fleurance, G., 2012. Déjections des herbivores domestiques au pâturage: caractéristiques et rôle dans le fonctionnement des prairies. *Prod. Anim.* 25, 45.
- Brigando, J., 1941. La caséine et ses dérivés plastiques. *Le lait* 21, 17–28.

- Briqueterie Bouisset * Savoir-Faire [WWW Document], 2019. . Briqueterie Bouisset. URL <https://www.briqueterie-bouisset.fr/savoir-faire/> (accessed 7.22.19).
- Bruno, A.W., Gallipoli, D., Perlot, C., Mendes, J., 2017. Mechanical behaviour of hypercompacted earth for building construction. *Mater. Struct.* 50, 160. <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1027-5>
- Bui, Q.-B., Morel, J.-C., Hans, S., Walker, P., 2014a. Effect of moisture content on the mechanical characteristics of rammed earth. *Constr. Build. Mater.* 54, 163–169. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.067>
- Bui, Q.-B., Morel, J.-C., Hans, S., Walker, P., 2014b. Effect of moisture content on the mechanical characteristics of rammed earth. *Constr. Build. Mater.* 54, 163–169. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.067>
- Cagnon, H., Aubert, J.E., Coutand, M., Magniont, C., 2014. Hygrothermal properties of earth bricks. *Energy Build.* 80, 208–217. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.05.024>
- Camões, A., Aires, R., Jalali, S., 2012. Old materials and techniques to improve the durability of earth buildings. *ClAV-ICOMOS 2012 AL AIN Int. Comm. Vernac. Archit. Terra 2012* 1–14.
- Chandrasekhar, V., 2005. *Inorganic and organometallic polymers*. Springer, Berlin.
- Chang, I., Im, J., Prasadhi, A.K., Cho, G.-C., 2015. Effects of Xanthan gum biopolymer on soil strengthening. *Constr. Build. Mater.* 74, 65–72. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.10.026>
- Chrétien, M., Fabre, R., Denis, A., Marache, A., 2007. Recherche des paramètres d'identification géotechnique optimaux pour une classification des sols sensibles au retrait-gonflement. *Rev. Fr. Géotechnique* 91–106. <https://doi.org/10.1051/geotech/2007120091>
- comersis.com, 2019. Carte région du Midi-Pyrénées [WWW Document]. comersis. URL <https://cmap.comersis.com/carte-region-du-Midi-Pyrenees-cmhuc9f0c11.html> (accessed 7.24.19).
- Corrêa, A.A.R., Mendes, L.M., Barbosa, N.P., Protásio, T. de P., Campos, N. de A., Tonoli, G.H.D., 2015. Incorporation of bamboo particles and “synthetic termite saliva” in adobes. *Constr. Build. Mater.* 98, 250–256. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.06.009>
- Crump, E.L., 2000. Lime production: industry profile. US Environ. Prot. Agency.
- Curry, K., n.d. Cement Statistics and Information [WWW Document]. US Geol. Surv. Natl. Miner. Inf. Cent. URL <https://www.usgs.gov/centers/nmic/cement-statistics-and-information> (accessed 9.23.19).
- Damineli, B.L., Kemeid, F.M., Aguiar, P.S., John, V.M., 2010. Measuring the eco-efficiency of cement use. *Cem. Concr. Compos.* 32, 555–562. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.07.009>
- Danso, H., Martinson, B., Ali, M., Mant, C., 2015. Performance characteristics of enhanced soil blocks: a quantitative review. *Build. Res. Inf.* 43, 253–262. <https://doi.org/10.1080/09613218.2014.933293>
- Dao, K., Ouedraogo, M., Millogo, Y., Aubert, J.-E., Gomina, M., 2018. Thermal, hydric and mechanical behaviours of adobes stabilized with cement. *Constr. Build. Mater.* 158, 84–96. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.10.001>
- Degirmenci, N., 2008. The using of waste phosphogypsum and natural gypsum in adobe stabilization. *Constr. Build. Mater.* 22, 1220–1224. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.01.027>
- Denis Olivier, M., 1994. *Le matériau terre: compactage, comportement et application aux structures en blocs de terre*. Institut Nationale des sciences Appliquées de Lyon (INSA), Lyon/ France.
- Descroix, C., n.d. Pédologie [WWW Document]. *Passion Jard. Nat.* URL <https://lapassiondesjardins.wordpress.com/tag/pedologie/> (accessed 9.23.19).

- Dove, C.A., Bradley, F.F., Patwardhan, S.V., 2016. Seaweed biopolymers as additives for unfired clay bricks. *Mater. Struct.* 49, 4463–4482. <https://doi.org/10.1617/s11527-016-0801-0>
- Eires, R., Camões, A., Jalali, S., 2014. Ancient Materials and Techniques to Improve the Earthen Building Durability. *Key Eng. Mater.* 634, 357–366. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.634.357>
- FIB, Institut I+C, 2017. Économie & Gestion 2017/ Les produits en béton. FÉDÉRATION DE L'INDUSTRIE DU BÉTON (FIB), Institut I+C.
- Fox, P.F., Brodkorb, A., 2008. The casein micelle: Historical aspects, current concepts and significance. *Int. Dairy J.*, MILESTONE ACHIEVEMENTS IN DAIRY SCIENCE RESEARCH AND THEIR CURRENT AND FUTURE INDUSTRIAL APPLICATIONS 18, 677–684. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2008.03.002>
- Galán-Marín, C., Rivera-Gómez, C., Petric, J., 2010. Clay-based composite stabilized with natural polymer and fibre. *Constr. Build. Mater.* 24, 1462–1468. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.01.008>
- Gartner, E., 2004. Industrially interesting approaches to “low-CO₂” cements. *Cem. Concr. Res.* 34, 1489–1498. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.01.021>
- Génin, G., 1958. L'industrie laitière dans le monde. *Le Lait* 38, 500–509.
- Gernot Minke, 2009. *Building with Earth: Design and Technology of a Sustainable Architecture*. Birkhauser 198.
- Glavind, M., Khatib, J.M., 2009. 5 - Sustainability of cement, concrete and cement replacement materials in construction, in: *Sustainability of Construction Materials*, Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering. Woodhead Publishing, pp. 120–147. <https://doi.org/10.1533/9781845695842.120>
- Gooch, J.W., 2011. Membrane Filter Method. *Encycl. Dict. Polym.* 906–906.
- Gras, R., 1988. *Physique du sol pour l'aménagement*, Masson. ed. Paris.
- Guerrieri, C., 2012. Characterization of compressed earth blocks built with natural low-cost energy stabilizers. *Rammed Earth Conserv.* 125.
- Hossain, K.M.A., Mol, L., 2011. Some engineering properties of stabilized clayey soils incorporating natural pozzolans and industrial wastes. *Constr. Build. Mater.* 25, 3495–3501. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.03.042>
- Houben, H., 2006. *Traité de construction en terre*, Parenthèses. ed. 72 cours Julien 13006 Marseille.
- International Lime Association, 2018. *World Lime Production – ILA [WWW Document]*. URL <https://www.internationallime.org/world-lime-production> (accessed 4.29.19).
- JEAN-DAMIEN, C., 2004. *LA BOUSE: HISTORIQUE, IMPORTANCE ET ECOSYSTEME*. Thèse de doctorat vétérinaire) Ecole Vétérinaire de Toulouse.
- Jiménez Delgado, M.C., Guerrero, I.C., 2007. The selection of soils for unstabilised earth building: A normative review. *Constr. Build. Mater.* 21, 237–251. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.08.006>
- Kolypczuk, L., 2010. *Chitine et chitosan*. Bibliomer Ifremer.
- LA BRIQUE DE NAGEN [WWW Document], 2019. . *Brique Nagen*. URL <http://www.briquenagen.fr/> (accessed 7.24.19).
- La chimie de l'amidon - *L'Actualité Chimique [WWW Document]*, n.d. URL <https://www.lactualitechimique.org/La-chimie-de-l-amidon> (accessed 8.26.19).
- Laborel-Preneron, A., Aubert, J.-E., Magniont, C., Maillard, P., Poirier, C., 2017. Effect of Plant Aggregates on Mechanical Properties of Earth Bricks. *J. Mater. Civ. Eng.* 29, 04017244. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0002096](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002096)

- Laborel-Préneron, A., Magniont, C., Aubert, J.-E., 2018. Hygrothermal properties of unfired earth bricks: Effect of barley straw, hemp shiv and corn cob addition. *Energy Build.* 178, 265–278. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2018.08.021>
- Laborel-Préneron, Aurélie, Ouédraogo, K., Simons, A., Labat, M., Bertron, A., Magniont, C., Roques, C., Roux, C., Aubert, J.-E., 2018. Laboratory test to assess sensitivity of bio-based earth materials to fungal growth. *Build. Environ.* 142, 11–21. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2018.06.003>
- L'économie laitière en France, 2010. . *Prod. Lait.* URL <https://www.produits-laitiers.com/l-economie-laitiere-en-france/> (accessed 8.26.19).
- Lefebvre, S., 2017. Les lipides en alimentation animale. VetAgro Sup-Campus vétérinaire de Lyon.
- Lima, S.A., Varum, H., Sales, A., Neto, V.F., 2012. Analysis of the mechanical properties of compressed earth block masonry using the sugarcane bagasse ash. *Constr. Build. Mater.* 35, 829–837. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.127>
- Liuzzi, S., Hall, M.R., Stefanizzi, P., Casey, S.P., 2013. Hygrothermal behaviour and relative humidity buffering of unfired and hydrated lime-stabilised clay composites in a Mediterranean climate. *Build. Environ.* 61, 82–92. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2012.12.006>
- Lubin-Germain, N., Uziel, J., 2016. Chimie organique en 27 fiches, Dunod. ed.
- Magnan, J.-P., 1997. Description, identification et classification des sols 21.
- Maillard, P., Aubert, J.E., 2014. Effects of the anisotropy of extruded earth bricks on their hygrothermal properties. *Constr. Build. Mater.* 63, 56–61. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.04.001>
- Maskell, D., Heath, A., Walker, P., 2014. Comparing the Environmental Impact of Stabilisers for Unfired Earth Construction. *Key Eng. Mater.* 600, 132–143. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.600.132>
- McGregor, F., Fabbri, A., Ferreira, J., Simões, T., Faria, P., Morel, J.-C., 2017. Procedure to determine the impact of the surface film resistance on the hygric properties of composite clay/fibre plasters. *Mater. Struct.* 50, 193. <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1061-3>
- McGregor, F., Heath, A., Fodde, E., Shea, A., 2014a. Conditions affecting the moisture buffering measurement performed on compressed earth blocks. *Build. Environ.* 75, 11–18. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2014.01.009>
- McGregor, F., Heath, A., Shea, A., Lawrence, M., 2014b. The moisture buffering capacity of unfired clay masonry. *Build. Environ.* 82, 599–607. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2014.09.027>
- Medjo Eko, R., Offa, E.D., Yatchoupou Ngatcha, T., Seba Minsili, L., 2012. Potential of salvaged steel fibers for reinforcement of unfired earth blocks. *Constr. Build. Mater.* 35, 340–346. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.11.050>
- Miccoli, L., Müller, U., Fontana, P., 2014. Mechanical behaviour of earthen materials: A comparison between earth block masonry, rammed earth and cob. *Constr. Build. Mater.* 61, 327–339. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.03.009>
- Miccoli, L., Oliveira, D.V., Silva, R.A., Müller, U., Schueremans, L., 2015. Static behaviour of rammed earth: experimental testing and finite element modelling. *Mater. Struct.* 48, 3443–3456. <https://doi.org/10.1617/s11527-014-0411-7>
- Mileto, C., Vegas, F., Cristini, V., 2012. Rammed earth conservation: proceedings of the first International Conference on Rammed Earth Conservation, Restapia 2012, Valencia, Spain, 21 - 23 June 2012, A Balkema book. CRC Press, Boca Raton, Fla.
- Millogo, Y., Aubert, J.-E., Sere, A.D., Fabbri, A., Morel, J.-C., 2016. Earth blocks stabilized by cow-dung. *Mater. Struct.* 49, 4583–4594. <https://doi.org/10.1617/s11527-016-0808-6>
- Millogo, Y., Hajjaji, M., Ouedraogo, R., 2008. Microstructure and physical properties of lime-clayey adobe bricks. *Constr. Build. Mater.* 22, 2386–2392. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.09.002>

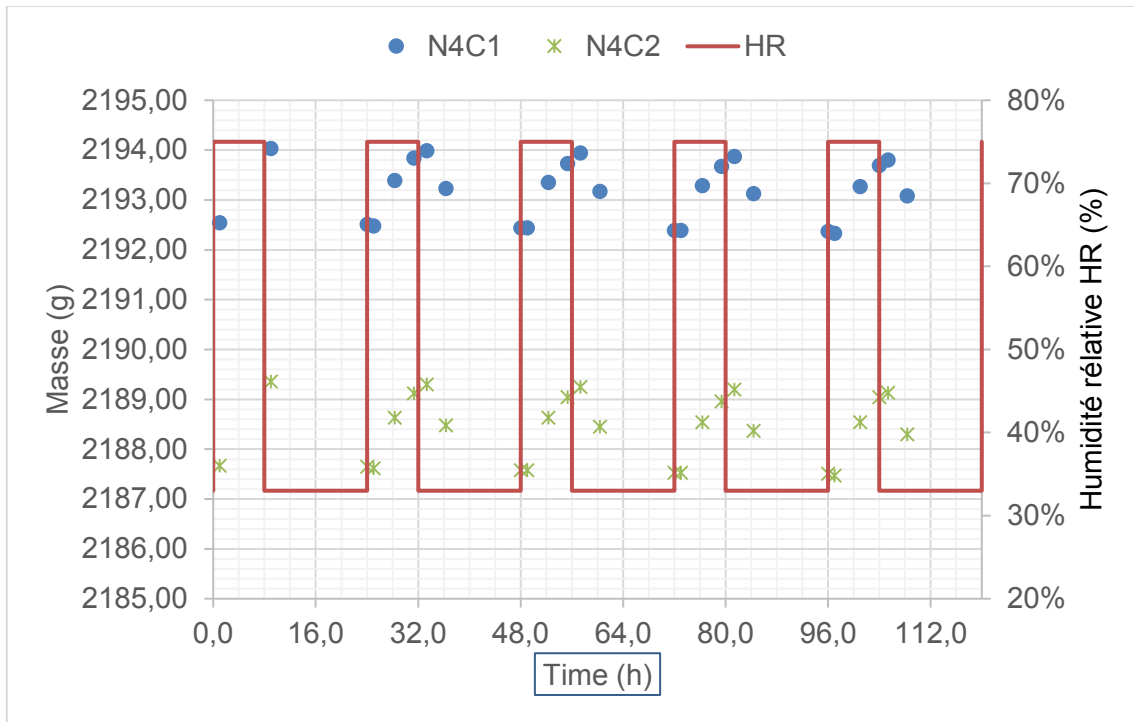
- Mitchell, J.K.), 2005. Fundamentals of soil behavior, 3rd edition. ed. John Wiley & Sons, Hoboken, N.J.
- Moevus, M., Fontaine, L., Anger, R., Doat, P., 2013. Projet : Béton d'Argile Environnemental (B.A.E.).
- Molard, J.P., Camps, J.P., Laquerbe, M., 1987. Etude de l'extrusion et de la stabilisation par le ciment d'argiles monominérales. Mater. Struct. 20, 44–50.
- Morel, J.C., Aubert, J.-E., Millogo, Y., Hamard, E., Fabbri, A., 2013. Some observations about the paper "Earth construction: Lessons from the past for future eco-efficient construction" by F. Pacheco-Torgal and S. Jalali. Constr. Build. Mater. 44, pp.419-421. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.02.054>
- Morel, J.-C., Pkla, A., Walker, P., 2007. Compressive strength testing of compressed earth blocks. Constr. Build. Mater. 21, 303–309. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.08.021>
- Morton, T., Bennetts, R., 2008. Earth masonry design and construction guidelines. IHS BRE Press, Bracknell.
- Nakamatsu, J., Kim, S., Ayarza, J., Ramírez, E., Elgegren, M., Aguilar, R., 2017. Eco-friendly modification of earthen construction with carrageenan: Water durability and mechanical assessment. Constr. Build. Mater. 139, 193–202. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.062>
- NF EN 197-1, 2012. Ciment - Partie 1 : composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants. AFNOR 40.
- NF EN 459-1, 2015. Chaux de construction - Partie 1 : définitions, spécifications et critères de conformité. AFNOR 56.
- NF EN 771-3+A1/CN, 2017. Spécifications pour éléments de maçonnerie - Partie 3 : éléments de maçonnerie en béton de granulats (granulats courants et légers) - Complément national à la NF EN 771-3+A1:2015.
- NF EN 13286-53, 2005. Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 53 : méthode de confection par compression axiale des éprouvettes de matériaux traités aux liants hydrauliques. AFNOR 14.
- NF EN 15435/CN, 2009. Produits préfabriqués en béton - Blocs de coffrage en béton de granulats courants et légers - Propriétés et performances des produits - Complément national à la NF EN 15435:2008. AFNOR 19.
- NF EN ISO 10456, 2008. Matériaux et produits pour le bâtiment - Propriétés hygrothermiques - Valeurs utiles tabulées et procédures pour la détermination des valeurs thermiques déclarées et utiles. AFNOR 39.
- NF P11-300, 1992. Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières 23.
- NF P94-041, 1995. reconnaissance et essais - Identification granulométrique - Méthode de tamisage par voie humide. 14.
- NF P94-050, 1995. reconnaissance et essais - Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux - Méthode par étuvage. AFNOR 10.
- NF P94-051, 1993. Détermination des limites d'Atterberg. 15.
- NF P94-057, 1992. Analyse granulométrique des sols, Méthode par sédimentation 17.
- NF P94-068, 1993. Mesure de la quantité et de l'activité de la fraction argileuse. Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol par l'essai à la tache 8.
- NF P94-093, 1999. Détermination des références de compactage d'un matériau 17.
- Ngowi, A.B., 1997. Improving the traditional earth construction: a case study of Botswana. Constr. Build. Mater. 11, 1–7.

- Olivier, J.-P., 1996. LES BETONS. Bases et données pour leur formulation.
- Sore, S., Messan, A., Prud'homme, E., Escadeillas, G., Tsobnang, F., 2018. Stabilization of compressed earth blocks (CEBs) by geopolymer binder based on local materials from Burkina Faso. *Constr. Build. Mater.* 165, 333–345. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.051>
- Ouedraogo, K.A.J., Aubert, J.-E., Tribout, C., Escadeillas, G., 2019. Is stabilization of earth bricks using low cement or lime contents relevant?
- Pacheco Torgal, F., Jalali, S., 2011. *Eco-efficient Construction and Building Materials*. Springer London, London. <https://doi.org/10.1007/978-0-85729-892-8>
- Pacheco-Torgal, F., Jalali, S., 2011. *Eco-efficient construction and building materials*. Springer, London.
- Phillips, G.O. (Ed.), 2009. *Handbook of hydrocolloids*, 2. ed. ed, Woodhead Publishing in food science, technology and nutrition. CRC, Boca Raton, Fla.
- Piattoni, Q., Quagliarini, E., Lenci, S., 2011. Experimental analysis and modelling of the mechanical behaviour of earthen bricks. *Constr. Build. Mater.* 25, 2067–2075. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.11.039>
- Pineda-Piñón, J., Vega-Durán, J.T., Manzano-Ramírez, A., Pérez-Robles, J.F., Balmori-Ramírez, H., Hernández-Landaverde, M.A., 2007. Enhancement of mechanical and hydrophobic properties of Adobes for Building Industry by the addition of polymeric agents. *Build. Environ.* 42, 877–883. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2005.10.009>
- Pinel, A., 2017. Transition liquide-solide dans des dispersions d'argiles contrôlée par un biopolymère: Application à la construction en terre 235.
- Pinel, A., Jorand, Y., Olagnon, C., Charlot, A., Fleury, E., 2017. Towards poured earth construction mimicking cement solidification: demonstration of feasibility via a biosourced polymer. *Mater. Struct.* 50, 224. <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1092-9>
- Quagliarini, E., Lenci, S., 2010. The influence of natural stabilizers and natural fibres on the mechanical properties of ancient Roman adobe bricks. *J. Cult. Herit.* 11, 309–314. <https://doi.org/10.1016/j.culher.2009.11.012>
- Quero, J.-C., 1992. *Les algues et invertébrés marins des pêches françaises*.
- Ravve, A., 2012. *Principles of Polymer Chemistry*. Springer New York, New York, NY. <https://doi.org/10.1007/978-1-4614-2212-9>
- Rode, C., Peuhkuri, R., Time, B., Gustavsen, A., Arfvidsson, J., Svennberg, K., Harderup, L.-E., Jarkko, T., Ahonen, O., Mortensen, L.H., Hansen, K.K., 2005. *Moisture Buffering of Building Materials*. Department of Civil Engineering, Technical University of Denmark 78.
- Rojas, M.F., Cabrera, J., 2002. The effect of temperature on the hydration rate and stability of the hydration phases of metakaolin–lime–water systems. *Cem. Concr. Res.* 32, 133–138. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00642-1](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00642-1)
- Roton, F.L., n.d. anthranilic acid, an intermediate used in the manufacture of the pigment, Lake Red D. AATCC n. Abbreviation for the American Association of Textile Chemists and.
- Roux, D.G., 1972. Recent advances in the chemistry and chemical utilization of the natural condensed tannins. *Phytochemistry* 11, 1219–1230. [https://doi.org/10.1016/S0031-9422\(00\)90068-2](https://doi.org/10.1016/S0031-9422(00)90068-2)
- Ruefly, S., Stadnicki, C., 2017. *L'architecture de terre crue en Bas-Quercy*, Amadio. ed. Amadio, 31200 Toulouse.
- Saidi, M., Cherif, A.S., Zeghmati, B., Sediki, E., 2018. Stabilization effects on the thermal conductivity and sorption behavior of earth bricks. *Constr. Build. Mater.* 167, 566–577. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.02.063>

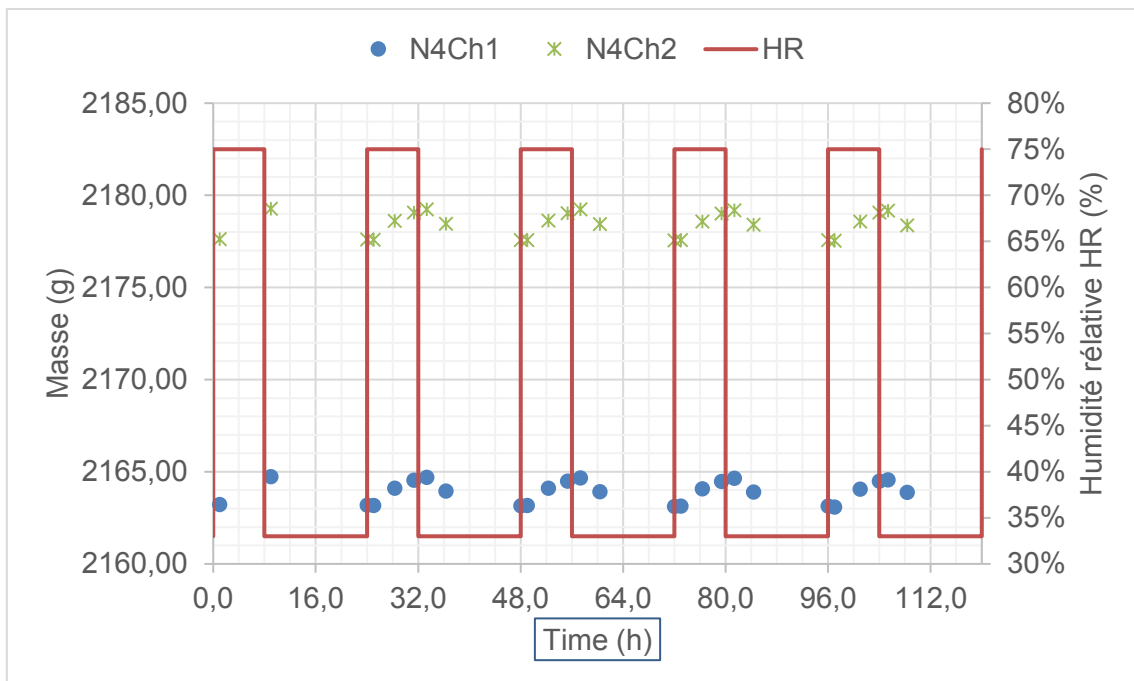
- Seco, A., Urmeneta, P., Prieto, E., Marcelino, S., García, B., Miqueleiz, L., 2017. Estimated and real durability of unfired clay bricks: Determining factors and representativeness of the laboratory tests. *Constr. Build. Mater.* 131, 600–605. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.11.107>
- Seng, B., Magniont, C., Lorente, S., 2019. Characterization of a precast hemp concrete. Part I: Physical and thermal properties. *J. Build. Eng.* 24, 100540. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2018.07.016>
- Sorgho, B., Zerbo, L., Keita, I., Dembele, C., Plea, M., Sol, V., Gomina, M., Blanchart, P., 2014. Strength and creep behavior of geomaterials for building with tannin addition. *Mater. Struct.* 47, 937–946. <https://doi.org/10.1617/s11527-013-0104-7>
- Srinivasan, R., 2013. CHAPTER 4. Natural Polysaccharides as Treatment Agents for Wastewater, in: Mishra, A., Clark, J.H. (Eds.), *RSC Green Chemistry*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, pp. 51–81.
- Taylor, M., Tam, C., Gielen, D., 2006. Energy efficiency and CO2 emissions from the global cement industry. *Korea* 50, 61–7.
- Temimi, M., Ben Amor, K., Camps, J.P., 1998. Making building products by extrusion and cement stabilization: limits of the process with montmorillonite clay. *Appl. Clay Sci.* 13, 245–253. [https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(98\)00025-8](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(98)00025-8)
- Thiry, M., Carrillo, N., Franke, C., Martineau, N., 2013. Technique de préparation des minéraux argileux en vue de l'analyse par diffraction des Rayons X et introduction à l'interprétation des diagrammes 39.
- Tran, K.Q., Satomi, T., Takahashi, H., 2018. Improvement of mechanical behavior of cemented soil reinforced with waste cornsilk fibers. *Constr. Build. Mater.* 178, 204–210. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.104>
- UNESCO Centre du patrimoine, U.C. du patrimoine, n.d. Programme du patrimoine mondial pour l'architecture de terre (WHEAP) [WWW Document]. UNESCO Cent. Patrim. Mond. URL <https://whc.unesco.org/fr/architecture-de-terre/> (accessed 4.28.19).
- Vaculikova, L., Plevova, E., 2005. Identification of clay minerals and micas in sedimentary rocks. *Acta Geodyn. Geomater.* 2, 163.
- Van Damme, H., Houben, H., 2017. Earth concrete. Stabilization revisited. *Cem. Concr. Res.* <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.035>
- Vissac, A., Bourgès, A., Gandreau, D., Anger, R., Fontaine, L., 2017. argiles biopolymères - les stabilisants naturels pour la construction en terre 81.
- Vissac, A., Colas, E., Fontaine, L., Bourges, A., Joffroy, T., Gandreau, D., Anger, R., 2012. Actes du colloque Sciences des matériaux du patrimoine culturel - 2 5.
- Voïnovitch, I., 1971. l'analyse minéralogique des sols argileux, Eyrolles. ed.
- Walker, P., 2002. The Australian Earth Building Handbook. *Aust. Earth Build. Handb.*
- XP P 13-901, 2001. Blocs de terre comprimée pour murs et cloisons : définitions - Spécifications - Méthodes d'essais - Conditions de réception. AFNOR 37.
- Yalley, P.P.-K., Manu, D., 2013. Strength and Durability Properties of Cow Dung Stabilised Earth Brick. *Civ. Environ. Res.* 3, 117–125.

ANNEXES

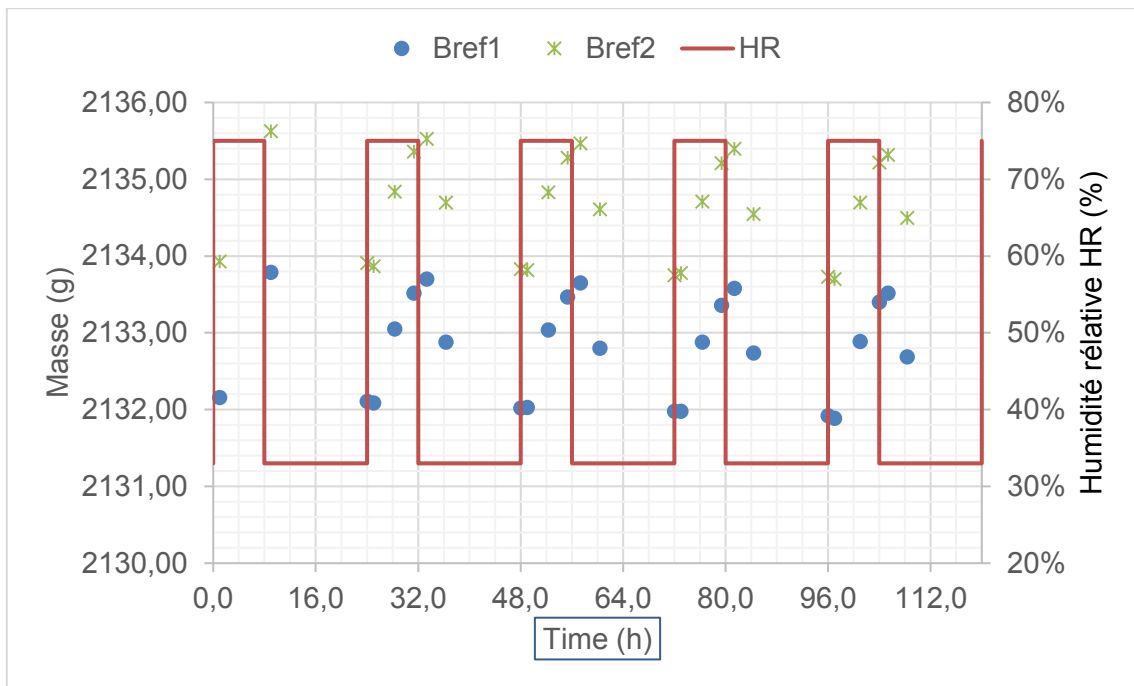
Courbes de sorption désorption au cours du test MBV des mélanges de sols B et N non stabilisés et stabilisés à 4%.



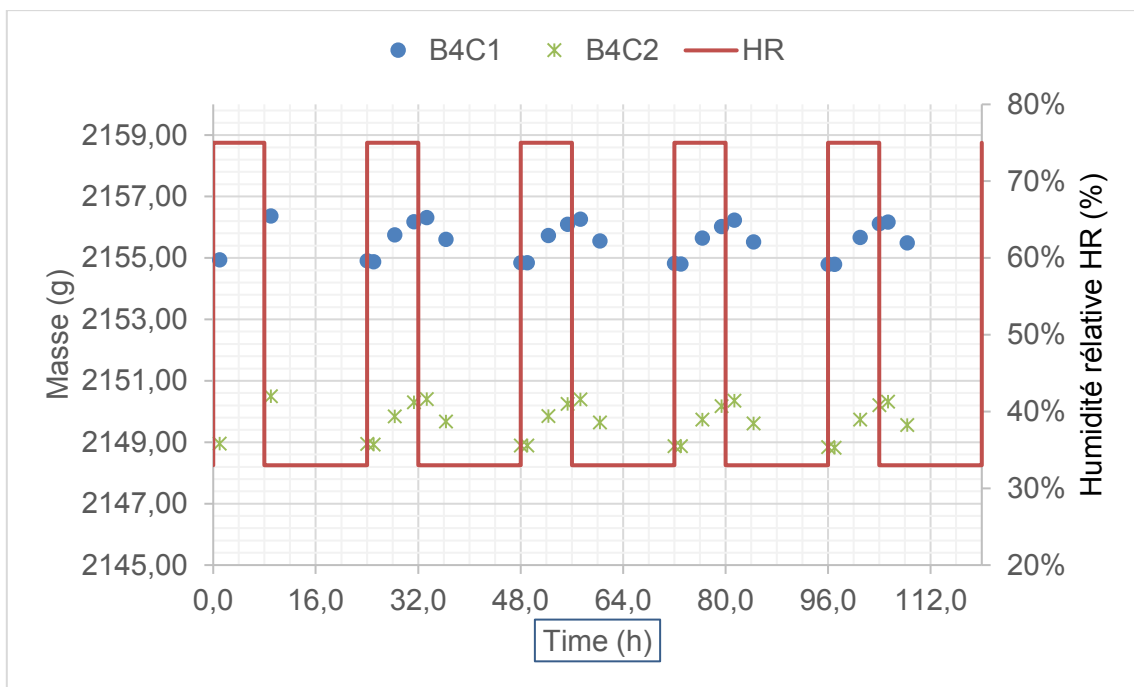
Annexe A-1 : Courbes de sorption désorption des éprouvettes de sol N avec 4% de ciment



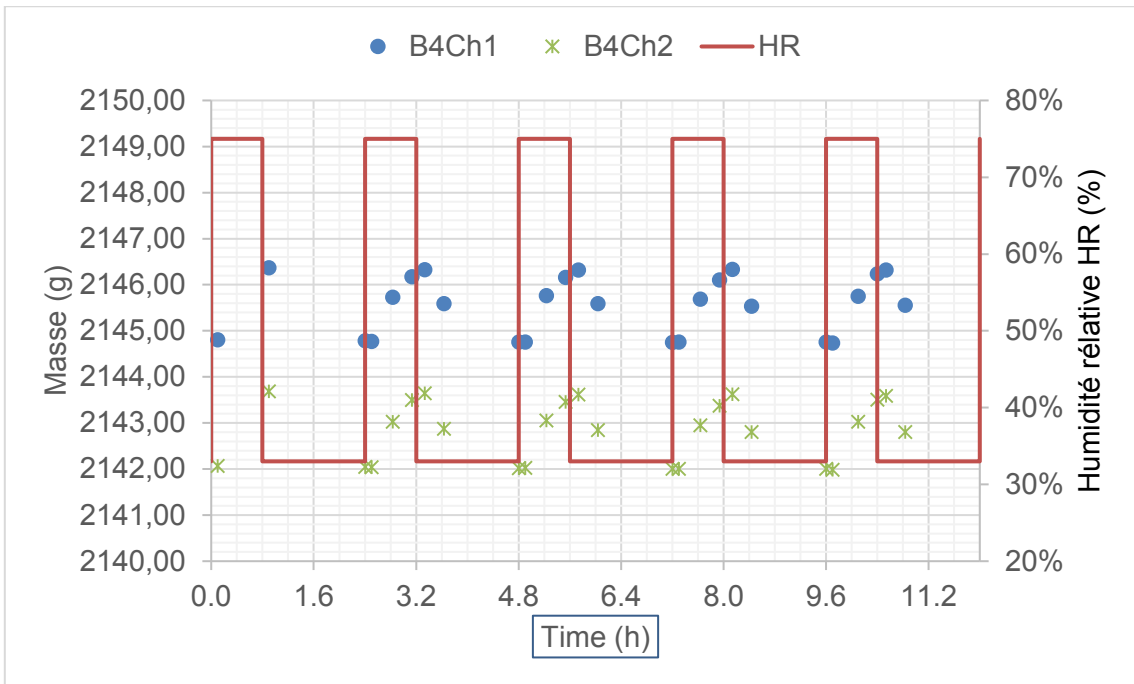
Annexe A-2 : Courbes de sorption désorption des éprouvettes de sol N avec 4% de chaux



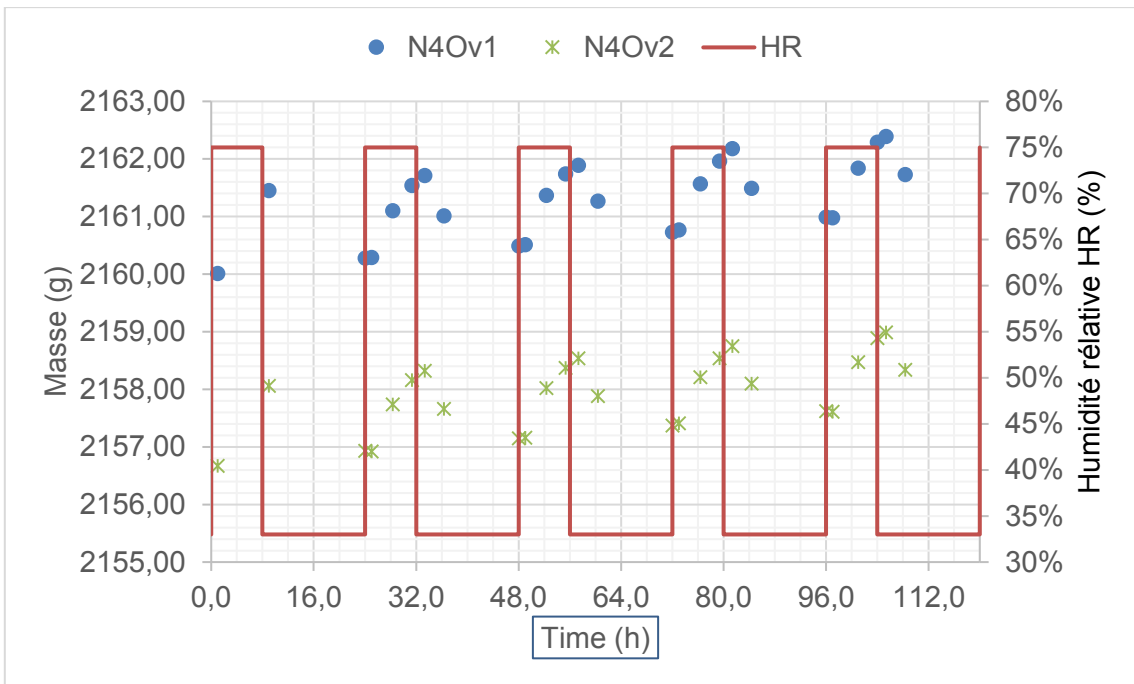
Annexe A-3 : Courbes de sorption désorption des éprouvettes de sol B non stabilisé



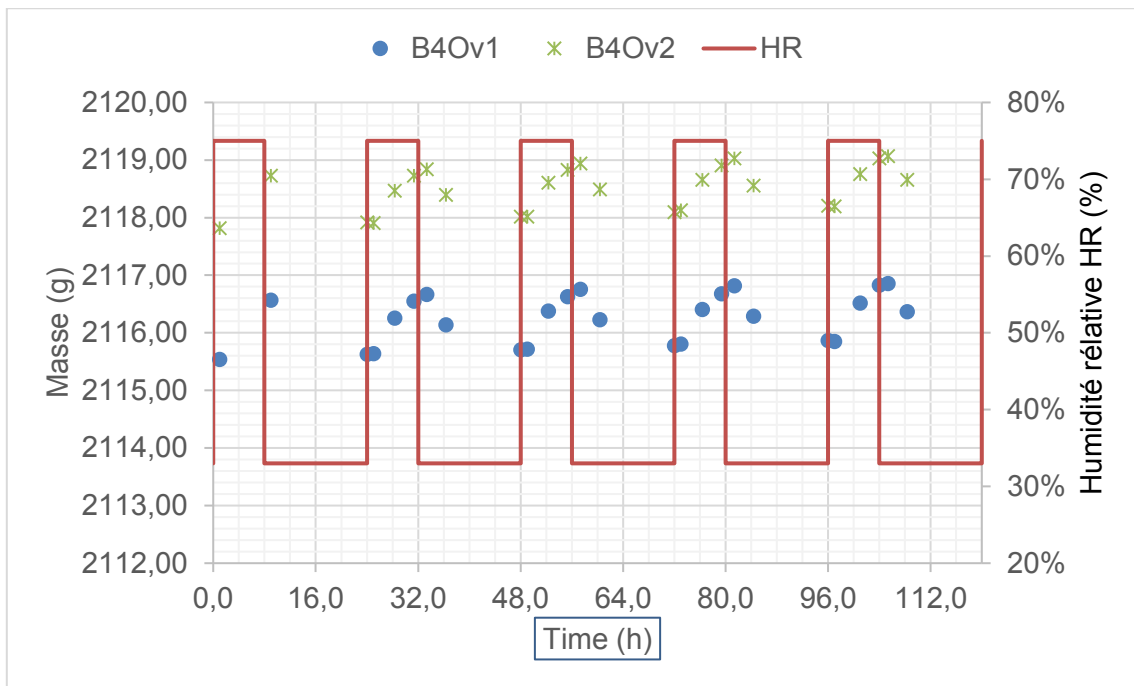
Annexe A-4 : Courbes de sorption désorption des éprouvettes de sol B avec 4% de ciment



Annexe A-5 : Courbes de sorption désorption des éprouvettes de sol B avec 4% de chaux



Annexe A-6 : Courbes de sorption désorption des éprouvettes de sol N avec 4% d'ovalbumine



Annexe A-7 : Courbes de sorption désorption des éprouvettes de sol B avec 4% d'ovalbumine

Listes des figures et des tableaux

Liste des figures

Figure I-1 : Les différents horizons d'un sol (Descroix, n.d.).....	21
Figure I-2 : Représentation de différents types de sols sur un diagramme ternaire (Voth 1978 cité par (Gernot Minke, 2009).....	22
Figure I-3 : Diagramme de plasticité des sols.....	24
Figure I-4 : diagramme de granularité des sols	24
Figure I-5 : Les différents types de chaux utilisée dans la construction (NF EN 459-1, 2015, p. 459)	27
Figure I-6 : Représentation schématisée de deux chaînes de molécules d'aldose et de cétose (Lubin-Germain et al., 2016)	29
Figure I-7 : Structures de l'amylose et de l'amylopectine.....	29
Figure I-8 : Comportement d'un amidon lors de la cuisson et du refroidissement (Bahrani, 2012). 30	
Figure I-9 : Illustration de la configuration d'un polymère d'alginate (Andersen et al., 2011).....	31
Figure I-10 : Chélation des ions calcium par les polymères d'alginate (Andersen et al., 2011).....	31
Figure I-11 : Processus d'extraction du chitosan adapté de (Kolypczuk, 2010)	33
Figure I-12 : Représentation des unités élémentaires d'une chaîne de protéine (Chandrasekhar, 2005)	34
Figure I-13 : Représentation de micelles de caséines selon Bouquelet 2008 cité par (Anger et al., 2013)	35
Figure I-14 : Formules développées de molécules d'acides gras saturés (gauche) et insaturée (droite).....	36
Figure I-15 : Les molécules phénoliques. (a) le phénol la forme la plus simple des composés phénoliques. (b) classification des différents types de tanin selon Khanbabae et van Ree (2001) cité par (Anger et al., 2013).....	37
Figure II-1 : Localisation des briqueteries de Nagen et de Bouisset sur la carte de l'ancienne région Midi-Pyrénées (comersis.com, 2019).....	59
Figure II-2 : Aspect visuel du sol de Nagen	60
Figure II-3: Aspect visuel du sol de Bouisset.....	60
Figure II-4 : Epruvettes de test de performance des liants organiques (a) et test de tenue à l'eau par immersion (b).....	66
Figure II-5 : Diagramme synthétique des formulations étudiées	67

Figure II-6 : Dispositif de tamisage par voie humide.....	69
Figure II-7 : Dispositif d'analyse granulométrique par sédimentation.....	70
Figure II-8 : L'appareil de Casagrande (NF P94-051, 1993, pp. 94-051).....	71
Figure II-9 : Détermination de la valeur au bleu de méthylène du sol (a) agitation mécanique de la suspension de sol, (b) taches de bleu de méthylène sur le papier filtre.....	73
Figure II-10 : Eprouvettes cylindriques pressées.....	77
Figure II-11 : Fabrication d'éprouvettes parallélépipédiques pour mesures de conductivité thermique et de capacité de tampon hydrique (MBV)	78
Figure II-12 : Schémas de dispositifs de mesure de la déformation au cours d'un test de résistance à la compression simple : (a) Jauge, (b) extensomètres LVDT, (c) capteur de déplacement.	80
Figure II-13 : Courbe contrainte-déformation pour calcul de module élastique	81
Figure II-14 : Préparation des éprouvettes au test de compression simple à l'état humide.....	82
Figure II-15 : Eprouvettes étanchéifiées pour le test MBV.....	84
Figure III-1: Courbes granulométriques des sols	90
Figure III-2 : Classification des sols B et N sur le diagramme de Casagrande des sols fins (Magnan, 1997)	92
Figure III-3 : Courbes Proctor des sols.....	93
Figure III-4 : Diagramme synoptique des matériaux fins : classification des sols N et B (NF P11-300 1992, 11)	95
Figure III-5 : Diagrammes de rayons X des deux sols	97
Figure III-6 : Diagrammes de rayons X des lames orientées (EG : éthylène glycol, 500 : chauffé à 500°C et naturel).....	98
Figure III-7 : Analyse thermogravimétrique différentielle des sols B et N.....	99
Figure III-8: Spectres infrarouges des sols B et N	101
Figure III-9 : Courbes Proctor des mélanges sol N et différents pourcentages d chaux ou de ciment	109
Figure III-10 : Courbes Proctor des mélanges sol B et différents pourcentages de chaux ou de ciment	109
Figure III-11 : Schéma de principe de confection des éprouvettes cylindriques et prismatiques..	112
Figure IV-1 : Effets de la durée de cure sur les résistances à la compression sèche et humide à 31 jours d'âge du sol N stabilisé avec 4% de ciment (N4C) ou 4% de chaux (N4Ch).....	118

Figure IV-2 : Variation de la résistance à la compression sèche des sols par ajout des liants et selon la densité de fabrication	120
Figure IV-3 : Apparition de fissures après confection des éprouvettes de sol N stabilisé avec ovalbumine	123
Figure IV-4 : Représentation schématique de la structure d'une nacre (Crédits : Arnaud Misse, 2009) par (Anger et al., 2013)	125
Figure IV-5 : Aspect des éprouvettes après immersion de 2 h dans l'eau	126
Figure IV-6 : Variations de masse pour le sol N selon les cycles d'humidité imposés durant l'essai Nordtest	133
Figure IV-7 : La capacité tampon hygrique des sols N et B non stabilisés et stabilisés	134
Figure IV-8 : Variation de la capacité tampon hygrique en fonction du pourcentage de liant	135
Figure IV-9 : Diffractogrammes des rayons X sur les mélanges de sol N non stabilisé (sol N) et stabilisé avec 4% respectivement de ciment (N4C), de chaux (N4Ch) et d'ovalbumine (N4Ov)..	137
Figure IV-10 : Diffractogrammes des rayons X sur les mélanges de sol B non stabilisé (sol B) et stabilisé avec 4% respectivement de ciment (B4C) et de chaux (B4Ch)	138
Figure IV-11 : Spectres infrarouge du sol N non stabilisé (sol N) et stabilisé avec respectivement 4% de ciment (N4C), de chaux (N4Ch) d'ovalbumine (N4Ov) et de l'ovalbumine seule (Ov)	139
Figure IV-12 : Spectres infrarouge du sol B non stabilisé (sol B) et stabilisé avec respectivement 4% de chaux (B4Ch) et de ciment (B4C).....	140
Figure IV-13 : Courbes thermogravimétriques du sol B non stabilisé (sol B) et stabilisé avec 4% de chaux (B4Ch).....	142

Liste des tableaux

Tableau I-1 : Tableau récapitulatif des techniques de construction en terre crue	19
Tableau I-2 : Caractéristiques des minéraux argileux les plus courants	23
Tableau I-3 : Pourcentages d'amylose et d'amylopectine des amidons de différentes plantes ("La chimie de l'amidon - L'Actualité Chimique," n.d.).....	30
Tableau I-4 : Compositions chimiques des alginates selon les espèces d'algues brunes adapté de (Andersen et al., 2011).....	31
Tableau I-5 : Pourcentage en masse sèche d'éléments chimiques présents dans les déjections d'herbivores domestiques	32
Tableau I-6 : Synthèse bibliographique sur les briques en terre crue stabilisées au ciment (fc: résistance à compression, n.m: non mesurée).....	39
Tableau I-7 : Synthèse bibliographique sur les briques en terre crue stabilisées à la chaux.....	40
Tableau I-8 : Synthèse bibliographique sur les briques en terre crue stabilisées avec des liants minéraux alternatifs.....	41
Tableau I-9 : Synthèse bibliographique sur les briques en terre crue stabilisées avec des liants organiques.....	47
Tableau I-10 : Effet des liants organiques sur la tenue à l'eau	49
Tableau II-1: Description des liants organiques.....	61
Tableau II-2 : Ordre de grandeur des prix des liants organiques selon d'autres usages.....	63
Tableau II-3 : Caractéristiques fournisseur du ciment CEM I 52,5 R utilisé dans cette étude	64
Tableau II-4 : Caractéristiques techniques de la chaux hydratée Supercalco S97	65
Tableau II-5 : Valeurs d'indice d'activité de Skempton de quelques minéraux argileux (Mitchell, 2005)	72
Tableau II-6 : Seuils de VBS correspondants à différents types de sols (NF P11-300, 1992, pp. 11–300)	74
Tableau II-7 : Degré d'activité des argiles selon leur indice d'activité de bleu. D'après D. Lautrin 1989 cité par (Chrétien et al., 2007).....	74
Tableau II-8 : Méthodes pour la mesure du module élastique dans les études sur la terre crue....	80
Tableau II-9 : Catégories de blocs pleins de terre crue stabilisée (XP P 13-901, 2001, pp. 13–901)	82

Tableau II-10 : Classe de performance hygroscopiques des matériaux selon leur MBV (Rode, 2005)	85
Tableau III-1: Classes granulaires des deux sols étudiés.....	90
Tableau III-2 : Valeurs au bleu et indices d'activité au bleu des sols B et N	92
Tableau III-3 : Caractéristiques géotechniques des sols	94
Tableau III-4 : Compositions chimiques des sols	96
Tableau III-5 : Quantification de la calcite et de la goethite contenues dans sols	100
Tableau III-6 : Caractéristiques géotechniques et composition chimique du sol F (Laborel-Preneron et al., 2017).....	103
Tableau III-7 : Tenue à l'eau des différentes formulations à base de liants organiques.....	104
Tableau III-8 : Synthèse des performances des liants organiques	105
Tableau III-9 : Synthèse des formulations et de leurs pressions de fabrication	112
Tableau IV-1 : Résistance à la compression (R_c) sèche des sols stabilisés.....	120
Tableau IV-2 : Modules élastiques des sols B et N stabilisés ou non obtenus par mesure de déplacement du plateau de presse	124
Tableau IV-3 : Résistances à la compression humide des sols stabilisés après 2h d'immersion dans l'eau.....	127
Tableau IV-4 : Catégories de blocs pleines de terre crue stabilisée selon leurs résistances à la compression sèche et humide (XP P 13-901, 2001, pp. 13–901).....	129
Tableau IV-5 : Conductivités thermiques des matériaux compactés à densités constantes	131