



**HAL**  
open science

# Cohésion et comportement mécanique de la terre comme matériau de construction

Laetitia Fontaine

► **To cite this version:**

Laetitia Fontaine. Cohésion et comportement mécanique de la terre comme matériau de construction. Architecture, aménagement de l'espace. 2004. dumas-03230968

**HAL Id: dumas-03230968**

**<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03230968>**

Submitted on 20 May 2021

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0  
International License

ÉCOLE D'ARCHITECTURE DE GRENOBLE

Mémoire du  
Diplôme Propre aux Ecoles d'Architecture  
DPEA-Terre 2002 - 2004

Cohésion et comportement mécanique de la terre  
comme matériau de construction

Laetitia FONTAINE  
Ingénieur INSA  
Septembre 2004

Ministère de la Culture et de la Communication  
Direction de l'Architecture et du Patrimoine

ECOLE D'ARCHITECTURE DE GRENOBLE  
BP 2636 - 60, avenue de Constantine - 38036 GRENOBLE Cedex 2

**Diplôme Propre aux Ecoles d'Architecture  
DPEA-Terre 2002-2004**

**Mémoire de DPEA**

**Cohésion et comportement mécanique de la terre  
comme matériau de construction**

**Laetitia FONTAINE**

Ingénieur INSA, France

Soutenance : Grenoble, septembre 2004

Directeur d'études :

*Hugo Houben, ingénieur, chercheur à l'EAG*

**Jury**

Personnalités extérieures invitées :

*Sandrine Maximilien, maître de conférences, GEMPPM, INSA Lyon*

*Christian Olagnon, maître de conférences, GEMPPM, INSA Lyon*

Enseignants à l'EAG :

*Vincent Rigassi, architecte, diplômé du CEAA-Terre, chargé de  
recherche, CRATerre-EAG*

Equipe pédagogique du DPEA-Terre :

*Patrice Doat, architecte, conseiller scientifique au laboratoire  
CRATerre-EAG, professeur à l'EAG*

Ministère de la Culture et de la Communication  
Direction de l'Architecture et du Patrimoine

## **Remerciements**

Je remercie Jean-Yves Cavallé et Gilbert Fantozzi pour m'avoir accueillie au laboratoire GEMPPM et dans le groupe 'Céramiques et composites' dans le cadre de ce 'projet innovant'.

Je remercie Sandrine Maximilien et Christian Olagnon pour leur encadrement efficace et motivant.

Je remercie enfin les personnes qui m'ont aidée lors des expériences : Guy Massal et Jacques Bigot pour l'élaboration des moules et les essais mécaniques, Emilie Lataste et Frédéric Thummen pour l'instrumentation en Emission Acoustique, Elodie Xolin pour l'analyse BET, Julie Russias pour la granulométrie et Sandrine Cardinal pour la diffraction en rayons X.

# Sommaire

INTRODUCTION .....	3
CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	5
I. LE MATERIAU TERRE .....	6
A. DEFINITION .....	6
B. LES ARGILES .....	6
C. LA TEXTURE.....	9
D. INTERACTIONS ENTRE PARTICULES .....	11
1) <i>Les interactions entre grains dans un empilement granulaire sec non cohésif</i> .....	11
2) <i>La cohésion générée par la présence d'eau</i> .....	11
3) <i>Les interactions à courte portée</i> .....	12
II. LES MILIEUX GRANULAIRES ET LEUR MODELISATION.....	14
A. COMPORTEMENT MECANIQUE DES MILIEUX GRANULAIRES.....	14
1) <i>La modélisation</i> .....	14
2) <i>Réseau de forces de contact</i> .....	16
B. CAS PARTICULIER DES MILIEUX GRANULAIRES COHESIFS .....	18
III. ELABORATION D'EPROUVETTES DE TERRE .....	21
A. GENERALITES .....	21
B. MODELISATION DES PHENOMENES MIS EN JEU LORS DE L'ELABORATION .....	22
IV. CARACTERISATION MECANIQUE .....	25
A. TERRE COMME MATERIAU DE CONSTRUCTION .....	25
B. SOLS ET AUTRES MATERIAUX QUASI-FRAGILES.....	26
1) <i>Essais classiques en mécanique des sols</i> .....	26
2) <i>Comportement des sols et des matériaux quasi-fragiles</i> .....	28
C. SOLS ARGILEUX ET ARGILES.....	30
V. EMISSION ACOUSTIQUE.....	31
A. PRINCIPES .....	31
B. CAPTEURS ET COUPLANTS.....	32
C. CARACTERISTIQUES DU SIGNAL .....	33
D. EFFET KAISER.....	34
E. UTILISATION ET PHENOMENES LIES A L'EMISSION ACOUSTIQUE.....	34
VI. METHODOLOGIE.....	36
CHAPITRE 2 : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES .....	37
I. MATERIAU-MODELE.....	38
A. SABLE .....	38
B. ARGILE .....	40
1) <i>Critères de choix</i> .....	40
2) <i>Analyse granulométrique</i> .....	41
3) <i>A.T.D. - A.T.G.</i> .....	42
4) <i>Mesure de la surface spécifique par la méthode B.E.T.</i> .....	43
5) <i>Caractérisation minéralogique par diffraction des rayons X (D.R.X.)</i> .....	44
6) <i>Conclusion</i> .....	45
II. PROTOCOLE D'ELABORATION DES EPROUVETTES .....	46
A. OBJECTIFS.....	46
B. PREPARATION DU MELANGE.....	46
C. TENEUR EN EAU INITIALE .....	47
D. FORME ET DIMENSIONS DES EPROUVETTES .....	48
E. TYPES DE MOULES.....	49
F. REMPLISSAGE DES MOULES – COMPACTAGE.....	49
G. VIBRATIONS.....	50

H. SECHAGE ET STOCKAGE .....	51
I. PROTOCOLE D'ELABORATION DEFINITIF ET CONCLUSION .....	52
<b>III. CARACTERISATION DES EPROUVETTES .....</b>	<b>53</b>
A. DENSITE APPARENTE HUMIDE .....	54
B. TENEUR EN EAU .....	54
C. POROSITE PAR RAPPORT DES DENSITES .....	54
D. POROSITE PAR POROSIMETRIE PAR INTRUSION DE MERCURE .....	55
E. IMAGERIE M.E.B. ....	56
<b>IV. DISPOSITIF D'ESSAI MECANIQUE EN COMPRESSION UNIAXIALE .....</b>	<b>57</b>
A. GENERALITES .....	57
B. PARAMETRES .....	58
C. RECAPITULATIF .....	59
D. PROBLEMATIQUE DE L'ETAT DE SURFACE DES EPROUVETTES .....	59
1) <i>Généralités</i> .....	59
2) <i>Observations préliminaires sur nos éprouvettes brutes</i> .....	61
3) <i>Solutions envisagées</i> .....	62
4) <i>Protocole de préparation de l'état de surface des éprouvettes</i> .....	63
<b>V. DISPOSITIF D'EMISSION ACOUSTIQUE .....</b>	<b>67</b>
A. CAPTEURS ET CHAINE D'ACQUISITION .....	67
B. PARAMETRAGE DU LOGICIEL D'ACQUISITION .....	68
<b>CHAPITRE 3 : RESULTATS ET INTERPRETATION .....</b>	<b>69</b>
<b>I. CARACTERISATION DES EPROUVETTES .....</b>	<b>70</b>
A. DENSITE HUMIDE .....	70
B. TENEUR EN EAU .....	72
C. POROSITE TOTALE .....	73
D. ETUDE DE LA MICROSTRUCTURE PAR IMAGERIE M.E.B. ....	75
1) <i>Vue générale et éléments constitutifs</i> .....	75
2) <i>Texture</i> .....	79
E. ETUDE DE LA MICROSTRUCTURE PAR DISTRIBUTION DES PORES .....	83
<b>II. COMPORTEMENT MECANIQUE EN COMPRESSION UNIAXIALE .....</b>	<b>88</b>
A. DESCRIPTION DU COMPORTEMENT .....	88
1) <i>Comportement général</i> .....	88
2) <i>Influence de la composition du mélange et des conditions de stockage</i> .....	90
B. CONTRAINTE MAXIMALE .....	91
1) <i>Influence de la composition du mélange (teneur en argile)</i> .....	91
2) <i>Influence des conditions de stockage (humidité relative)</i> .....	93
C. DEFORMATION JUSQU'AU PIC DE CONTRAINTE .....	94
D. ENERGIE DE DEFORMATION AU PIC DE CONTRAINTE .....	95
E. ENDOMMAGEMENT GRACE A L'ETUDE DES SOLlicitATIONS CYCLIQUES .....	96
<b>III. ENDOMMAGEMENT PAR SUIVI DE L'EMISSION ACOUSTIQUE .....</b>	<b>98</b>
A. ALLURE GENERALE .....	98
B. CYCLES INCREMENTAUX ET EFFET KAISER .....	100
C. INTERPRETATION DES RESULTATS .....	101
<b>IV. DISCUSSION .....</b>	<b>102</b>
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>105</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>107</b>

## ***Introduction***

Trois organismes initiaux, le Centre international de la construction en Terre de l'École d'Architecture de Grenoble (CRATerre-EAG), le Getty Conservation Institute (GCI) et le Centre International d'Études sur la Conservation et la Restauration des Biens Culturels (ICCROM) se sont fédérés dans un but de coopération sur **l'étude et la conservation de l'architecture et du patrimoine des constructions en terre**. Ces trois organismes se sont engagés à promouvoir la recherche, la formation par l'enseignement et enfin la gestion de l'information et des publications autour d'un programme cadre : le **projet TERRA**. Il a été ainsi décidé de développer deux axes de **recherche** liés aux lacunes scientifiques du domaine d'application : la compréhension de la « perte » de cohésion du matériau terre (axe animé par le GCI) et « l'identification et la caractérisation des mécanismes de cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation », sujet traité par une thèse réalisée par David Gélard.

L'objectif de ce stage est de réaliser une étude complémentaire aux travaux de David Gélard. Nous proposons d'étudier le comportement mécanique du matériau terre, d'une manière plus détaillée, avec toujours comme but d'analyser et de comprendre la cohésion du matériau. Peu de travaux ont été réalisés sur ce matériau et les tests mécaniques généralement effectués se limitent à la mesure de la contrainte maximale supportée par une éprouvette lors d'un essai de compression uniaxiale. Nous étudions pour notre part le comportement mécanique et l'endommagement du matériau lors d'un essai de compression uniaxiale, ainsi que sa microstructure.

Dans une première partie, nous présentons le matériau terre et ses composants, puis plus généralement les matériaux granulaires, auxquels il peut être assimilé, et leur modélisation dans le domaine de la mécanique. Nous présentons ensuite les possibilités d'élaboration d'éprouvettes de ce matériau. Nous présentons aussi les études existantes concernant la caractérisation mécanique du matériau et plus généralement des matériaux quasi-fragiles et des sols. Nous terminons par une description succincte des principes de caractérisation non destructive par émission acoustique et son application au suivi de l'endommagement de matériaux hétérogènes.

La deuxième partie présente le matériau-modèle choisi pour l'étude, constitué d'un mélange de sable et d'argile, et la mise en place du protocole d'élaboration des éprouvettes, tout en se demandant quels sont les moyens de reproduire en laboratoire un milieu représentatif défini, en accord avec la réalité du matériau terre dans la construction et la conservation. Nous présentons également les méthodes utilisés pour la caractérisation des éprouvettes : densité, teneur en eau, porosité, étude de la microstructure par porosimétrie par intrusion de mercure et par imagerie au microscope électronique à balayage (M.E.B.). Nous présentons ensuite la mise en place d'un essai de compression uniaxiale, spécifique à ce matériau, qui permet d'obtenir des résultats reproductibles et analysables. L'essai de compression est couplé au dispositif d'émission acoustique qui permet d'analyser l'évolution de l'endommagement du matériau durant l'essai mécanique.

Une troisième partie présente tout d'abord les résultats de caractérisation des éprouvettes, y compris leur microstructure. Puis nous présentons les résultats concernant l'essai de compression et l'émission acoustique, afin de connaître les caractéristiques mécaniques du matériau et de comprendre son comportement mécanique et son endommagement. Nous terminons par une discussion.

## ***Chapitre 1 : Etude bibliographique***

# I. Le matériau terre

## A. Définition

[14]

La terre est un milieu poreux multi-phasique comprenant une phase solide, une phase liquide (principalement de l'eau) et une phase gazeuse (principalement de l'air). La phase solide est constituée de la matière minérale, ensemble de particules élémentaires d'origine et de composition diverses, et de la matière organique. La matière minérale est constituée de minéraux primaires inaltérés : cailloux (20-200 mm), graviers (2-20 mm), sables constitués principalement de silice et de quartz (0.06-2 mm) et silts (0.06mm-2 $\mu$ m) et de minéraux secondaires altérés ou colloïdaux, comme les argiles (inférieur à 2 $\mu$ m) ou les oxy-hydroxides. Les minéraux inaltérés forment le squelette granulaire et confère au matériau une ossature rigide. Ils apportent une grande partie de la résistance mécanique de la terre, ont une grande friction interne mais n'ont pas de cohésion. Grâce à leur stabilité, ils limitent le retrait.

Les caractéristiques physiques et chimiques des argiles sont différentes de celles des autres constituants de la terre. Leur surface spécifique est infiniment plus grande que celle des particules grossières de forme sphérique ou anguleuse. Elles ont une structure ionique telle qu'elles interagissent fortement avec les molécules polaires de l'eau. Elles sont cohésives et forment une masse cohérente à une humidité convenable. Elles contribuent de manière importante aux propriétés de la terre : elles lui apportent sa plasticité en conditions très humides grâce aux couches d'eau qui adhèrent aux couches d'argile et qui lient les particules entre elles. Les argiles forment une matrice liante qui enrobe et lie les granulats entre eux. La matrice argileuse se présente sous la forme d'une structure complexe poreuse dont la taille des pores varie du nanomètre au micromètre.

## B. Les argiles

[1][2][3][4]

Le mot 'argile' englobe deux connotations, l'une liée à la taille des grains et l'autre à la minéralogie et aux propriétés de plasticité des matériaux argileux quelle que soit leur taille. Les argiles sont des phyllosilicates hydratés de petite taille. Les argiles sont généralement cristallisées, même si des argiles amorphes existent.

Une particule d'argile est formée d'un empilement de feuillets élémentaires constitués par l'association de deux unités structurales de base :

- La couche tétraédrique ou le tétraèdre de silice  $\text{SiO}_4$  où 4 atomes d'oxygène sont disposés au sommet d'un tétraèdre régulier et enserment un atome de silicium. Les tétraèdres se combinent entre eux pour former des couches planes dites couches tétraédriques.

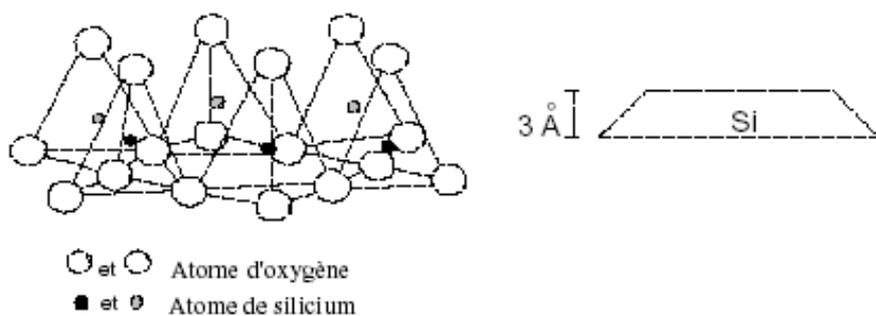


Figure 1 : Couche tétraédrique

- La couche octaédrique ou l'octaèdre d'alumine  $\text{Al}_2(\text{OH})_6$  et éventuellement de magnésium  $\text{Mg}_3(\text{OH})_6$  où 6 ions hydroxydes enserrent un atome d'aluminium (couche di-octaédrique) ou de magnésium (couche tri-octaédrique).

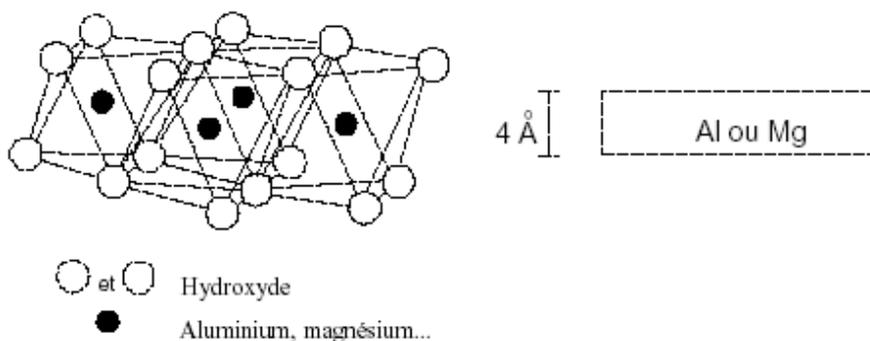


Figure 2 : Couche octaédrique

Dans les minéraux de type 1:1 (kaolinite, halloysite), un feuillet est composé d'une couche tétraédrique et octaédrique superposée. Pour les minéraux de type 2:1 (smectite, vermiculite, illite), le feuillet est composé d'une couche octaédrique placée entre deux couches tétraédriques. Enfin, pour les minéraux de type 2:1:1 (chlorite), la structure de type 2:1 est associée à une couche octaédrique supplémentaire. La composition chimique de base des phyllosilicates est la suivante :

- Pour les minéraux 1:1 :  $[\text{Si}_4]\text{Al}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$
- Pour les minéraux 2:1 (dioctaédrique) :  $[\text{Si}_8]\text{Al}_4\text{O}_{20}(\text{OH})_4$
- Pour les minéraux 2:1 (trioctaédrique) :  $[\text{Si}_8]\text{Mg}_6\text{O}_{20}(\text{OH})_4$

Minéral	Description de la structure	Surface spécifique ( $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ )
Kaolinite	1:1, forte cohésion entre les feuillets	10-20
Illite	2:1, forte cohésion entre les feuillets	80
Chlorite	2:1:1, forte cohésion entre les feuillets	80
Vermiculite	2:1, faible cohésion entre les feuillets	700
Montmorillonite	2:1, Très faible cohésion entre les feuillets	800

Tableau 1 : Caractéristiques de quelques argiles

## La kaolinite

On dénombre un très grand nombre d'espèces d'argile mais les trois types les plus couramment rencontrés sont la kaolinite, l'illite et la montmorillonite. Dans le cas de la kaolinite, le feuillet élémentaire est dioctaédrique 1:1.

Trois unités structurales composent la kaolinite :

- Les feuillets sont les unités structurales de base et sont regroupés parallèlement au sein des particules. Les liens de covalence et les liaisons ioniques assurent la structure interne rigide du feuillet élémentaire.
- Les particules constituent le premier niveau d'organisation. Elles sont caractérisées par un empilement de feuillets identiques parallèlement à leur plan de base. Les liaisons entre feuillets résultent de l'effet composé de liaisons hydrogène et de forces de Van der Waals, ce qui se traduit par un lien assez fort. L'eau et les cations ne pénètrent pas entre les feuillets et la distance entre deux feuillets (espace interfoliaire) est fixe (7.2Å) et déterminée par la longueur des liaisons hydrogène entre deux feuillets consécutifs. Les particules constituent les «parois» du réseau de pores et ont souvent la forme de plaquettes rigides plus ou moins hexagonales dont l'extension latérale est de quelques centaines de nm et l'épaisseur de quelques dizaines de nm.
- L'agrégat est l'assemblage de particules dont l'arrangement est gouverné par le type de forces résultant des interactions entre particules et du degré de compactage. Dans le cas de la kaolinite, les plaquettes peuvent par exemple s'orienter spontanément parallèlement les unes aux autres au sein de paquets, par simple effet de volume exclu dû à leur forme.

La plasticité d'une kaolinite tient au fait qu'individuellement les particules sont entourées par une pellicule d'eau qui, lorsque son épaisseur est suffisante, leur permet de glisser les unes sur les autres, tout en gardant une liaison entre eux. La surface spécifique est de l'ordre de 10 à 20 m<sup>2</sup>/g, sans surface spécifique interne.

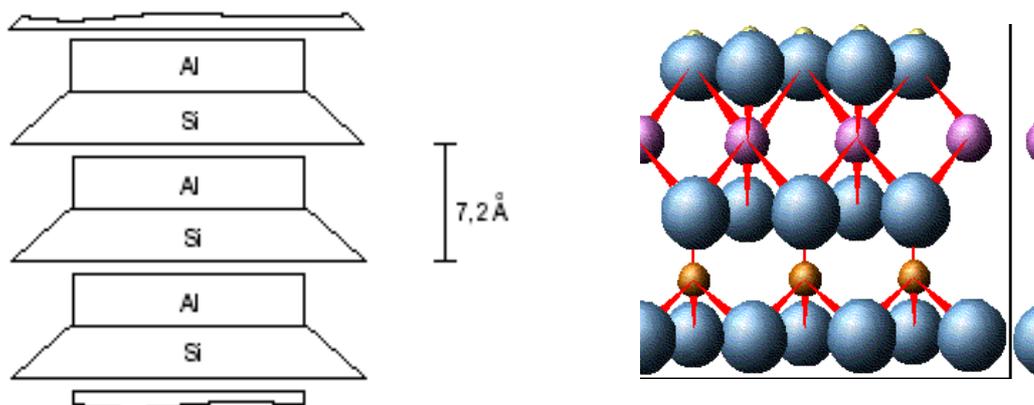


Figure 3 : Schéma de la particule de kaolinite, feuillet de type 1:1

### C. La texture

La texture d'un sol désigne la forme, la dimension et l'arrangement des particules minérales du sol, comme la formation d'agrégats par exemple. Elle détermine notamment la répartition dans l'espace des éléments solides et des pores (occupés par l'eau ou l'air). La texture de la terre présente un caractère hétérogène sur un domaine de dimensions extrêmement étendu.

Du fait de la large gamme de particules qui composent le sol en terme de taille et de forme et de leur organisation spatiale, on trouve dans les sols des pores allant du nanomètre au millimètre, c'est à dire s'étalant sur plus de 6 ordres de grandeurs, même si les pores sont en réalité tortueux et interconnectés.

Van Olphen (1963) [5] a proposé une classification basée sur l'association des particules argileuses entre elles, à partir des critères : dispersé, agrégé (face contre face en agrégats), floclé (association d'agrégats ou de particules bord-bord ou bord-face), défloclé (aucune association entre les particules ou entre les agrégats). Cette classification (figure 4) ne repose pas sur une observation directe, mais sur les possibilités d'assemblage géométrique.

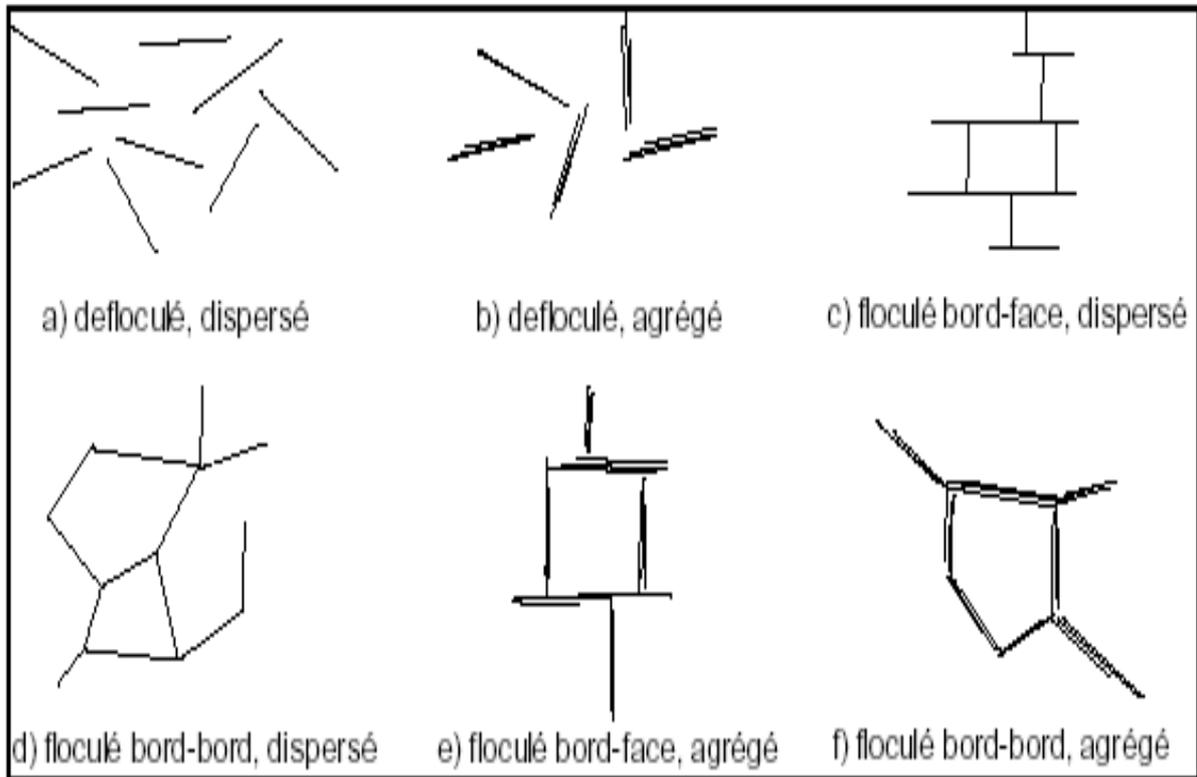


Figure 4 : Arrangement des particules d'argile [5]

Collins et McGrown (1974) [6] ont tenté de préciser cette définition dans le cas des terrains contenant une proportion non négligeable de grains non argileux, en introduisant une classification des relations existant entre particules argileuses et grains sableux ou silteux (figure) : connexions argileuses entre grains silteux (a, b, c), agrégats irréguliers en nid d'abeille (d, e), agrégats réguliers (f, g), particules argileuses entrelacées avec ou sans inclusions silteuses (h, j), matrice argileuse (k) ou matrice granulaire (l) (figure 5).

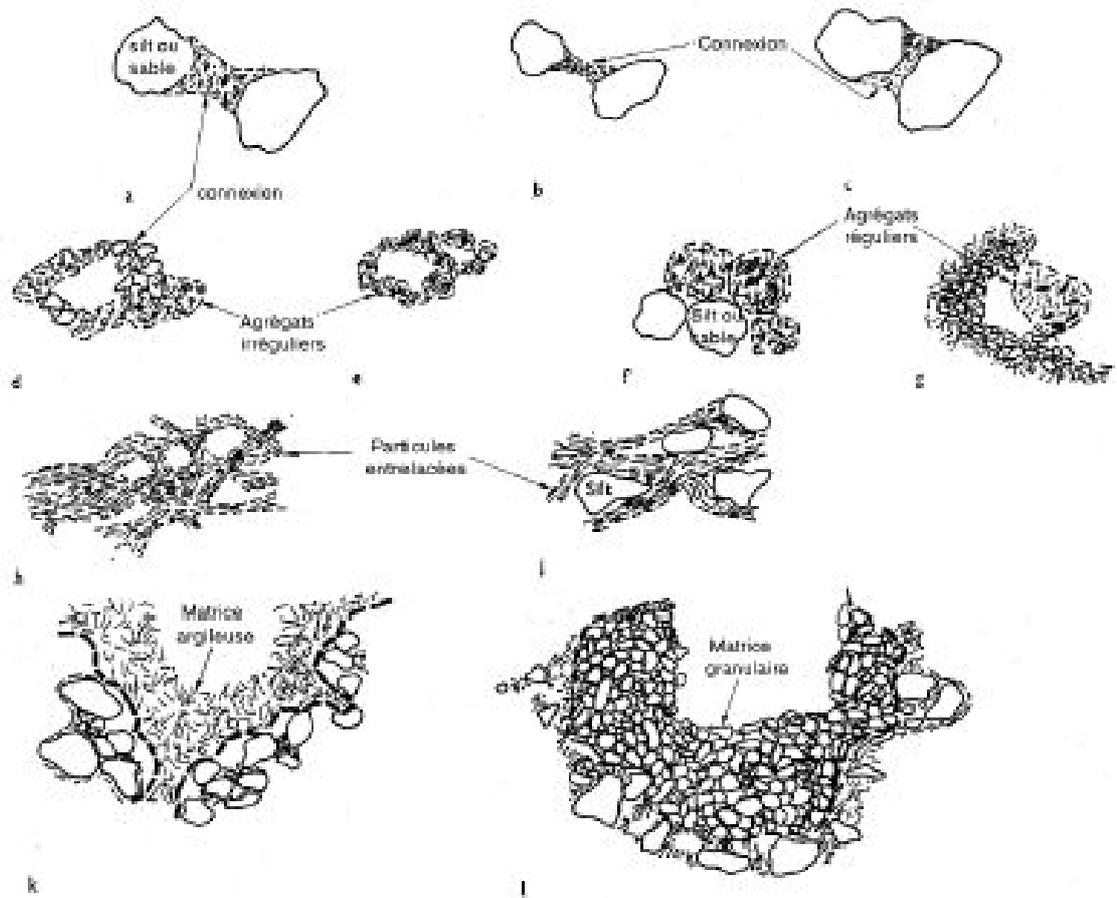


Figure 5 : Schéma d'assemblages de particules [6]

## **D. Interactions entre particules**

Il existe différentes forces de liaison qui lient les particules entre elles. Ces forces sont très variables en intensité et dépendent du comportement de chaque constituant [7][8][9][10][11][12][13].

### **1) Les interactions entre grains dans un empilement granulaire sec non cohésif**

- Interaction de contact unilatéral

Les grains en contact se repoussent avec un potentiel élastique variant d'autant plus rapidement que les grains sont rigides. Le modèle standard de Hertz, qui propose un modèle de force normale permet de calculer le potentiel d'interaction associé.

- Interaction de frottement solide

La relation de base concernant le frottement entre deux surfaces solides est la loi de Coulomb : pour une force normale donnée, le contact peut supporter une force tangentielle proportionnelle à la force normale (loi de Coulomb). Cette interaction dépend fortement de la rugosité des particules.

### **2) La cohésion générée par la présence d'eau**

Le matériau terre contient toujours de l'eau en quantité variable. Il est donc important de considérer l'interaction des particules avec l'eau. L'eau joue un rôle important dans certaines propriétés de la terre comme la succion, le gonflement et le retrait, la plasticité et évidemment la cohésion. Les forces cohésives sont de deux types car l'eau est retenue dans le sol par deux types de forces : les forces de capillarité et les forces d'hydratation. Dans les deux cas, l'eau retenue dans un sol non saturé se trouve à un niveau d'énergie potentielle inférieure à celle de l'eau libre et ne pourra s'écouler que sous l'effet d'une force extérieure suffisante (gravité, gradient de pression, etc.).

- Forces de capillarité

Les forces de capillarité sont le résultat des forces d'interfaces entre l'eau, l'air et les surfaces solides. Dans une première approche, on ne considère que deux phases : liquide et gazeuse. A cause de leur forte polarité, les molécules d'eau qui se situent à l'interface eau-air sont soumises à des forces attractives vers l'intérieur de la phase liquide, les molécules d'eau ayant une plus grande affinité pour elles-mêmes que pour les molécules de la phase gazeuse. Les forces attractives entre les molécules d'eau maintiennent l'interface. Une augmentation de la surface de l'interface nécessite un apport d'énergie. On appelle la force par unité de longueur nécessaire pour augmenter la surface de l'interface, la tension de surface. Quand l'interface eau-air se courbe, il se crée une différence de pression entre l'air et la phase liquide qui sera compensée par la tension superficielle. Lorsqu'il existe trois phases (liquide, solide, air), la situation devient plus complexe. Les molécules d'eau peuvent soit s'associer facilement avec

la surface solide, soit être repoussées selon que la surface est hydrophile ou hydrophobe. Le résultat global est qu'un angle de contact se développe à l'interface eau-solide. La composition de la phase liquide (forces ioniques, tension superficielle,...) et les propriétés minéralogiques de la phase solide auront un effet considérable sur les phénomènes d'interfaces.

Notons que l'atmosphère ordinaire contient toujours un peu de vapeur d'eau. La présence, au niveau des contacts entre grains, de surfaces rapprochées et rugueuses favorise fortement la condensation de la vapeur et conduit à la formation de ponts capillaires (ou ponts liquides) entre les grains, qui favorisent la cohésion. La condensation a lieu si l'interaction solide-liquide est plus favorable que l'interaction solide-vapeur.

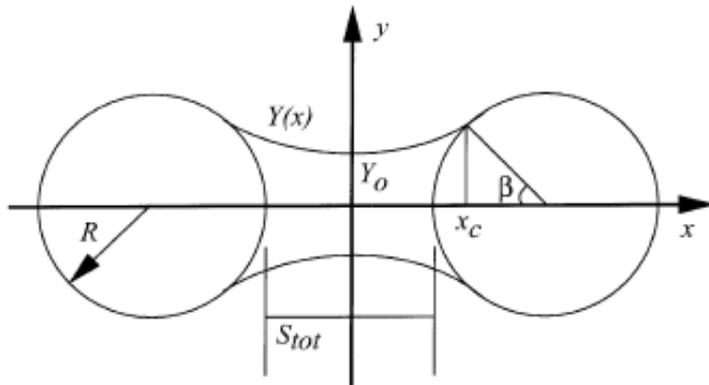


Figure 6 : Schéma d'un pont capillaire

Les forces capillaires sont surtout actives entre grains de sable et entre grains de sable et agrégats.

- Forces d'hydratation

Les forces d'hydratation sont les forces répulsives qui permettent de séparer deux particules afin d'y faire entrer des molécules d'eau. L'énergie d'interaction d'une molécule d'eau avec les atomes d'oxygène ou les groupes hydroxyles d'une surface non chargée (comme c'est le cas pour le sable et la kaolinite) est très faible et d'allure exponentielle, mais elle peut subir de fortes oscillations vraisemblablement dues aux fluctuations quasi-périodiques de densité que subit un film d'eau confiné entre deux parois. L'eau correspondant est appelée eau d'hydratation. Elle est adsorbée à la surface des solides et prend la forme d'un film fin. Le volume d'eau d'hydratation est directement proportionnel à la surface spécifique des constituants. Par conséquent, l'interaction entre les particules d'argile et les molécules d'eau polarisées est très forte.

Les forces d'hydratation sont actives entre les particules de kaolinite.

### 3) Les interactions à courte portée

- Les forces électrostatiques de double couche

Les plaquettes de kaolinite sont très faiblement chargées. Par conséquent, les forces électrostatiques de double-couche sont faibles par rapport à celles présentes dans les autres types d'argile. Les charges négatives peuvent provenir des valences non satisfaites, soit à

l'extrémité des feuillets brisés (atome O), soit sur les surfaces extérieures plates par la dissociation d'un ion  $H^+$  d'un groupement hydroxyle  $OH^-$ . Les charges positives peuvent apparaître aux points de rupture des feuillets si la rupture met à nu un atome Si ou Al. Ainsi, il peut s'établir des liens surface-côté, surface-surface ou côté-côté entre deux particules d'argile.

- Les forces de Van der Waals

Les forces d'attraction moléculaire de Van der Waals sont liées au moment dipolaire permanent ou induit. Ces forces existent toujours, diminuent comme l'inverse de la puissance six de la distance entre molécules. Qu'elles possèdent ou non un moment dipolaire permanent, les molécules sont polarisables, et sont donc toutes susceptibles de posséder un moment dipolaire induit. Les interactions attractives entre ces moments dipolaires, permanents ou induits, sont à l'origine de la cohésion des liquides. L'interaction de Van der Waals prend en compte trois types d'interactions suivant la nature des moments dipolaires concernés entre une paire d'atomes : dipôle permanent - dipôle permanent (Keesom), dipôle permanent - dipôle induit (Debye) et dipôle induit - dipôle induit (London). Elle est additive entre tous les atomes des deux particules qui interagissent.

- La liaison hydrogène

Lorsque deux molécules polaires sont approchées l'une de l'autre, elles ont d'abord tendance à s'orienter l'une par rapport à l'autre en plaçant leurs moments dipolaires en opposition. Il s'ensuit une interaction électrostatique entre dipôles opposés, qui attire les molécules l'une vers l'autre. Dans des conditions favorables d'orientation peuvent ensuite apparaître des liaisons hydrogène. De telles liaisons hydrogène interviennent à chaque fois qu'un atome d'hydrogène lié à un atome électronégatif est à proximité d'un autre atome électronégatif, comme par exemple l'oxygène dans le cas des argiles. Mais c'est aussi le type de forces qui relie les molécules d'eau aux argiles.

## II. Les milieux granulaires et leur modélisation

### A. Comportement mécanique des milieux granulaires

#### 1) La modélisation

De nombreux ouvrages traitent de la physique des milieux granulaires [13] [27] ou de la mécanique des milieux granulaires [28][29][30][31][32][33][34][35][36][37][38][39][40][41][42].

Les propriétés mécaniques des matériaux granulaires, lorsqu'ils se comportent comme des solides, sont étudiées à l'échelle macroscopique en mécanique des sols [43][44]. Des modèles phénoménologiques permettent une étude dans le cadre d'un formalisme de thermodynamique. Le matériau est traité comme un milieu équivalent continu et on cherche à obtenir des lois de comportement dans le cadre de la mécanique des milieux continus. On peut définir un champ de contraintes qui obéit aux équations d'équilibre de la mécanique classique. On dispose de nombreuses caractérisations expérimentales de la rhéologie des assemblages granulaires soumis à des sollicitations lentement variables, et on a proposé diverses lois constitutives (en particulier élasto-plastiques) pour en rendre compte. Les lois de comportement sont phénoménologiques et nécessitent l'introduction de variables internes dont le sens physique est souvent difficile à préciser. Les relations, incrémentales, entre contraintes et déformations dépendent de l'état interne du matériau qui, déterminé initialement par le processus d'assemblage, évolue de façon concomitante.

Au niveau microscopique, la nature discrète du milieu est prise en compte car les forces d'interactions entre particules gouvernent les propriétés mécaniques. L'assemblage granulaire est un réseau désordonné de contacts, dont la géométrie est susceptible d'être modifiée par des réarrangements. Les variables locales sont dans ce cas plus évidentes (structure décrite par la forme des grains, nombre et orientation des contacts, déplacement et rotation des grains, forces de contact,...).

D'actives recherches, engagées dans différentes communautés (physique de la matière condensée, mécanique des sols et du solide et science des matériaux) visent à relier, en régime statique ou quasi-statique (au sens strict, suite continue d'états d'équilibre traduisant un comportement mécanique indépendant du temps physique) les comportements mécaniques macroscopiques aux caractéristiques mécaniques et géométriques à l'échelle du grain. Elles font appel à des notions et des approches issues de la mécanique des systèmes discrets, de la géométrie, de la physique statistique (homogénéisation, théories de la rigidité, stabilité, percolation, mécanique statistique hors d'équilibre), et s'appuient sur diverses démarches expérimentales et sur la simulation numérique discrète. On décrit tout d'abord le matériau au niveau microscopique et on s'intéresse aux propriétés mécaniques des différentes phases. On réalise ensuite une étape de changement d'échelle (lois de localisation) qui permet de relier les grandeurs micro et macro. Enfin, l'homogénéisation (passage micro-macro) [45][46][47][48] permet de déterminer le comportement global par des opérations de moyenne sur les grandeurs caractéristiques des phases.

De par la richesse des informations qu'elle fournit, à l'échelle granulaire, sur les mécanismes de déformation et sur la répartition des efforts, la simulation numérique discrète, fondée sur la discrétisation dans le temps des équations de la dynamique, est un outil essentiel dans l'étude du comportement des milieux granulaires.

Parmi les méthodes de simulation numérique discrète *DEM* (*discrete ou distinct element methods*), on peut distinguer :

- Les méthodes *smooth DEM*, qui consistent à utiliser des lois d'interaction entre grains, décrites par des fonctions régulières, c'est-à-dire continues et suffisamment différentiables. Les méthodes *MD* (*molecular dynamics*) ou *DEM de Cundall, Strack et successeurs* en font partie.
- Les méthodes *non smooth DEM* qui consistent à utiliser des lois d'interaction entre grains décrites par des lois de chocs ou toute autre relation (non différentiable en général) décrivant les sauts de vitesse et les seuils de forces. Les méthodes *ED* (*event driven*) ou la méthode *NSCD* (*non smooth contact dynamics*)

Les deux approches les plus fréquemment utilisées sont la Dynamique Moléculaire (MD) et la Dynamique des Contacts (DC) [49]. On peut se référer à la littérature abondante et de qualité aussi bien pour la MD [50][51][52] que pour la DC [53].

### **La Dynamique des Contacts (NSCD ou DC)**

Proposée par Jean et Moreau [168], la Dynamique des Contacts est une autre approche née du constat suivant : les mécanismes de déformation des grains, ainsi que la durée des chocs entre les particules sont mal connus. À la différence de la DM, la DC ne décrit donc pas précisément ces aspects et considère les grains comme parfaitement rigides. Les collisions, ou chocs instantanés, sont traitées sur des pas de temps constants. Dans les systèmes granulaires denses et peu agités, on a alors affaire à des collisions multiples, dans un laps de temps petit devant le temps de discrétisation. Ce type d'approche est à opposer aux méthodes dites "event-driven" pour lesquelles le pas de temps est constamment ajusté afin de décrire un à un les chocs entre les particules.

Faisant le constat que la loi de choc à coefficient de restitution de Newton semble bien adaptée aux collisions binaires, la DC prend en compte ce modèle en s'assurant de sa validité pour les contacts maintenus. Pour ce faire, les conditions de Signorini et de Coulomb, classiquement écrites pour les déplacements relatifs, le sont pour la DC avec des vitesses relatives formelles qui tiennent compte de la loi de choc de Newton à coefficient de restitution. Il est ici important d'insister sur le fait qu'à la différence de la DM, les deux lois de contact (graphes Signorini et Coulomb) n'expriment pas de dépendance fonctionnelle entre les impulsions de contact et les vitesses relatives formelles. La méthode est alors nécessairement itérative. Les seuls paramètres que l'on peut être amené à ajuster dans la DC sont le pas de temps et le niveau d'erreur toléré sur les lois de contact, ainsi que les coefficients de restitution aux chocs normaux et tangentiels, que l'on prend généralement égaux à 0 dans le cas de simulation de milieux granulaires denses. La DC fait donc intervenir peu de paramètres susceptibles de modifier la physique que l'on souhaite représenter. Cela représente un atout certain par rapport à la DM dont les multiples paramètres ajustables rendent l'utilisation parfois complexe.

## La Dynamique moléculaire (MD)

À la différence de la DC, qui considère les particules comme parfaitement rigides, la DM se caractérise par la prise en compte d'une élasticité dans les contacts. Les trajectoires des particules sont alors régulières au sens où l'on calcule des variations continues des quantités cinématiques relatives aux objets. Dans sa forme la plus classique, l'interaction entre deux corps frottants est régie par deux lois de contact qui statuent sur les efforts normaux et tangentiels entre les grains.

Néanmoins, de par les mauvaises connaissances que l'on a des lois qui régissent la dynamique des grains, ces méthodes de simulation mettent en œuvre certains ingrédients arbitraires dont le choix résulte d'un compromis entre le réalisme du modèle et la commodité de calcul.

### 2) Réseau de forces de contact

Les forces de contact dans un milieu granulaire se répartissent de façon très inhomogène en un réseau de "chaînes de forces" qui supporte la plus grosse partie des contraintes. Il est primordial de bien comprendre l'influence du désordre des forces à l'échelle du grain sur les propriétés d'équilibre mécanique d'un milieu granulaire à l'échelle macroscopique.

Dans un milieu granulaire en déformation quasi-statique, les particules forment un réseau dense de contacts qui assure l'intégrité mécanique du milieu et la transmission des efforts. Avec des particules peu déformables ou pour des pressions de confinement suffisamment faibles, les efforts de contacts entre deux particules restent localisés dans une zone d'extension très inférieure à la taille des particules de telle sorte qu'ils peuvent être représentés comme des forces ponctuelles. On obtient donc un ensemble discret de forces de contacts. En l'absence de cohésion, les composantes normales des forces sont compressives tandis que les composantes tangentielles sont soumises à la loi de frottement de Coulomb. En 1957, Dantu fut l'un des premiers à mettre en évidence la grande hétérogénéité de la répartition des contraintes au sein d'un empilement de rouleaux photo-élastiques. Des études expérimentales [54][55][56] [65][66] comme numériques [57][58][59] semblent s'accorder sur une distribution statistique de ces forces et ont permis de montrer qu'il existait une très large gamme d'intensités de forces allant jusqu'à s'étaler sur plusieurs décades [60] [54]. Les études réalisées par Radjai et al. [57] [63] [64], sur des assemblages de disques polydispersés ont conduit à mettre en évidence deux ensembles de forces normales intergranulaires bien distincts : les forces normales inférieures à la moyenne de toutes les forces (réseau isotrope avec une distribution statistique en loi de puissance) et les forces supérieures à cette même moyenne (réseau anisotrope avec une distribution statistique exponentielle décroissante). Les forces de contact sont donc réparties de manière très inhomogène, formant des chaînes de contacts ou chaînes de forces qui supportent la plus grosse partie des contraintes et qui sont à l'origine de larges fluctuations des contraintes lorsque l'on sollicite le milieu granulaire [61] [62] [25]. Le tenseur des contraintes et le tenseur de fabrique (orientation des contacts) associé à un tel réseau de forces sont très anisotropes.

Il existe des relations entre les interactions locales inter-grains (forces de contact) et la possibilité de former des structures auto-organisées à une échelle intermédiaire (chaînes de forces, voûtes). Ces structures ont une dynamique régie à la fois par l'action des contraintes externes, par la dynamique des lois locales de contact et celle des variations de structures des empilements.

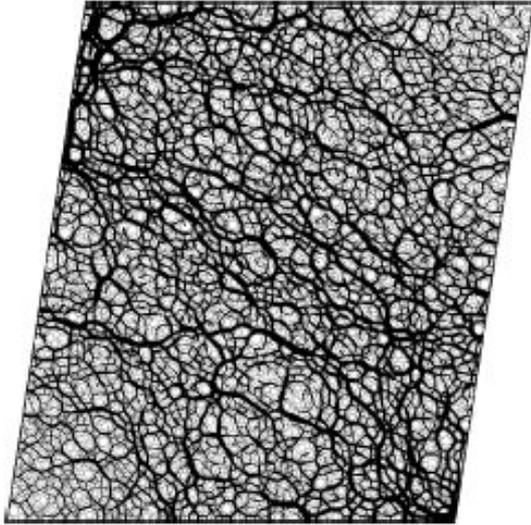


Fig. 3. Normal forces in the system of Fig. 2. Line thickness is proportional to the normal force.

Figure 7 [63]: Forces normales durant le cisaillement simple d'un système de 4070 particules.

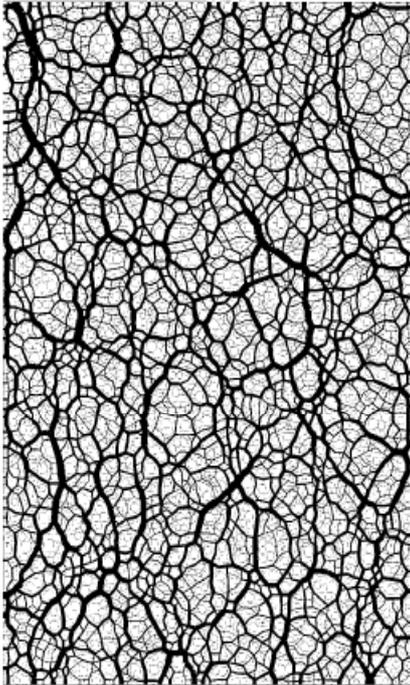


FIG. 1. Normal forces in a packing of 4000 particles compressed biaxially. Line thickness is proportional to the normal force.

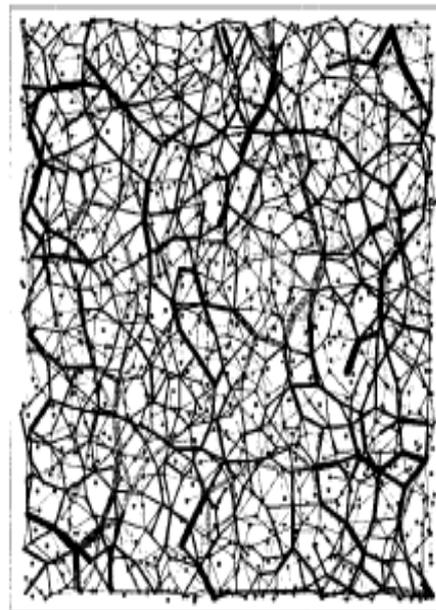


FIG. 4. Normal forces in a thin layer inside a 3D packing at static equilibrium. Line thickness is proportional to the normal force. The gray level corresponds to the field depth. Filled circles are particle centers.

Figure 8 [64]: Forces normales dans un assemblage de 4000 particules comprimées biaxialement (à gauche) et à l'équilibre (à droite). Les épaisseurs des traits sont proportionnelles à la force normale.

## B. Cas particulier des milieux granulaires cohésifs

De nombreux milieux granulaires, dont les sols, mettent en jeu des particules qui interagissent entre elles par l'intermédiaire de forces attractives (forces de Van der Waals, forces électrostatiques, ponts capillaires). Ces forces sont souvent négligeables pour de grosses particules, mais peuvent jouer un rôle majeur dans le cas de particules de faibles tailles. Bien que la cohésion soit souvent prise en considération dans le comportement macroscopique des matériaux granulaires, les aspects microscopiques ont fait l'objet de peu d'études. Une meilleure compréhension de ces milieux passe d'abord par une bonne description de la répartition des forces intergranulaires. Comment la cohésion entre grains influence-t-elle sur les réseaux de forces intenses et faibles observés dans les milieux granulaires non cohésifs ? Comment se déforme un tel matériau ? Comment apparaissent les fissures dans ces milieux, comment se localisent-elles, se propagent-elles, et quels sont les critères de rupture ?

La cohésion peut être générée par la présence d'eau liquide ou de vapeur d'eau qui se condense. Dans les sols, la capillarité est un phénomène majeur de cohésion dans le cas de faibles teneurs en eau, correspondant à la présence d'une phase liquide discontinue, matérialisée par des ponts liquides. La force de cohésion par capillarité entre les grains résulte de deux mécanismes : la tension superficielle de l'eau et la différence de pressions entre l'eau du pont liquide et l'air présent dans l'espace poral, ce qui génère une action attractive entre les grains [73] [77].

Des expériences et des modélisations (par Particule Dynamics par exemple) étudient l'effet de l'ajout de petites quantités d'eau [67][68][69][70] [120] ou l'effet de la vapeur d'eau condensable [71][72] sur le comportement de milieux granulaires, en étudiant par exemple l'angle de repos d'un tas [74], l'angle d'avalanche [76][77] ou la ségrégation de milieux granulaires en fonction de la quantité de liquide, de sa viscosité ou de la taille [78] et de la rugosité [81] des particules, ou encore de la distance entre grains [80]. Certains [79] ont modélisé la contrainte, la force de traction et la force de cisaillement en fonction de la rugosité de la surface des particules. D'autres [75] ont tenté de lier la cohésion microscopique et la cohésion macroscopique et ont montré l'importance de la rugosité de surface.

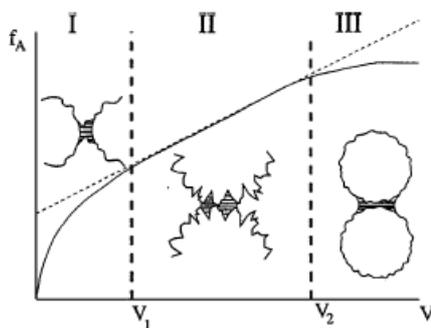


FIG. 2. The behavior of the adhesive force between two rough, "spherical" particles. The three regimes of the force vs volume of the wetting layer are I, asperity regime; II, roughness regime; and III, spherical regime. The insets show the extent of the wetting region typical of each regime.

Figure 9 [75] : Comportement de la force adhésive entre deux particules sphériques rugueuses. Les trois régimes de la force vs volume de la couche mouillante sont : I régime d'aspérité, II régime de rugosité, III régime sphérique.

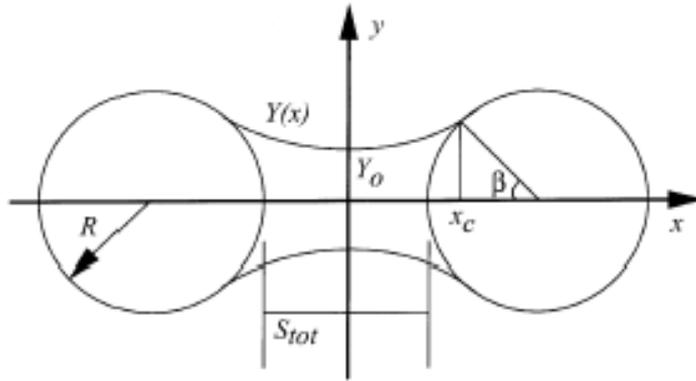


Fig. 1. A symmetric liquid bridge. In this paper, cohesive forces are assumed to arise due to interstitial liquid (both surface tension and pressure forces). Solving the Laplace-Young equation for the bridge neck,  $Y$ , allows calculation of these forces.

#### Figure 10 [77] : Un pont liquide symétrique

La cohésion peut également être liée à l'attraction de Van Der Waals, dans le cas de particules de petits diamètres, comme les poudres [82] [83] [85].

Le travail de Preechawuttipong et al. [87][88][89][90] sur le comportement d'un milieu granulaire cohésif simulé numériquement par dynamique moléculaire met l'accent sur les aspects microscopiques, l'influence de la cohésion sur les réseaux d'effort et sur la texture du matériau. Les résultats suggèrent, comme dans le cas de milieux granulaires non cohésifs, l'existence de deux régimes : l'un, en cohésion faible où le réarrangement des réseaux des contacts prédomine, et l'autre, pour des cohésions fortes, où le phénomène principal est un réarrangement du réseau d'effort.

La modélisation du comportement mécanique et de la rupture de milieux granulaires avec cohésion est également réalisée [91] sur un milieu modèle constitué de cylindres d'aluminium et de joints de colle jouant le rôle de points de cohésion. Le comportement mécanique du point de cohésion est étudié expérimentalement par des essais de traction, compression, cisaillement et application d'un couple. Les résultats sont introduits dans un code de calcul basé sur une méthode d'éléments discrets étendue au cas cohésif. La validation porte sur des essais de compression d'échantillons macroscopiques. La concordance est bonne entre simulation et expérience au niveau du comportement mécanique et des faciès de rupture.

Dans un autre cas [92], un modèle à 2 dimensions d'une assemblée de grains, représentant un solide hétérogène au comportement frottant et cohésif, est composé de polygones convexes liés entre eux par des poutres élastiques simulant la cohésion. En variant les paramètres, le comportement passe de celui d'un solide continu à celui d'un milieu granulaire sec. Une simulation de compression uni-axiale quasi-statique est effectuée en conditions frottées et non frottées. On reproduit ci-dessous la simulation de l'état d'endommagement et des fractures microscopiques. On observe que sans frottement aux interfaces (figure de droite), le mode de rupture est un plan de cisaillement mais avec frottement (figure de gauche), le mode de rupture est en forme de cône.

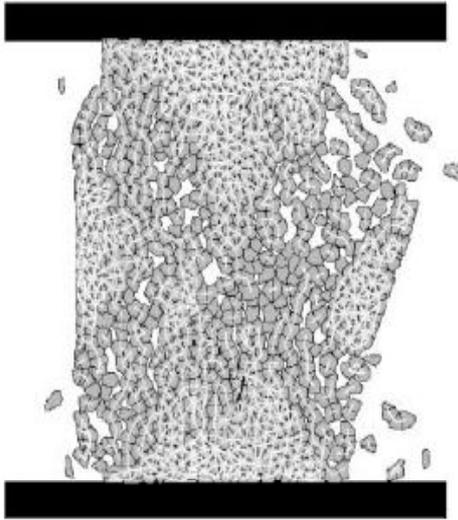


Fig. 14. Fractured state of specimens with lateral restraint – case (a)

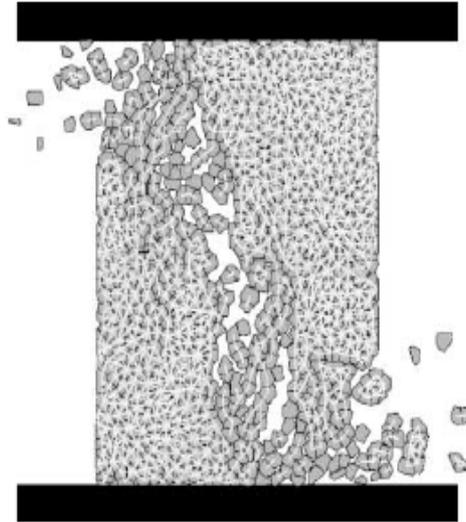


Fig. 15. Fractured state of specimens without lateral restraint – case (b)

Figure 11 [92] : Simulations de rupture avec (gauche) et sans (droite) freinage

En conclusion, les systèmes étudiés dans le cadre des expériences ou des modélisations des matériaux granulaires sont morphologiquement (sphères) et statistiquement (mono-dispersées) simples. Dans la réalité, les grains composant un sol ont une granulométrie beaucoup plus étendue (depuis les argiles jusqu'au graviers) et les argiles sont structurées en plaquettes. Le travail sur les milieux granulaires est toutefois en pleine expansion et on peut prédire que des systèmes de plus en plus complexes seront étudiés.

### III. Elaboration d'éprouvettes de terre

#### A. Généralités

La texture et les propriétés mécaniques du matériau sont fortement influencées par le mode de fabrication du matériau (composition, mise en place, compactage, séchage) [15][16][17][18][19].

Le matériau terre est mis en œuvre sur le terrain principalement de deux manières : par compactage et par moulage [14]. Le mode d'élaboration est lié à la quantité d'argile dans le matériau. La teneur en eau utilisée dans le domaine de la construction permet de définir l'état sec (5-20%) et l'état humide (légèrement inférieur à limite de liquidité, soit 25-35%).

Le **moulage** est utilisé dans le cas des adobes (briques de terre moulées et séchées), lorsque la quantité d'argile est élevée. Dans ce cas, une forte teneur en eau (avoisinant les 25%) est nécessaire lors de l'élaboration. On réalise des moulages lorsque l'on désire tester la résistance mécanique de mortier de terre.

Le **compactage** est l'ensemble des opérations mécaniques qui conduisent à accroître la densité en place d'un sol. Cette action augmente la compacité du sol, resserre la texture du matériau, réduit la quantité de vides et augmente les contacts entre particules. Lors d'essais en laboratoire, la préparation par compactage reste une étape importante qu'il convient de contrôler au mieux afin de quantifier son influence sur le comportement du matériau au cours de l'essai mécanique proprement dit. On cherche à obtenir des éprouvettes représentatives, homogènes, à densité contrôlée, isotropes et sans gros défauts. La maîtrise de la densité d'un échantillon granulaire de laboratoire est liée au procédé de fabrication (type et taux de compactage). Le compactage, utilisé pour les matériaux à faible teneur en argile, peut être statique (fabrication de Blocs de Terre Comprimée ou B.T.C.) ou dynamique (murs en pisé) et ne nécessite pas beaucoup d'eau lors de l'élaboration (entre 5 et 20% selon le type et la force de compactage).

Le **compactage dynamique** en laboratoire peut être effectué par compactage Proctor, par table à chocs ou encore par vibrations sur table vibrante. Dans le cas d'un essai Proctor, plus l'énergie de compactage est élevée, moins on a besoin d'eau pour obtenir une densité élevée. David Gélard réalise ses éprouvettes par compactage dynamique sur table à chocs. D.E. Montgomery [15] a mis en place un nouveau procédé de compactage dynamique par impacts de blocs avec ciment. Il a réalisé des éprouvettes cylindriques par compactage statique et dynamique afin de les comparer puis a fabriqué une presse à compactage dynamique par impact.

Le **compactage statique** en laboratoire, dont l'efficacité augmente avec la teneur en argile, peut être effectué grâce à l'oedomètre ou une presse à BTC. Le laboratoire Géomatériaux de l'ENTPE [103] utilise un dispositif particulier de compactage statique pour fabriquer des éprouvettes de terre. Il s'agit d'un moulage sous pression en compression statique oedométrique à double poussée.

Olivier (1994) [106] a réalisé une brève étude sur la comparaison de la densité sèche et de la résistance à la compression selon le mode de compactage (compactage statique selon la procédure de l'ENTPE, compactage dynamique par martèlement, compactage dynamique par vibro-compression) a été réalisée. La vibro-compression est réalisée avec une pression de 3 bars et une fréquence de vibrations de 150 Hz environ. Dans le cas de la vibro-compression, la teneur en eau de fabrication influe beaucoup moins sur la densité sèche et sur la résistance à la compression.

## ***B. Modélisation des phénomènes mis en jeu lors de l'élaboration***

### **Mélange et ségrégation**

Ottino, Khakhar et al. (2000-2001) [20] [21] ont étudié des mélanges de grains cohésifs (cohésion capillaire) et la ségrégation dans des tambours par simulation discrète (Particle Dynamics) et continue (simulation de Lagrange).

### **Compactage par vibrations**

McGlinchey et al. (1997) [22] ont étudié le compactage par vibrations verticales et compression de matériaux cohésifs, en l'occurrence sur des échantillons cylindriques de sable humides. Asmar et al. (2004) [23] ont utilisé la simulation numérique discrète (DEM) pour la modélisation de cette expérimentation en considérant des forces de contacts (forces élastiques, de cohésion, de friction et d'amortissement) et les forces extérieures qui agissent sur les particules.

### **Compactage par compactage statique**

Gioia et al. (2002) [24] ont étudié la densification d'agrégats de poudres par réarrangement de particules

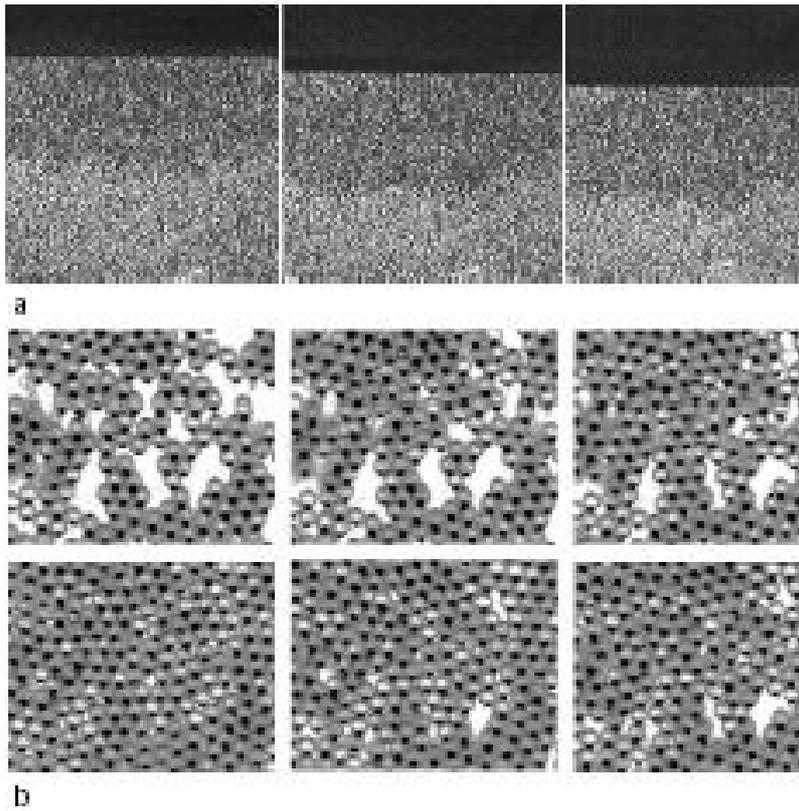


Figure 12 [24] : Trois étapes (en haut) et six étapes (en bas) dans le sens chronologique durant la densification d'un milieu granulaire.

Ngadi et al. (1998) [25] ont mesuré des fluctuations de la force nécessaire pour comprimer un empilement granulaire en 2D, en fonction de la taille et de la masse des grains et du mode de remplissage.

Kadau et al. (2003) [26] ont modélisé le compactage de poudres cohésives par la méthode de Contact Dynamics.

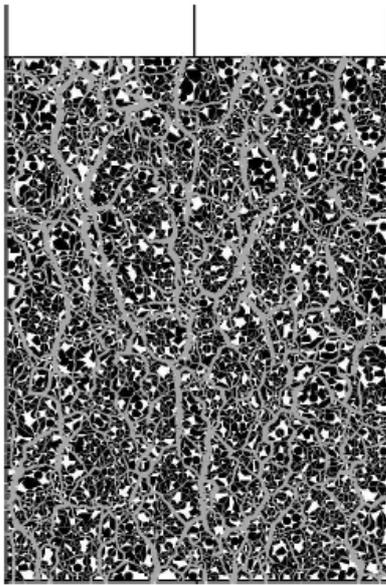


FIG. 14. Final configuration after compaction with friction coefficient  $\mu = 0.5$  for a mixed system of convex polygons and discs.

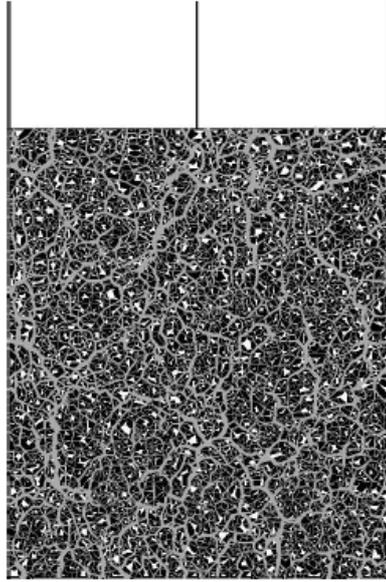


FIG. 15. Final configuration after compaction without Coulomb friction for a mixed system of convex polygons and discs. The system ends in a less porous structure as after compaction with Coulomb friction.

Figure 13 [26] : Configuration finale après compactage avec un coefficient de frottement égal à 0.5 (gauche) et sans frottement (droite) pour un mélange de polygones convexes et de disques

## IV. Caractérisation mécanique

### *A. Terre comme matériau de construction*

Les publications concernant le matériau terre sont peu nombreuses. Une seule norme française AFNOR, récente, traite du matériau terre [94] dans son utilisation en blocs de terre comprimée pour murs et cloisons. Les publications qui suivent concernent différents types d'essais mécaniques réalisés sur le matériau, qu'il soit stabilisé ou non par de la chaux ou du ciment, mais les cas concernant des matériaux composites avec adjonction de fibres ne sont pas cités ici.

En génie civil, on se contente couramment de caractériser le comportement des matériaux de construction par une simple valeur de contrainte à la rupture en compression [93]. C'est aussi le cas pour le matériau terre. Il n'existe quasiment pas d'étude du comportement mécanique de la terre. Seul le LPEE de Casablanca a tenté d'établir une loi de comportement [98] (voir ci-dessous).

Les tests classiques concernant les matériaux de construction dans leur ensemble restent assez sommaires et permettent d'avoir simplement accès à des valeurs qui peuvent être utilisées ensuite pour du contrôle, pour comparer les matériaux entre eux et effectuer un classement. Elles ne permettent pas d'appréhender le comportement du matériau et les tests ne peuvent déboucher que sur une connaissance et une compréhension partielle des phénomènes mis en jeu. On peut s'interroger quant à l'utilité d'une simple valeur de contrainte à rupture. Selon le critère choisi (déformation maximale, contrainte maximale), un matériau peut constituer le meilleur choix dans un cas mais pas dans l'autre.

Les essais mécaniques servent d'une part à déterminer les caractéristiques intrinsèques du matériau lorsqu'il est soumis à des sollicitations (résistance, déformation élastique, module élastique, ténacité, etc.) et d'autre part à déterminer sa loi de comportement (évolution de la déformation en fonction de la charge appliquée, mode d'endommagement).

Le laboratoire Géomatériaux de l'ENTPE [95][104][105][106], le LPEE de Casablanca [97][98][99][100][102], et P.J. Walker [108][110][113] ont réalisé des essais de compression uniaxiale sur des cylindres pour tester des blocs de terre comprimée et des mortiers, avec ou sans ciment.

Hakimi et al. [98] ont testé en compression uniaxiale des éprouvettes cylindriques (120mm\*80mm) de terre additionnée de 4% de ciment, en utilisant un système d'anti-fretage (Néoprène et Téflon) et avec une vitesse de déplacement de la traverse de 0.02mm/s. Les courbes contrainte-déformation obtenues comportent 3 phases : induction (arrangement des grains et déformations du Néoprène), élasticité, endommagement (microfissuration) jusqu'à la rupture. Un modèle non linéaire du comportement mécanique d'un bloc de terre est proposé. Les points expérimentaux sont comparés à la courbe théorique contrainte-déformation. On peut, à partir de là, estimer la résistance à la compression, le module élastique, la déformation maximale et la rupture.

Le laboratoire Géomatériaux de l'ENTPE [101][105], le LPEE de Casablanca [102], P.J. Walker [108] [110] [113], ainsi qu'une équipe d'Inde [107] [111] [112] [114] [115] et d'autres [109] [116] ont réalisé des essais de compression uniaxiale sur des prismes pour tester directement des Briques de Terre Comprimée ou des assemblages de deux demi-blocs avec mortier.

D'autres essais ont été réalisés comme des essais de traction directe (ENTPE [106]), des essais brésiliens (en compression diamétrale) (ENTPE [95] [101] [105] [106] et LPEE [102] sur des cylindres, des blocs ou des demi-blocs), des essais de flexion (ENTPE [96][105][110]).

Morel et P'kla [96][105] ont réalisé une modélisation permettant d'obtenir la résistance à la compression de Briques de Terre Comprimée à partir de la résistance en flexion.

Kerali (2001) [109] a fabriqué des BTC stabilisés au ciment à partir d'un sol reconstitué et composé d'un mélange de sable et de kaolinite. Des éprouvettes cubiques ont ensuite été découpées pour l'essai de compression.

Les résultats d'essais mécaniques de tous ces documents concernent généralement uniquement des valeurs de contrainte maximale et de module élastique. Les seuls documents relatifs à une analyse du comportement mécanique sont sommaires et n'utilisent que l'allure générale de la courbe contrainte-déformation.

## ***B. Sols et autres matériaux quasi-fragiles***

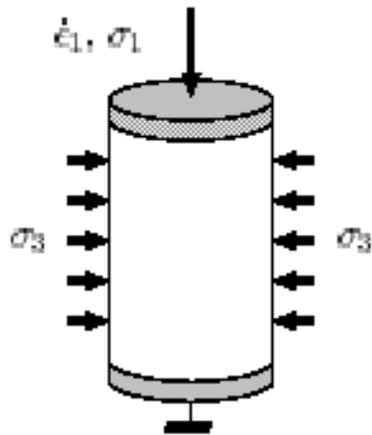
Etant donné le peu de résultats concernant le comportement mécanique de la terre comme matériau de construction, on s'intéresse au comportement des sols. Mais les essais classiquement utilisés en mécanique des sols sont différents des essais réalisés dans le domaine des matériaux de construction. Nous présentons ici brièvement les essais concernant les sols.

Le sol est un milieu cohésif et frottant ('cohesive-frictional material'). On le classe dans le groupe des géomatériaux, dont font partie les milieux poreux non saturés comme les roches ou les bétons. Nous présentons donc dans une deuxième partie les principaux types de comportement observés sur les sols ainsi que ceux observés sur les matériaux quasi-fragiles, qui regroupent les sols, les roches ou encore les bétons.

### **1) Essais classiques en mécanique des sols**

L'étude du comportement des matériaux de sol en régime quasi-statique est couramment réalisée par le biais d'essais de laboratoire spécifiques à ce domaine d'étude.

**L'essai triaxial** de révolution consiste à soumettre une éprouvette cylindrique, saturée en eau ou parfaitement sèche, à un état de contrainte homogène et constant (ou contrainte de confinement) et à une contrainte axiale (ou verticale) appliquée par l'intermédiaire d'un piston.



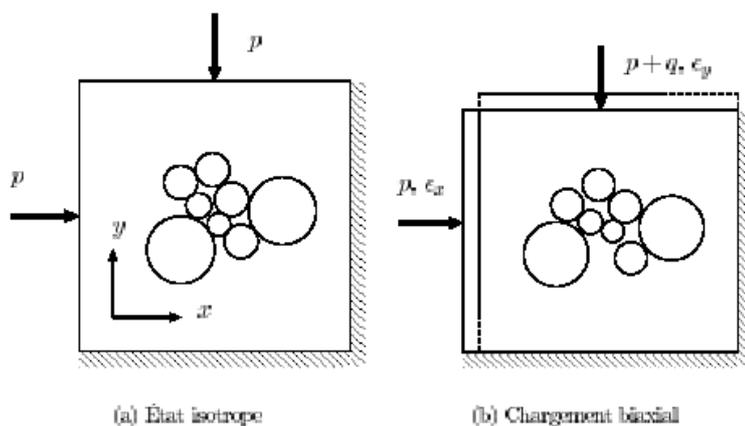
(a) Schéma de principe.

Figure 14 : Essai triaxial

L'échantillon est entouré d'une poche plastique hermétique (membrane), fermée en ses deux extrémités par les pistons, et placé dans une cellule remplie d'eau. On fait croître la contrainte axiale en imposant une vitesse de déformation constante jusqu'à la rupture de l'éprouvette, la contrainte de confinement restant constante. L'essai triaxial est dit drainé lorsque les mouvements d'eau entre l'échantillon de sol et l'extérieur de l'enceinte triaxiale sont possibles. Les essais triaxiaux en milieu non saturé et non complètement sec sont rares.

### L'essai biaxial

La compression biaxiale à contraintes contrôlées consiste à appliquer un déviateur, résultant d'une série d'incrément, tout en gardant une pression de confinement constante.



(a) État isotrope

(b) Chargement biaxial

Figure 15 : Essai biaxial

### L'essai de cisaillement rectiligne

La boîte de cisaillement ou de Casagrande est constituée de deux demi-coquilles sur lesquelles on exerce, perpendiculairement au plan de jonction des deux demi-coquilles, une pression. L'échantillon subit une compaction, c'est à dire qu'il perd une certaine proportion d'eau. L'une des deux coquilles étant fixe, on exerce alors une pression latérale, tendant à faire

glisser l'autre parallèlement à leur séparation. En augmentant progressivement cette contrainte, on constate que la résistance de l'échantillon croît, passe par un maximum, puis décroît jusqu'au moment où se produit la rupture. L'expérience est renouvelée plusieurs fois avec des valeurs diverses de pression perpendiculaire. On détermine alors la courbe intrinsèque caractéristique de l'échantillon. Ces deux paramètres entrent dans une équation de droite dite de Coulomb dont la pente est  $\tan \alpha$ , où  $\alpha$  est l'angle de frottement interne de l'échantillon et l'ordonnée à l'origine  $c$ , la cohésion.

### **L'essai oedométrique**

Un échantillon de sol est placé dans une cellule cylindrique rigide (oedomètre) de section circulaire entre deux pierres poreuses assurant son drainage. Un piston permet d'appliquer sur l'échantillon une contrainte verticale uniforme constante pendant un temps déterminé. La hauteur de l'échantillon évolue sous le chargement axial et selon la cinétique de drainage (perméabilité du milieu). Le processus de l'essai comprend trois phases :

- une phase de saturation au cours de laquelle tout gonflement de l'échantillon est empêché
- une phase de chargement au cours de laquelle est appliquée, par paliers, une contrainte dont la valeur croît d'un palier à l'autre
- une phase de déchargement au cours de laquelle la contrainte est ramenée à une valeur nulle en passant par deux paliers intermédiaires de 24 heures

Tous les paliers de chargement, y compris sous une charge nulle, doivent être maintenus pendant une durée au moins égale à 24 heures. A partir de cet essai, on peut établir des courbes de compressibilité / tassement (indice des vides en fonction de la contrainte) et de consolidation (variation relative de tassement en fonction du logarithme du temps).

### **Les essais de compactage**

Ils ont pour but d'étudier l'influence de la teneur en eau d'un échantillon de sol sur le poids volumique sec de cet échantillon soumis à une énergie de compactage déterminée. Le principe consiste à compacter avec une énergie définie un échantillon de sol remanié dans un moule normalisé cylindrique et à mesurer le poids volumique sec obtenu. L'essai est recommencé pour différentes teneurs en eau. Il existe deux types d'essai d'usage courant : l'essai Proctor Normal et l'essai Proctor Modifié. Ils diffèrent par l'énergie de compactage mise en œuvre. Le compactage de l'échantillon qui ne doit pas contenir d'éléments supérieurs à 20 mm se fait par couches grâce à la chute d'une dame sous conditions normalisées (masse de la dame, hauteur de chute, nombre de coups). Les résultats se présentent sous la forme d'une courbe (en abscisse, la teneur en eau et en ordonnée, le poids volumique sec). Cette courbe a un maximum dit "Optimum Proctor" normal ou modifié selon la nature de l'essai. Ce maximum définit la teneur en eau et le poids volumique maximal.

## **2) Comportement des sols et des matériaux quasi-fragiles**

Les sols ont en commun de nombreuses caractéristiques physiques : ce sont des matériaux fortement hétérogènes, à base granulaire naturelle. Ces matériaux sont élastiques pour une contrainte faible et deviennent plastiques lorsque la contrainte devient plus forte. Le matériau subit alors des modifications irréversibles dans sa structure. On observe également une dissymétrie de comportement entre compression et traction et un phénomène de dilatance. Avant rupture, il apparaît une localisation des déformations. Lors de la rupture, le matériau devient fragile.

D'autre part, on nomme quasi-fragiles des matériaux comme le béton, les roches ou les céramiques. Ces matériaux sont marqués par une hétérogénéité constitutive et leur rupture, fragile à l'échelle microscopique, engendre des micromécanismes structuraux (frottement...) qui donnent, à l'échelle macroscopique du volume représentatif, un comportement dit quasi-fragile qu'a du mal à décrire la mécanique de la rupture classique.

L'essai de cisaillement permet d'obtenir des valeurs de cohésion. En effet, pour les sols secs ou saturés, le critère de rupture le plus utilisé est celui de Mohr-Coulomb. Il définit une relation linéaire entre les composantes  $\tau$  et  $\sigma$  de la contrainte s'exerçant sur la facette de rupture au sein du matériau, telle que :

$$\tau = C + \sigma \operatorname{tg}\varphi$$

C est la cohésion et  $\varphi$  est l'angle de frottement interne. Le coefficient de variation de la cohésion ainsi définie est l'une des valeurs les plus grandes relevée pour les paramètres géotechniques.

Des lois de comportement existent afin de modéliser le comportement des sols ou des matériaux quasi-fragiles [117][118][119][121]. Nous en présentons quelques-unes ici.

La modélisation la plus utilisée est la théorie de l'élasto-plasticité qui décrit le développement des déformations irréversibles. Le développement de déformations plastiques est dû à de multiples phénomènes tels que le glissement relatif entre les grains et le long des microfissures, l'activation et la création de microfissures, l'effondrement de l'espace poreux et la rupture des grains. Le glissement entre les grains étant un concept relié au frottement et à la cohésion du matériau, de nombreux critères de plasticité en mécanique des roches tels que le critère de Mohr-Coulomb ou Drucker-Prager s'inspirent de ce concept. Cette théorie peut également prendre en compte les phénomènes d'écrouissage et d'adoucissement. Pour les lois les plus courantes, les paramètres sont le module de déformation, le coefficient de Poisson, la cohésion, les angles de frottement, la dilatance.

La théorie de l'endommagement est un outil d'interprétation du comportement élastique non linéaire des matériaux quasi-fragiles. C'est un moyen de modéliser le comportement d'un matériau intermédiaire entre la mécanique des milieux continus et la mécanique de la rupture. La mécanique des milieux continus considère le milieu comme homogène et continu, négligeant les défauts à l'échelle de la microstructure. La mécanique de la rupture considère au contraire la présence d'un défaut microscopique, considéré comme une frontière libre du corps. Classiquement, la mécanique de l'endommagement stipule que la non linéarité du comportement macroscopique d'un matériau et la dégradation progressive des propriétés mécaniques est due à la création et à la croissance de défauts au sein du matériau sous sollicitations. Le caractère orienté de ces défauts induit non seulement un comportement anisotrope, mais aussi un ensemble de phénomènes tels que l'apparition de déformations irréversibles, une dissymétrie des seuils en traction et en compression, une dilatance volumique, etc.

Enfin, des couplages sont souvent réalisés afin de modéliser plus finement certains comportements. Des modèles associant l'élasticité linéaire ou non linéaire, la plasticité, la viscosité, l'endommagement, l'écrouissage, etc. peuvent être utilisés. On peut également associer le comportement thermique et/ou hydrique au comportement mécanique des milieux poreux saturés et partiellement saturés (poro-élasticité, poro-plasticité, etc.).

## C. Sols argileux et argiles

Les propriétés des sols argileux ne répondent pas aux modèles classiques couramment utilisés pour prévoir le comportement des sols. Cela tient aux propriétés spécifiques des argiles, milieux très déformables, et à leur réactivité avec l'eau. L'étude des sols argileux porte donc plus généralement sur la rhéologie, l'hydrologie et la thermique en étudiant par exemple les changements de volume, la rétention d'eau ou encore la conductivité hydraulique de ces matériaux et en utilisant des paramètres comme la pression de succion, le confinement, le gonflement ou la consolidation [122][123][124][125][126][127][128][129][130][131].

Notons que quelques auteurs ont étudié des mélanges artificiels de sable et d'argile [132].

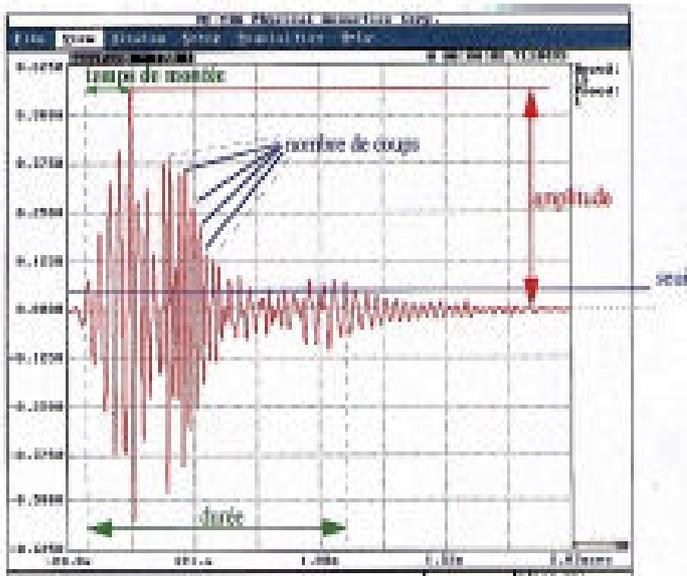
Attou et al. (1996-1998) [133][134], en étudiant des agrégats séchés à l'air et des pâtes saturées d'eau, ont mis en évidence la présence d'un revêtement argileux sur les grains du squelette et de cloisons argileuses dans la porosité inter-grains. Al-Shayea (1999) [135] a déterminé, à partir d'échantillons sable-argile préparés selon le test de compactage Proctor, les limites d'Atterberg, les paramètres mécaniques (frottement et cohésion) grâce aux essais triaxiaux consolidés-drainés, la conductivité hydraulique et le potentiel de gonflement en fonction de la quantité d'argile et de la teneur en eau. Ces essais montrent l'influence dominante de la fraction argileuse, même en faible quantité, sur le comportement d'un sol.

## V. Emission Acoustique

On retrouve dans la famille des essais non destructifs une catégorie de techniques basées sur l'écoute de l'émission acoustique générée lorsqu'un matériau libère de l'énergie brusquement sous l'effet d'une contrainte par exemple. Le signal d'émission acoustique est un signal électrique produit par un capteur en réponse à une onde d'émission acoustique.

### A. Principes

Selon l'AFNOR (norme NFA 09350), "le phénomène d'émission acoustique correspond à un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires résultant des microdéplacements locaux internes au sein d'un matériau soumis à sollicitation". Lorsqu'un matériau est sollicité, une partie de l'énergie emmagasinée est dissipée créant des microdéplacements de matière dont une fraction se retrouve sous la forme d'ondes élastiques.



#### Caractéristiques d'un signal

- Seuil
- Temps d'arrivée
- Durée du signal
- Temps de la montée
- Nombre de coups pendant la montée
- Fréquence moyenne
- Amplitude
- Nombre de coups
- Energie
- Tension efficace

Figure 16 : Caractéristiques du signal d'EA

D'une manière schématique le déroulement d'une analyse d'émission acoustique est composé de plusieurs phases. Il se produit en un point quelconque de la structure un événement physique de relâchement d'énergie élastique stockée qui entraîne un changement local et rapide du champ de contrainte. Ce changement local, essentiellement fonction de la source, se propage dans la structure et se modifie par interaction avec le matériau (inhomogénéité, inclusion...) et la géométrie de la structure (réflexion, conversions du mode). Plusieurs facteurs influent sur l'activité acoustique d'un matériau parmi lesquels l'anisotropie du matériau, l'hétérogénéité, la présence de défaut évolutif, les microfissurations, les frictions intergranulaires, etc. La perturbation mécanique ainsi créée, atteint le capteur qui la transforme en signal électrique. Le signal électrique est ensuite amplifié, conditionné et traité pour permettre la visualisation de différentes caractéristiques.

La forme de ce signal dépendra du mécanisme qui a créé l'onde acoustique, des propriétés du matériau dans lequel l'onde se propage, de la distance de propagation et du capteur qui transforme l'onde en signal électrique. En émission acoustique, l'opérateur n'a pas de contrôle sur les mécanismes d'émission mais peut seulement soumettre le matériau à des contraintes extérieures qui vont engendrer les mécanismes d'émission acoustique. Deux types d'émission peuvent être générés, les émissions par salves ou émission acoustique de type discrète et les émissions continues (Figure 17), l'émission continue étant une suite rapide d'émission par salves. L'amplitude de l'émission continue est généralement plus faible que celle de l'émission par salves.

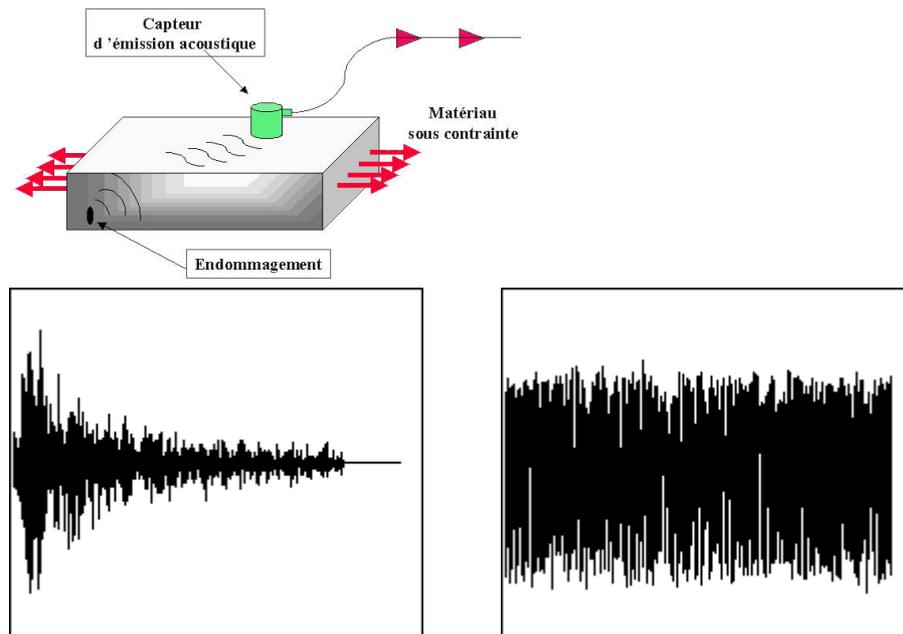


Figure 17 : Exemple d'émission par salves (gauche) et d'émission continue (droite)

## **B. Capteurs et couplants**

Un capteur génère un signal électrique quand il est stimulé par une onde acoustique. La relation exacte entre le signal électrique et l'onde acoustique dépend des caractéristiques du capteur et de l'onde. Un capteur idéal produit une courbe tension/temps identique à la courbe amplitude/temps de l'onde au point où se trouve le capteur. Cependant, la plupart des capteurs ne fonctionnent correctement que pour certaines bandes de fréquence et pour certains types d'ondes. Les signaux d'émission acoustique mettant en œuvre une large gamme de fréquences et différents types d'ondes, le choix d'un capteur n'est généralement pas critique pour détecter l'émission acoustique.

Les capteurs d'émission acoustique utilisent différentes technologies mais les plus utilisés sont les capteurs piézoélectriques. La piézoélectricité est la capacité d'un matériau à se polariser quand il est soumis à une contrainte. Les premiers capteurs piézoélectriques étaient constitués d'un simple cristal, le plus courant étant le cristal de quartz. Depuis, la plupart des capteurs sont fabriqués à partir de céramiques ferroélectriques.

Lorsque le capteur est posé directement en contact avec la surface du matériau, le contact est très mauvais et le signal fourni par le capteur est très faible. Si on met une fine couche de fluide entre le capteur et le matériau, on obtient un signal beaucoup plus intense. Physiquement, ceci s'explique si on considère l'onde acoustique comme une onde de pression transmise entre deux surfaces en contact. D'un point de vue microscopique les deux surfaces sont considérées comme très grossières et il n'y a que quelques points de contact entre les deux surfaces. La contrainte est une force par unité de surface et dans ce cas la surface transmettant la force est très faible. Si les interstices microscopiques sont remplis avec un fluide, la pression sera transmise uniformément entre les deux surfaces. En général un couplant permet d'avoir une augmentation du signal de 30 dB par rapport au signal obtenu sans couplant. La solution la plus pratique est d'utiliser un couplant fluide qui mouille les deux surfaces, le capteur devant être maintenu en place sur l'échantillon par un système de fixation (magnétique, mécanique...).

### C. Caractéristiques du signal

Un exemple de courbe tension/temps d'un signal d'émission acoustique est représenté Figure 18, elle représente une salve d'émission acoustique. Le seuil est le niveau qui permet à l'appareil d'EA de faire la différence entre le bruit de fond et le signal réel, il peut être exprimé en dB ou en volt. Les différents paramètres exploitables sont représentés sur cette figure.

- Le nombre de coups est le nombre de fois où la salve d'EA franchit le seuil.
- L'amplitude est la valeur maximale atteinte par la salve, exprimée en dB.
- La durée est le temps entre le premier et le dernier dépassement de seuil.
- Le temps de montée est le temps entre le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale.

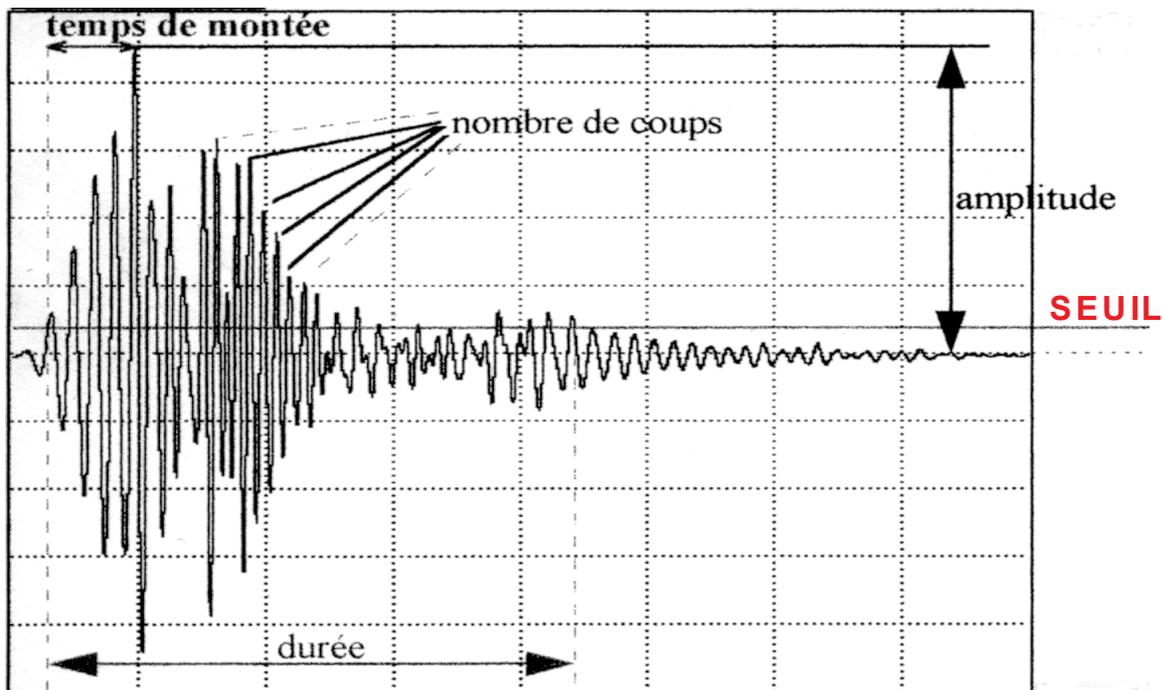


Figure 18 : Courbe tension/temps d'un signal d'EA, caractéristiques habituellement mesurées sur une salve d'émission acoustique

D'autres paramètres sont aussi étudiés comme la fréquence du signal ou l'énergie calculée à partir de l'aire sous la courbe. Tous ces paramètres, sauf l'amplitude, sont fortement dépendants de la valeur du seuil, il devra donc être choisi avec soin.

### **D. Effet Kaiser**

L'effet Kaiser [136] représente la capacité d'un matériau hétérogène à garder et reproduire des informations sur les contraintes qu'il a subies dans le passé (Figure 19). Cet effet peut être observé lors de l'application de sollicitations cycliques sur un matériau avec augmentation de la charge à chaque cycle. On a alors, pour chaque cycle, réapparition de l'EA pour des charges supérieures à la charge maximale du cycle précédent.

Dans le cas où la reprise d'EA a lieu avant cette charge, on définit le rapport Felicity qui est le rapport entre la charge où l'EA a reprise et la charge maximale précédemment atteinte. Plus le rapport Felicity diminue et plus le matériau est endommagé.

Le comportement sous sollicitations cycliques par cyclage incrémental nous donne donc des informations par le biais de l'effet Kaiser sur l'endommagement du matériau et son évolution par le biais du calcul du rapport Felicity.

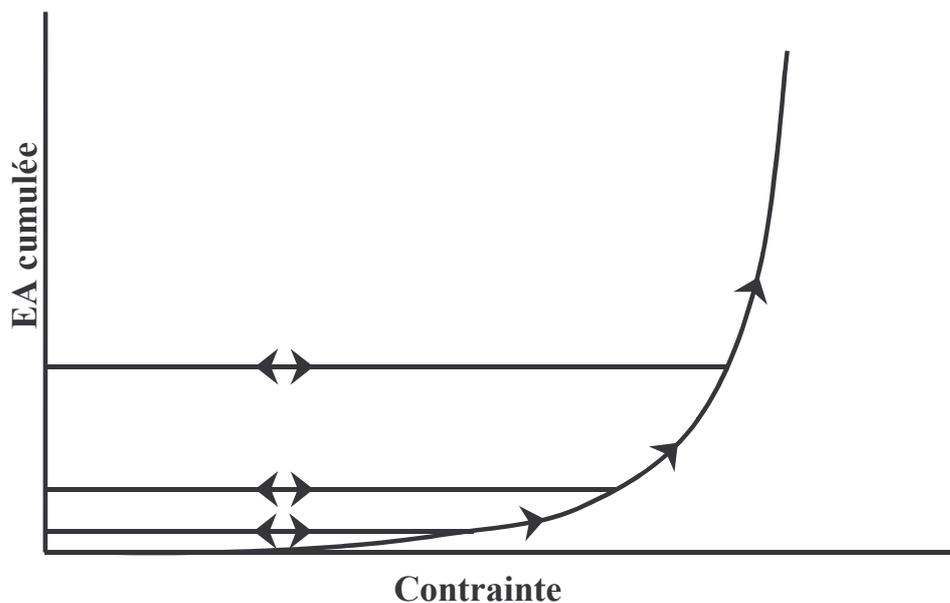


Figure 19 : Effet Kaiser sur un matériau cyclé 4 fois.

### **E. Utilisation et phénomènes liés à l'Emission Acoustique**

L'EA renseigne à différents degrés sur l'intégrité du matériau et sur l'état de contrainte au moment de l'émission [141]. Elle est utilisée pour la détection de défauts, la caractérisation des mécanismes d'endommagement des matériaux, la prévision des ruptures. Les domaines d'application sont nombreux (bétons, roches, métaux, céramiques, sols, etc.), ainsi que

l'échelle à laquelle elle peut être appliquée (éprouvettes de laboratoire ou mesures in situ sur des structures ou infrastructures en grandeur réelle).

Notre matériau est un matériau granulaire qui présente un comportement quasi-fragile et s'endommage souvent de manière diffuse. Dans ce cas, les différents mécanismes à l'origine de l'émission acoustique peuvent être l'ouverture ou l'écrasement de pores et de microfissures dans la matrice argileuse ou à l'interface matrice-grains, la création et la propagation de ces microfissures et de macrofissures, le déplacement, le réarrangement, l'écrasement et la rupture de grains ou la friction entre grains, ou encore la déformation plastique.

Des études ont été réalisées sur des matériaux granulaires [137] ou quasi-fragiles [138][139][140]. Différentes études d'émission acoustique concernent les sols. Certains [138] ont observé que, dans le cas de matériaux fragiles, les matériaux plus poreux ou plus fissurés généraient plus d'EA que les matériaux moins poreux et moins fissurés au même pourcentage de la contrainte maximale. Dans les poudres, l'EA liée à la déformation plastique est souvent de faible intensité et de faible amplitude [137].

La méthode la plus simple de traitement des données d'émission acoustique consiste à suivre l'évolution de différents paramètres comme le nombre de coups, le nombre de salves, l'amplitude en fonction du temps ou d'un paramètre mécanique (contrainte, charge, déformation...).

La localisation des événements de l'émission acoustique sert à déterminer la zone où a lieu l'EA. Elle peut se faire en utilisant deux capteurs (localisation linéaire) ou plus. Dans le cas de deux capteurs, l'algorithme de calcul de la localisation reste assez simple. Le logiciel connaît la distance entre les deux capteurs et la vitesse de propagation de l'onde dans le matériau (déterminée préalablement). En fonction des différences de temps d'arrivée de l'onde sur chaque capteur, le logiciel détermine la localisation de la salve d'EA. Par manque de temps, nous n'effectuons pas de localisation sur nos matériaux.

D'autre part, l'émission acoustique nous permet d'avoir un grand nombre d'informations sur chaque événement qu'il n'est pas toujours évident au premier coup d'œil de mettre en relation entre eux. En effet, si l'EA est relativement aisée à mettre en œuvre, la séparation et l'identification des populations de signaux (fréquences, amplitudes, énergies, etc.) propres à chaque mécanisme d'endommagement sont délicates. Les moyens informatiques actuels permettent l'analyse statistique multivariée d'un grand nombre de données pour en extraire différentes familles. Toutefois, nous ne nous intéresserons pas, par manque de temps, au traitement statistique des données d'EA.

Les objectifs de l'EA dans notre cas se limitent donc à l'étude et au suivi de l'endommagement interne du matériau en liaison avec les paramètres mécaniques, tout en essayant de distinguer les différents mécanismes de rupture associés aux différentes étapes de chargements.

Notons qu'à grande échelle, une application intéressante concerne la détection et la prévention des dommages des structures. Les avantages de la méthode sont d'être opérationnelle en continu dans le temps et d'offrir une couverture volumique de la structure. On peut donc, grâce à l'EA, contrôler et suivre le vieillissement des structures, et pourquoi pas des structures en terre.

## VI. Méthodologie

La caractérisation mécanique existante du matériau terre est assez sommaire et permet d'avoir simplement accès à des valeurs qui peuvent être utilisées ensuite pour du contrôle ou pour comparer les matériaux entre eux. Elles ne permettent pas, en général, d'appréhender le comportement du matériau et les tests ne peuvent déboucher que sur une connaissance et une compréhension partielle des phénomènes mis en jeu. On peut en effet s'interroger quant à l'utilité d'une simple valeur de contrainte à rupture car selon le critère retenu (déformation maximale ou résistance à la rupture maximale), un matériau peut constituer le meilleur choix dans un cas mais pas dans l'autre. Il nous a donc semblé nécessaire d'apporter une contribution à la connaissance du comportement mécanique de la terre.

Le but de cette étude est d'étudier le comportement mécanique du matériau et son endommagement en cours de chargement, avec l'objectif de relier ce comportement aux mécanismes de cohésion du matériau terre. Pour cela, nous élaborons et testons en compression uniaxiale des éprouvettes cylindriques composées d'un mélange sable-argile. Les essais mécaniques sont instrumentés avec des capteurs d'émission acoustique qui est une technique non destructive et qui permet d'analyser l'évolution en temps réel de l'endommagement du matériau durant un essai mécanique. Cela permettrait de comprendre plus finement l'ensemble du comportement du matériau, à travers les premiers instants d'endommagement plutôt que seulement la ruine finale. En complément des essais mécaniques, l'observation de la microstructure grâce au Microscope Electronique à Balayage (M.E.B.) et à la porosimétrie au mercure peut nous aider à faire le lien micro-macro. La cohésion est contrôlée par les propriétés du matériau et les conditions environnementales. Dans ce contexte, les paramètres étudiés sont la composition du mélange (teneur en argile) et les conditions de stockage des éprouvettes (taux d'humidité relative).

## ***Chapitre 2 : Matériaux et techniques expérimentales***

Ce chapitre présente les matériaux étudiés ainsi que les techniques expérimentales mises en œuvre pour caractériser leurs propriétés mécaniques. Dans une première partie, nous présentons les constituants de notre mélange, ainsi que la caractérisation physico-chimique de l'argile. Dans une deuxième et troisième partie, nous présentons la mise en place progressive du protocole d'élaboration des éprouvettes et leurs essais de caractérisation. Nous nous demandons dans ces trois parties quels sont les moyens de reproduire en laboratoire un milieu représentatif défini, en accord avec la réalité du matériau terre dans la construction et la conservation. Et enfin les deux dernières parties présentent la mise en place de l'essai mécanique en compression uniaxiale et le dispositif d'Emission Acoustique utilisé.

## I. Matériau-modèle

Les terres 'réelles' disponibles dans la nature et utilisées pour la construction sont extrêmement variables en terme de composition. Choisir l'une ou l'autre de ces terres dans le cadre de notre étude est forcément arbitraire. C'est pourquoi un matériau-modèle a été défini afin de contrôler au mieux ses différentes propriétés et de pouvoir élaborer des éprouvettes identiques plus facilement. Le matériau modèle choisi est composé d'un mélange de sable et d'argile. Les teneurs en argile choisies sont respectivement 5%, 10%, 15% et 25% en masse, ce qui correspond aux valeurs que l'on retrouve généralement dans le matériau utilisé pour la construction.

### A. Sable

Le squelette granulaire est composé d'un mélange de sables d'Hostun, sable standard utilisé en France et à l'étranger ('Hostun RF Sand'). Les sables sont commercialisés par la société 'Silice et Kaolin – SIKA' du groupe 'Sifrac' et présentent plusieurs avantages : pas de concassage, pas de traitement chimique, une pureté en quartz et une distribution granulométrique de 0,04 mm à 5 mm nous permettant de reconstituer n'importe quelle courbe granulométrique en mélangeant les différents sables. Dans notre cas, on effectue un mélange de six classes de sables permettant de reconstituer la courbe granulométrique du sable normalisé CEN 196-1 :

classe de sable	SH24	SH26	SH28	SH32	SH34	SH37
quantité (masse)	13.17%	3.17%	20.13%	36.41%	23.37%	3.75%

La courbe granulométrique obtenue à partir de ce mélange est la suivante :

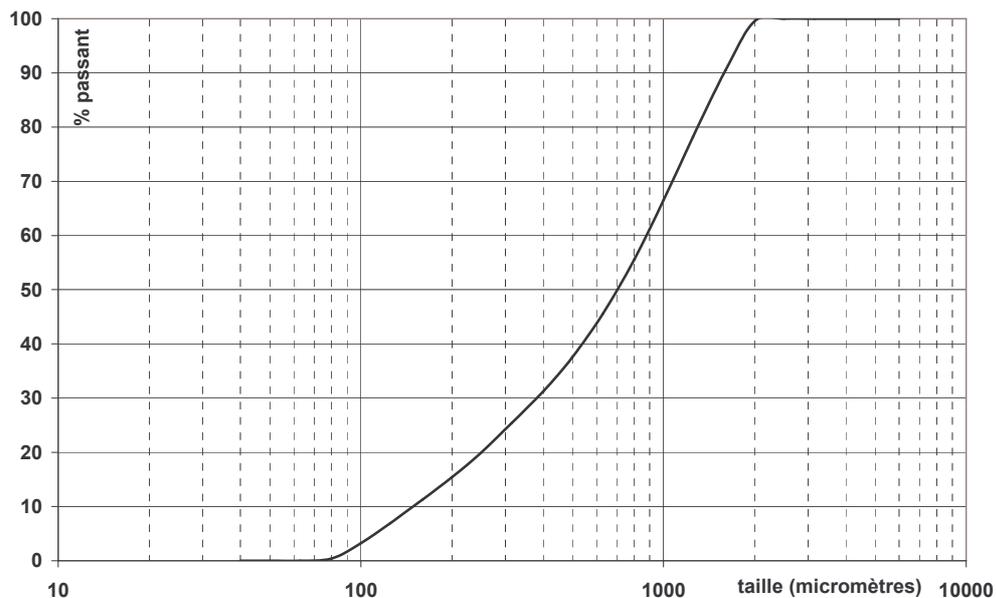
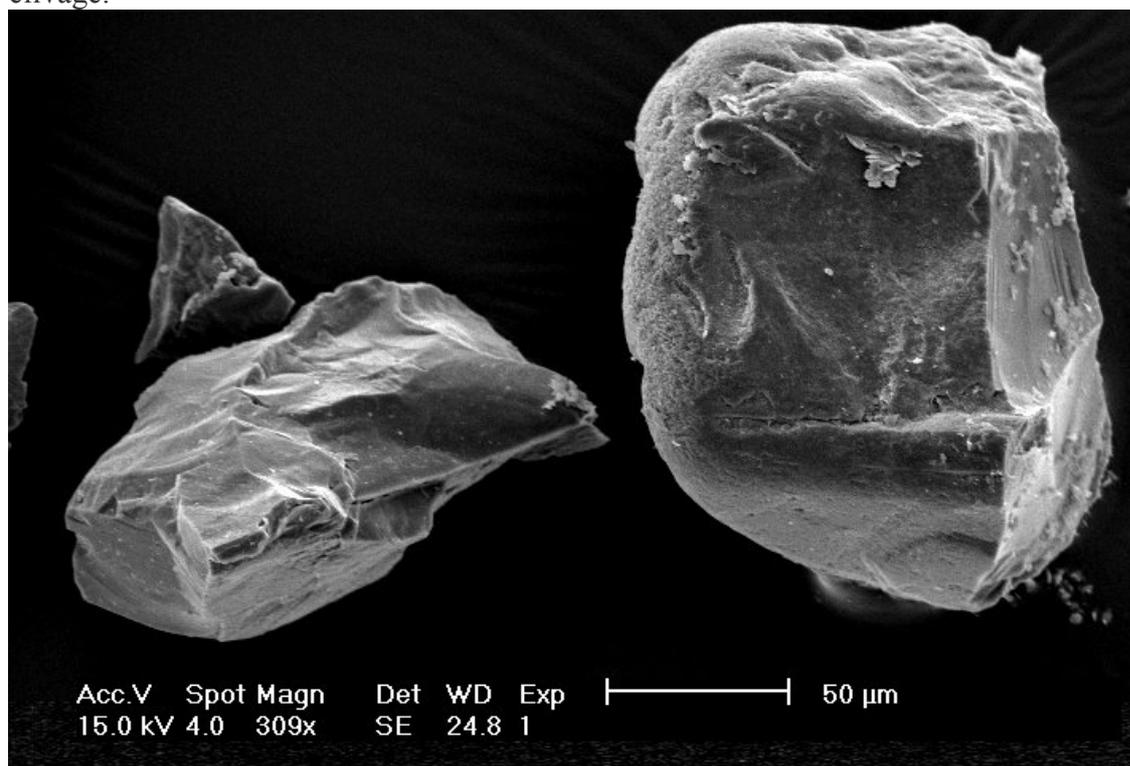


Figure 20 : Courbe granulométrique du sable

La taille réelle des grains est comprise entre 0.04 et 5 mm.

Les grains devraient être ronds car ils n'ont pas subi de concassage mais on observe également par microscopie M.E.B. des grains anguleux avec des zones de clivage. Certains grains sont lisses, d'autres rugueux. D'autre part, le sable fourni devrait être propre et débarrassé de toute fraction argileuse (le sable naturel tel qu'il est extrait de la carrière contient 15% de kaolinite). Or des observations en microscopie M.E.B. couplées à des analyses EDAX réalisées sur le sable seul montrent que tous les grains, même ceux comportant des zones de clivage, sont recouverts d'une couche d'argile, même les zones de clivage.



## B. Argile

### 1) Critères de choix

La kaolinite a été choisie pour ses propriétés physico-chimiques simples. Cette argile a une activité de surface limitée, est peu active chimiquement, est exempte de charges interfoliaires, non gonflante ni du point de vue feuillet ni du point de vue géotechnique (peu de retrait).

La kaolinite a été achetée sous la forme de kaolin. Le kaolin commercialisé est un produit composé de kaolinite presque pure et généralement obtenu par lavage d'un minerai kaolinique visant à éliminer les autres minéraux présents (quartz, micas, etc.). Un minerai kaolinique présente généralement des caractéristiques différentes dans un même gisement. Pour avoir un produit commercialisable, aux propriétés constantes, il faut donc lui faire subir après extraction une série de traitements, dont la principale est l'enrichissement. La matière première commercialisée sous l'appellation kaolin satisfait généralement les conditions suivantes : présenter un diamètre modal maximum des grains (généralement de 20 $\mu$ m) qui n'excède pas 50-63 $\mu$ m et contenir au moins 80% en poids de kaolinite.

Les premiers essais ont été réalisés avec un kaolin inconnu de type 'China Clay' utilisé pour le couchage papier, fourni par David Gélard et dont la pureté et la cristallinité sont élevées. Un autre kaolin, nommé MK1, a ensuite été acheté (2 sacs de 25kg) à la société 'DAM' ('Denain-Anzin Minéraux'). Les deux kaolinites ont été caractérisées afin de les comparer.

#### Analyse chimique

47%	SiO <sub>2</sub>
37%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
0.8%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
0.1%	TiO <sub>2</sub>
1.3%	K <sub>2</sub> O
12.6 +/-0.5 %	Perte au feu

#### Composition granulométrique

0.05%	Refus tamis (45 $\mu$ m)
99 +/-1 %	<20 $\mu$ m
97 +/-2 %	<10 $\mu$ m
87 +/-3 %	<5 $\mu$ m
64 +/-4 %	<2 $\mu$ m
1.2 +/-0.3	D50 ( $\mu$ m)

#### Propriétés physiques

□1%	Humidité
6.0	pH
61	Prise d'huile (g/100g)
14	Surface spécifique (BET, m <sup>2</sup> /g)
2.6	Densité réelle (g/cm <sup>3</sup> )
340	Densité apparente (g/l)
1.55	Indice de réfraction
2-3	Dureté de Mohs

Figure 21 : Caractéristiques du kaolin MK1 (fournies par D.A.M.)

## 2) Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique des deux kaolinites a été réalisée par David Gélard avec un granulomètre laser 'Malvern Mastersizer 2000' (0.020-2000 $\mu\text{m}$ ), avec un traitement ultrasonique de 30 secondes. On obtient les courbes granulométriques suivantes, reproductibles sur trois essais.

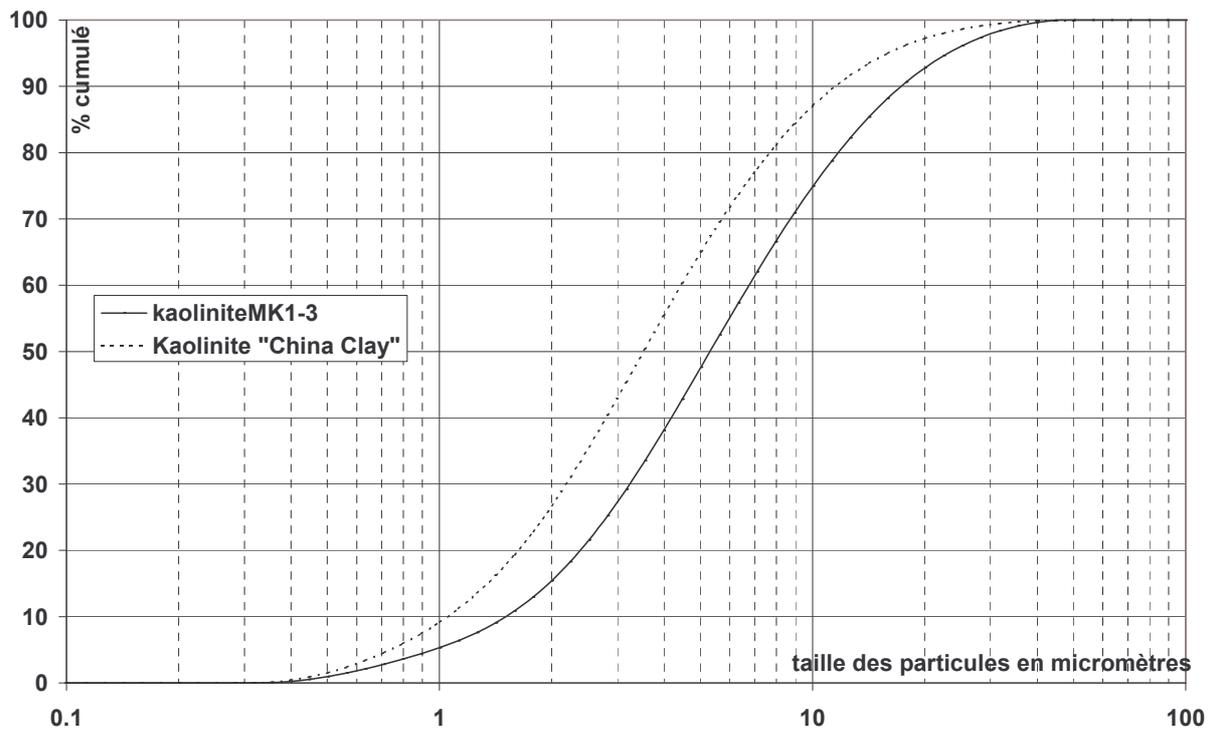
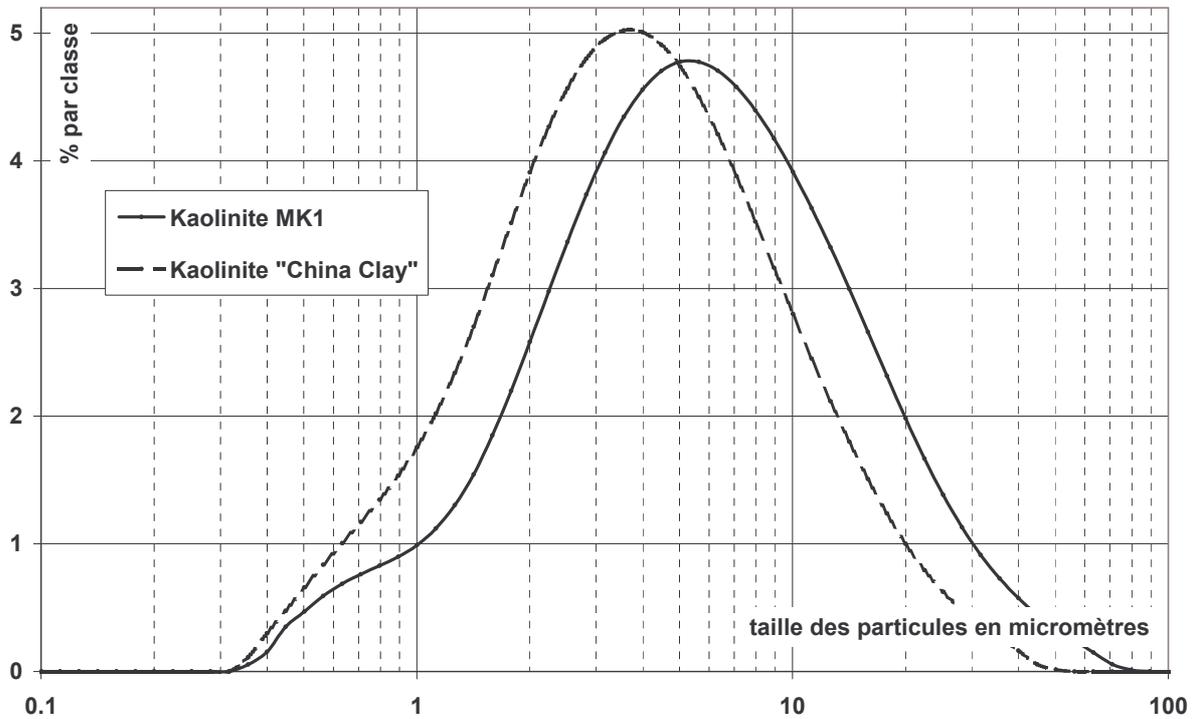


Figure 22 : Courbes granulométriques des kaolinites MK1 et 'China Clay'

On peut considérer que les deux kaolinites ont la même granulométrie, avec des tailles de particules centrées sur 3.5 et 5  $\mu\text{m}$  et comprises entre 0.3 et 50-80  $\mu\text{m}$  même si la kaolinite MK1 semble avoir des grains un peu plus grossiers. Notons que la granulométrie obtenue est davantage la mesure de la taille des agrégats plutôt que la mesure de la taille des particules ou cristaux d'argiles, malgré le traitement ultrasonique. La différence vient donc probablement de la présence plus marquée d'agrégats dans la kaolinite MK1 au moment de l'essai.

### **3) A.T.D. - A.T.G.**

L'analyse thermique différentielle **A.T.D.** permet d'enregistrer la courbe  $\Delta T=f(T)$ , représentant les anomalies thermiques de l'échantillon par rapport à un témoin inerte au cours d'un échauffement ou d'un refroidissement. La courbe enregistre les pertes d'eau (réactions endothermiques généralement) mais aussi les recristallisations et les recombinaisons (réactions exothermiques). La valeur  $\Delta T$  est mesurée directement au moyen de thermocouples différentiels.

L'analyse thermo-gravimétrique **A.T.G.** permet quant à elle l'enregistrement continu des variations de poids de l'échantillon durant la chauffe ou le refroidissement en même temps que l'enregistrement de la courbe ATD.

L'appareil utilisé est un 'Setaram TGA/DTA 92' avec logiciel 'Setsoft2000'. L'échantillon à analyser est placé dans un creuset à côté d'un creuset contenant la référence, de l'alumine calcinée à 1600°C (et stable jusqu'à 1200°C). La montée en température choisie est de 5°C/min à partir de la température ambiante jusqu'à 1000°C, suivie d'une descente en température plus rapide. Le balayage s'effectue à l'air. La masse de l'échantillon est comprise entre 30 et 35 mg.

La courbe classiquement obtenue en ATD-ATG comporte différents paliers correspondant à la perte de différents types d'eau ou d'ions OH présents dans la structure, caractérisés par leur énergie de liaison. On assiste ainsi tout d'abord à la perte de l'eau libre, généralement à une température d'environ 100°C. La perte de l'eau cristalline, c'est-à-dire la déhydroxylation des ions OH de la structure (réaction endothermique) s'effectue aux environs de 500°C, accompagnée d'une perte de poids notable. La recristallisation/réorganisation structurale (réaction exothermique) s'effectue enfin vers 1000°C, sans perte de masse. Notons que la kaolinite ne comporte pas d'eau adsorbée dans l'espace interfoliaire. Après calcination de la kaolinite, on obtient du metakaolin. La kaolinite est un minéral réfractaire dont la température de liquidus est 1800°C.

L'objectif de cet essai est de connaître le comportement de la kaolinite aux alentours de 110°C, qui est la température de séchage en étuve choisie pour déterminer les densités et teneur en eau de nos mélanges. Ainsi, lorsqu'un échantillon est passé à l'étuve à 110°C, l'eau libre disparaît mais on ne sait pas quelle quantité de l'eau capillaire et de l'eau adsorbée sont retirées du matériau. Par contre, l'eau de structure, ou eau liée, ne part pas à cette température.

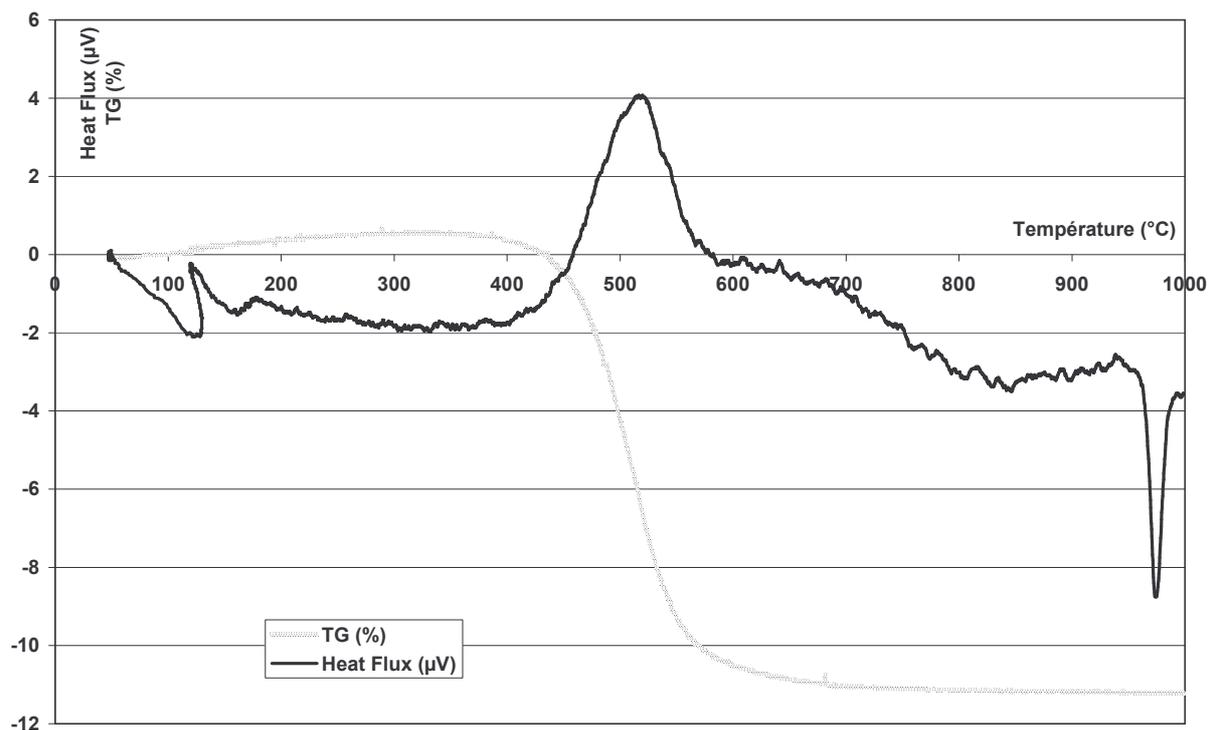


Figure 23 : perte de poids (TG) et Flux thermique (Heat Flux) en fonction de la température

Sur notre courbe, on observe clairement le pic vers 520°C (avec la perte en masse) correspondant à la déhydroxylation des ions OH et le pic vers 970°C correspondant à la recristallisation (sans perte en masse). Mais malheureusement, l'appareil utilisé, qui peut supporter de très grandes températures, ne régule pas suffisamment aux environs de 100°C (variations de températures jusqu'à 200°C), nous empêchant d'observer les départs d'eau libre, d'eau capillaire et d'eau adsorbée. L'essai n'a donc pas été concluant mais nous a permis de vérifier le comportement en température de la kaolinite jusqu'à 1000°C.

#### 4) Mesure de la surface spécifique par la méthode B.E.T.

La surface spécifique d'un corps est le rapport entre l'aire de sa surface développée et sa masse. Elle est exprimée en  $m^2/g$ . Dans le cas des argiles, il existe deux surfaces spécifiques : la surface spécifique externe, que l'on peut associer au niveau interparticulaire, et la surface spécifique interne, associée au niveau interfoliaire. La surface spécifique varie énormément avec le type d'argile : jusqu'à 800  $m^2/g$  pour les montmorillonites ou les chlorites, mais seulement de 10 à 20  $m^2/g$  pour la kaolinite.

La surface spécifique peut être déterminée à partir de l'analyse de l'isotherme d'adsorption d'un gaz par le matériau en utilisant la méthode de Brunauer, Emmett et Teller (BET), qui ont conçu un modèle d'adsorption en multicouches de molécules d'azote. Les gaz en dessous de leur température critique ont tendance à être adsorbés sur un solide, résultant des forces de Van der Waals et/ou de l'interaction dipolaire. Les molécules de gaz adsorbées sur la surface du solide (même pour une courte période) produisent une diminution du nombre de molécules présentes sous forme gazeuse et une diminution de la pression. Il est donc possible de déterminer le nombre de molécules adsorbées tenant compte de la diminution de pression, de la température du gaz et du volume du contenant. L'enceinte est placée sous vide et le gaz

d'analyse est ajouté pour faire les lectures Pression-Volume. La surface accessible à l'azote va dépendre de la texture et de la taille des particules des matériaux. Dans le cas des argiles, les surfaces mesurées correspondent aux surfaces externes car l'azote n'a pas accès aux espaces interfoliaires.

Les mesures ont été réalisées avec un appareil 'Micromeritics ASAP 2010'. Les échantillons analysés ont une masse d'environ 1.4g et ont été préalablement dégazés pendant plusieurs heures. Les résultats pour nos deux kaolinites sont les suivants :

	MK1	'China Clay'
Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g)	13.2	13.4

Les deux kaolinites ont donc une surface spécifique équivalente et classiquement mesurée pour ce type d'argile.

### 5) Caractérisation minéralogique par diffraction des rayons X (D.R.X.)

La diffraction des rayons X consiste à appliquer un rayonnement de la longueur d'onde des rayons X ( $0.1 < \lambda < 10 \text{ nm}$ ) sur un échantillon orienté ou non. Le rayonnement pénètre le cristal à très faible profondeur (quelques  $\mu\text{m}$  à quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ ), il y a absorption d'une partie de l'énergie et excitation des atomes avec émissions de radiations dans toutes les directions. Les radiations émises par les plans atomiques qui sont en phase vont engendrer un faisceau cohérent qui pourra être détecté. La condition pour que les radiations soit en phase s'exprime par la loi de Bragg :  $n\lambda = 2d(hkl) \sin\theta$  où  $n$  est un nombre entier correspondant à l'ordre de la diffraction,  $\lambda$  est la longueur d'onde du rayonnement utilisé,  $d(hkl)$  est l'espace basal (ou espace atomique ou inter-réticulaire), mesuré en angströms, de la famille de plan diffractant, et enfin  $\theta$  est l'angle de diffraction de ce plan.

Les spectres de diffraction des rayons X ont été réalisés sur un échantillon de chaque kaolinite avec un diffractomètre 'Siemens D500' muni d'une anode en cuivre ( $\lambda(K\alpha 1) = 1.54060 \text{ \AA}$  et  $\lambda(K\alpha 2) = 1.54439 \text{ \AA}$ ) avec un monochromateur arrière et couplé à un micro-ordinateur qui permet un pilotage automatique de la rotation du goniomètre, ainsi que l'acquisition et le traitement des données. Les spectres ont été enregistrés entre  $10^\circ$  et  $90^\circ$  en  $2\theta$ , puis traités à l'aide du logiciel 'Difrac At'. La réalisation des spectres est réalisée sur une lame mince recouverte de poudre de kaolinite dont la texture n'est pas orientée.

Les deux diagrammes obtenus sont quasiment identiques entre  $10^\circ$  et  $90^\circ$  et caractéristiques de kaolinite pure. Nous représentons donc le diagramme de diffraction entre  $10^\circ$  et  $37^\circ$  afin de montrer les rares différences observées entre les deux kaolinites.

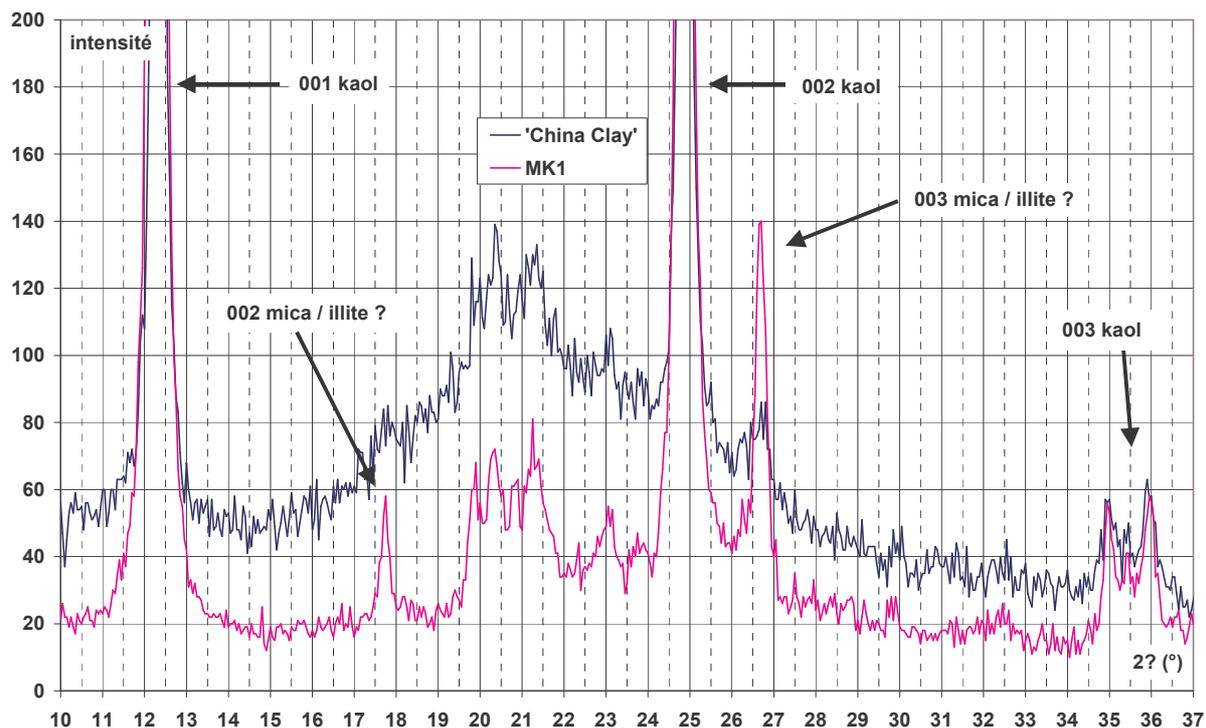


Figure 24 : Diagramme de rayons X des deux kaolinites

Les diagrammes montrent que les poudres sont constituées essentiellement de kaolinite. Seuls des micas et/ou des illites sont également identifiables mais en quantité négligeable.

## 6) Conclusion

Les deux kaolinites utilisées sont très pures et identiques, en terme de granulométrie, de surface spécifique et de composition minéralogique. Seul le comportement thermique vers 100°C n'a pas pu être établi.

## II. Protocole d'élaboration des éprouvettes

### A. Objectifs

La structure et la texture du matériau sont fortement dépendantes du mode d'élaboration. On peut donc prédire que les caractéristiques mécaniques le seront aussi. D'autre part, le matériau étudié est difficile à mettre en œuvre car il est friable et fragile. L'aspect et la consistance du mélange varient fortement selon la quantité d'argile (pour 5% de kaolinite, on a l'aspect d'un sable mouillé non cohésif mais pour 25% de kaolinite, on a l'aspect d'une pâte humide fortement cohésive) et la quantité d'eau (on peut passer d'une légère sensation humide à une pâte molle). Or, nous désirons obtenir des éprouvettes reproductibles, d'où l'intérêt de mettre en place un protocole d'élaboration extrêmement précis. Mais nous désirons également obtenir des éprouvettes homogènes en composition (pas de variation de teneur en argile) et en densité, et ceci à la fois horizontalement et verticalement. On désire donc éviter la formation de gros défauts (gros pores) et la ségrégation verticale ou horizontale. L'homogénéité en densité peut être contrôlée par gamma-densimétrie mais nous ne disposons pas de cet outil au laboratoire. Nous contrôlerons donc l'homogénéité en densité principalement de manière visuelle et exceptionnellement par porosimétrie au mercure.

L'objectif est aussi de pouvoir comparer les éprouvettes à teneurs en argile différentes. Or, idéalement, à chaque teneur en argile correspond un mode d'élaboration différent (moulage, compactage, etc.). Mais nous allons suivre le même protocole quelle que soit la teneur en argile, afin de pouvoir comparer plus facilement les éprouvettes entre elles.

Instinctivement, nous nous sommes tout d'abord fixés comme objectif arbitraire d'obtenir des éprouvettes de même densité quelle que soit la teneur en argile. Or, la densité obtenue dépend de la quantité d'argile, de la quantité d'eau ajoutée et de la force de compactage. Si l'un des trois paramètres est modifié, les deux autres doivent l'être aussi pour obtenir une densité équivalente, ce qui complique le problème. Nous avons donc modifié la teneur en eau initiale en fonction de la teneur en argile mais pas le mode ni la force de compactage. Il est donc illusoire, et nous l'avons vérifié, d'obtenir des densités identiques en modifiant seulement deux paramètres sur trois.

### B. Préparation du mélange

La kaolinite est séchée en étuve pendant 48h à 110°C, afin de pouvoir déterminer avec précision la teneur en eau ajoutée pour le mélange. La kaolinite conditionnée a une teneur en eau comprise entre 0.6 et 0.7% selon l'humidité ambiante (pour comparaison, le sable ne contient que 0.03% d'eau). La quantité de sable et d'argile désirée est pesée directement dans le bol de malaxeur et un pré-mélange à la cuillère est effectué. Le bol est fixé sur le malaxeur planétaire et le mélange est réalisé à petite vitesse et à sec pendant 5 à 10 minutes, puis en ajoutant progressivement la quantité d'eau choisie. L'eau ajoutée est une eau permutée, donc déionisée, afin que les mécanismes de cohésion ne soient pas influencés par les ions de solution (particules chargées), en terme de forces électrostatiques. Le malaxage en conditions humides dure environ 15 minutes. Le malaxage permet d'éviter la ségrégation par gravité.

Aucune étude n'a été réalisée afin de connaître l'influence du temps de malaxage à sec et avec l'eau. Le mélange est conditionné en sachet plastique étanche pour un repos de 48 heures afin de garantir une bonne homogénéité. La teneur en eau du mélange est ensuite contrôlée par séchage d'une partie du mélange en étuve à 110°C pendant 48h. Après 48 heures, le sachet est ouvert et son contenu mélangé manuellement avant le remplissage des moules comme le préconisent les normes [142] [143].



Mélange et malaxeur

### ***C. Teneur en eau initiale***

Afin de connaître la teneur en eau nécessaire au mélange, nous nous sommes intéressés aux méthodes permettant de mesurer la consistance de mélanges humides. Ainsi, dans le domaine des bétons et des mortiers, de nombreuses normes permettent la mesure de la consistance (résistance à la déformation) ou de la maniabilité. Elles préconisent principalement l'utilisation de pénétromètres, de cônes (d'Abrams ou de Marsh), de table vibrante d'écoulement ou encore de maniabilimètres [144] [145] [146] [147] [148] [149] [150] [151] [152] [153].

Une autre méthode couramment utilisée pour les sols argileux est l'utilisation des limites d'Atterberg, qui permettent de caractériser la fraction la plus fine d'un sol (infra 400 $\mu$ m) par la mesure de la consistance suivant la teneur en eau. On obtient d'une part la limite de plasticité, qui est la teneur en eau correspondant à une limite arbitraire entre les états plastique et semi-solide de la consistance d'un sol. C'est la teneur en eau à laquelle un sol roulé en un fil d'environ 3 mm de diamètre commencera à se désagréger. Et d'autre part la limite de liquidité qui est la teneur en eau correspondant à une limite arbitraire entre les états liquide et plastique de la consistance du sol. C'est la teneur en eau à laquelle un sillon de taille standard tracé sur un échantillon de sol se referme sur une distance de 12 mm sous l'effet de 25 chocs dans un

appareil standard [154] [155]. L'intérêt de cet essai est limité par rapport à notre matériau puisque l'essai ne concerne que les matériaux de granulométrie inférieure à 400 $\mu$ m.

Ces différents essais ne sont pas facilement accessibles dans notre laboratoire et leur utilité est limitée dans notre cas. C'est pourquoi, même si notre étude n'a pas pour objectif d'étudier le comportement mécanique de la terre en fonction de la teneur en eau de fabrication, une série d'éprouvettes avec différentes teneurs en eau a été fabriquée et testée en compression uniaxiale pour chaque teneur en argile. En effet, il est nécessaire de 'sentir' l'influence de la teneur en eau de fabrication sur la facilité de l'élaboration des éprouvettes. Les résultats correspondants sont peu fiables en raison du nombre faible d'éprouvettes réalisées mais nous ont permis d'améliorer la méthode choisie pour l'élaboration.

On constate que la différence en terme de densité et de comportement mécanique n'est pas flagrante pour une teneur en eau initiale comprise entre 10 et 15% en masse, et cela quelle que soit la teneur en argile.

Nous choisissons donc les teneurs en eau de fabrication du tableau suivant, en accord avec la consistance du mélange qui nous convient pour effectuer au mieux l'élaboration dans le cas de chaque teneur en argile.

Teneur en argile	5%	10%	15%	25%
Teneur en eau initiale	11%	11%	13%	14%

Précisons qu'après l'élaboration, les éprouvettes sont stockées dans une enceinte à humidité contrôlée, ce qui signifie que quelle que soit la quantité d'eau initiale, la quantité d'eau présente dans les éprouvettes au moment des tests est la même.

#### ***D. Forme et dimensions des éprouvettes***

Les éprouvettes testées en génie civil peuvent être prismatiques [142] ou cylindriques [156] mais celles testées dans le domaine des matériaux sont presque toujours cylindriques. Dans le cas d'un essai de compression uniaxiale et en situation idéale de frottements nuls aux extrémités (voir partie IV-D), les contraintes sont uniformément réparties quelle que soit la géométrie de l'éprouvette. Par contre, dans le cas réel de frottement non nuls aux extrémités, les variations de contraintes sont plus importantes pour une éprouvette cubique que pour une éprouvette cylindrique. Nous choisissons donc de réaliser des éprouvettes cylindriques, d'autant plus que ce sont les conditions géométriques les plus fréquentes au laboratoire.

Les dimensions des éprouvettes dépendent de la taille du plus gros grain (5 mm) et de la taille maximale des défauts. On choisit un diamètre égal à 10 fois la taille du plus gros grain, soit 50 mm. Il serait préférable de choisir un diamètre au moins égal à 10 fois la taille des plus gros défauts mais cela est difficilement réalisable. C'est pourquoi le choix d'un diamètre égal à 50 mm seulement peut provoquer une dispersion plus grande des résultats. Il reste à déterminer l'élancement de l'éprouvette. Quand l'élancement augmente, l'influence du frottement aux interfaces diminue (voir IV-D) mais en contrepartie le risque de flambement et le gradient de densité horizontal augmentent. Il s'agit donc de choisir le bon compromis, ce qui est réalisé classiquement avec un élancement de 2, donc une hauteur d'éprouvettes de 100mm.

## ***E. Types de moules***

Selon la norme [157], les moules doivent être indéformables et étanches, métalliques ou en matière plastique. Les moules fabriqués au laboratoire comportent trois compartiments alignés afin de pouvoir réaliser trois éprouvettes 'identiques' à chaque campagne de moulage.

Nos premiers moules sont réalisés avec des tubes PVC (normalisés pour le bâtiment) de diamètre extérieur 50mm, d'épaisseur 3mm, donc avec un diamètre intérieur de 44mm. Les cylindres sont découpés en deux dans le sens de la longueur et serrés avec des colliers de serrage. Après découpage et assemblage des deux demi-cylindres, on n'obtient plus un cylindre parfait car une quantité de matière non négligeable est enlevée pendant le découpage. En utilisant une graisse silicone en spray Siljet Rhodorsil, le démoulage ne pose pas de problème. Lors des vibrations avec les moules en PVC, un mélange d'eau et d'argile fuit à l'interface support-moule et à la jonction des deux demi-cylindres. De plus, le revêtement intérieur des moules n'est pas très lisse et s'abîme au fil des moulages.

Les seconds moules sont donc réalisés pour pallier ces problèmes grâce à deux demi-coquilles en acier parfaitement lisses pour obtenir des éprouvettes aux dimensions précises et non variables (diamètre 50mm) et sans anfractuosités de surface. Les deux demi-coquilles sont vissées en trois points sur la longueur et également vissées en quatre points sur le socle. Les moules sont également recouverts de spray silicone mais l'eau contenue dans le mélange provoque l'apparition de rouille sur les faces internes des moules. Nous ajoutons donc un film plastique à chaque moulage afin de faciliter le démoulage et d'éviter que des anfractuosités dues à la rouille n'apparaissent sur les faces internes des moules.



Moules métalliques

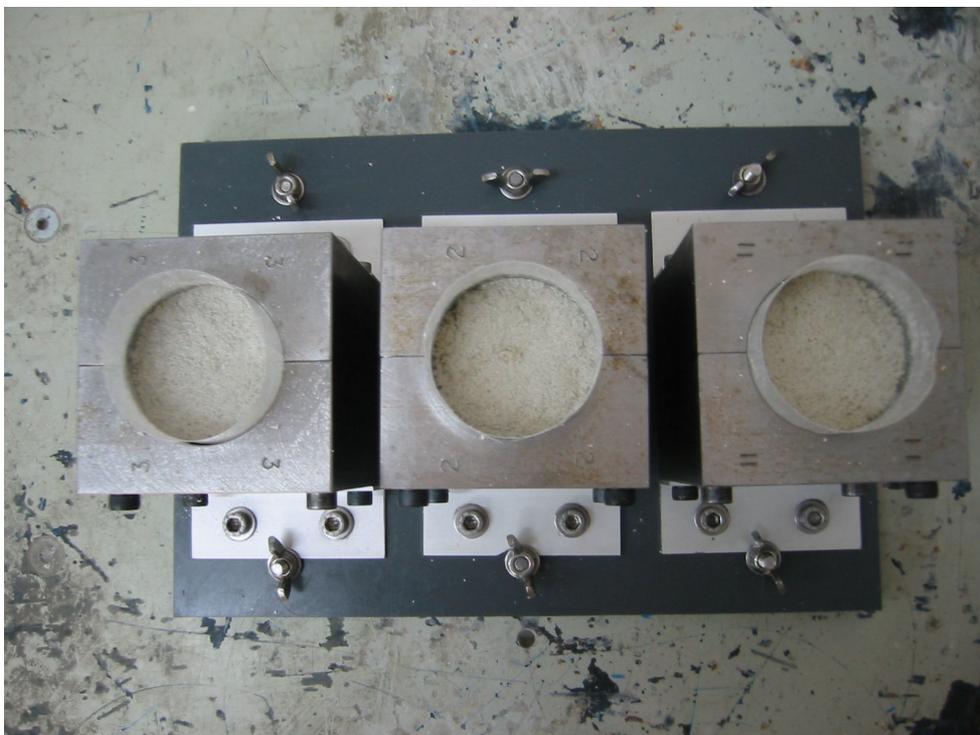
## ***F. Remplissage des moules – compactage***

Les moules sont placés sur une balance et on introduit le mélange dans les moules à l'aide d'une cuillère. Les premiers essais ont été réalisés en tassant très légèrement le mélange dans les moules sans former de couches. Mais les densités obtenues étaient faibles. Nous avons

donc petit à petit modifié le mode de remplissage des moules afin d'augmenter la densité finale. Les moules sont remplis en 4 à 5 couches, chaque couche étant tassée à la main avec un objet plat. Entre chaque couche, on plante une fine aiguille de diamètre inférieur à 1mm dans le mélange sur toute la surface afin de faciliter la liaison entre deux couches successives. On ne plante pas l'aiguille jusqu'au fond du moule (sauf pour la première couche) mais seulement de 1 à 2 cm dans la couche sous-jacente [158]. La dernière couche est tassée avec le même objet plat afin d'obtenir une surface la plus plane et horizontale possible. La masse de mélange nécessaire pour une éprouvette varie entre 360g et 440g, toutes compositions confondues. On ne constate plus de fuites avec les moules métalliques, contrairement aux moules en plastique.

## **G. Vibrations**

Les moules sont ensuite solidement fixés en six points sur une table vibrante générant des vibrations unidirectionnelles et verticales [159]. Ils sont ensuite vibrés à une fréquence assez faible (20Kz) pendant 6 minutes. Pour les faibles teneurs en argile, le mélange « saute » quelquefois lors des vibrations. La mise en place d'un « bouchon » en acier sur la face supérieure des éprouvettes pendant les vibrations est testée afin d'améliorer la planéité et l'horizontalité des éprouvettes, ainsi que le compactage lors des vibrations. Malheureusement, ce bouchon provoque une remontée d'eau mélangée à de l'argile en surface et colle au mélange. D'autres essais sont tentés en rajoutant un film plastique ou du papier sur la face inférieure de ce bouchon, mais l'état de surface obtenu n'est pas vraiment amélioré. Nous abandonnons donc l'utilisation de ce bouchon et choisissons de régler au mieux la planéité et l'horizontalité des éprouvettes manuellement à la fin du processus d'élaboration, avant le stockage.



Moules remplis et fixés sur la table vibrante

## H. Séchage et stockage

Les moules et leur contenu sont immédiatement stockés dans une enceinte climatique 'Secasi Technologies SH340' dont la température et l'humidité sont contrôlées. On choisit une température classique de 21°C et on fait varier l'humidité relative (HR) en fixant trois conditions de séchage : 30%, 55% et 90% HR. Le démoulage des échantillons est effectué après 48 heures passées dans l'enceinte, temps nécessaire pour permettre un démoulage facile car les éprouvettes humides sont trop fragiles et se cassent au démoulage.



Enceinte climatique

Les échantillons sont toujours conservés dans l'enceinte climatique jusqu'à atteindre l'équilibre en masse. On suit l'évolution de la masse des éprouvettes au cours du temps afin de déterminer le temps nécessaire pour arriver à l'équilibre, c'est-à-dire à une masse constante. On constate ainsi que l'équilibre est atteint à partir de 8 jours après le moulage dans le cas d'une humidité relative de 55%. On décide donc que chaque éprouvette sera conservée au moins 10 jours avant d'être testée, tout en vérifiant pour chaque éprouvette l'évolution de sa masse jusqu'à l'équilibre.

Les éprouvettes sont testées immédiatement après leur sortie de l'enceinte climatique afin d'éviter que la teneur en eau ne varie juste avant l'essai (l'équilibre atteint durant la phase de stockage ne sera pas modifié pendant la phase d'essai mécanique réalisé à température et humidité ambiante). La durée de l'essai (20 minutes au maximum) ne provoque pas un changement radical de teneur en eau dans les éprouvettes. Si les éprouvettes doivent être sorties de l'enceinte avant l'essai, elles sont alors stockées dans des sachets plastiques étanches afin de ne pas modifier leur humidité relative.

## ***I. Protocole d'élaboration définitif et conclusion***

Le protocole définitif est le suivant :

- préparation du mélange
  - séchage en étuve de la kaolinite pendant 48h à 110°C
  - pesée du sable et de la kaolinite dans les proportions souhaitées dans un bol de malaxeur planétaire
  - malaxage à sec (entre 5 et 10 minutes) puis ajout progressif de la quantité d'eau permutée souhaitée (environ 15min)
  - conditionnement en sachet plastique étanche pendant 48 heures
- élaboration des éprouvettes
  - transfert du mélange dans les moules recouverts d'un spray silicone et d'un film plastique
  - compactage manuel en 4 à 5 couches avec utilisation d'une aiguille entre chaque couche
  - vibrations sur la table vibrante pendant 6 minutes à 20 Hertz
  - contrôle de la teneur en eau du mélange
- séchage et stockage en enceinte
  - température fixe : 21°C
  - humidité relative variable : 30-55-90 % HR
  - au moins 10 jours jusqu'à masse constante

Tout ce temps passé pour définir le protocole d'élaboration des éprouvettes nous a également permis de nous familiariser avec le matériau. De plus, les éprouvettes réalisées ont également été testées en compression uniaxiale, ce qui a permis de mettre en évidence l'importance des conditions d'élaboration sur le comportement mécanique du matériau.

### III. Caractérisation des éprouvettes



Éprouvette à 5% d'argile et peu d'eau et éprouvette à 25% d'argile et beaucoup d'eau

Par observation visuelle des éprouvettes, on constate qu'elles subissent un effet de paroi, c'est-à-dire que la concentration en particules fines, initialement mélangées à l'eau, est plus élevée sur les bords de l'éprouvette. On observe donc une surface lisse et argileuse, d'autant plus lisse que la teneur en argile est élevée. Les défauts observés sur les bords de l'éprouvette ont une taille maximale de quelques millimètres, dans le pire des cas ils atteignent un cm.



Echantillon d'une éprouvette

Quand on casse une éprouvette, les morceaux obtenus sont plus ou moins compacts et friables selon la teneur en argile.

## **A. Densité apparente humide**

La densité apparente humide ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) est calculée à partir de la masse humide de l'échantillon (mesurée sur une balance au dixième de gramme près) divisée par le volume de l'échantillon (éprouvette cylindrique, de diamètre  $\phi = 50$  mm et de hauteur  $h$  mesurée au mm près). La masse humide est mesurée après avoir atteint l'équilibre en enceinte.

La densité apparente sèche est calculée selon la formule :

$$\text{Densité apparente sèche} = \text{densité apparente humide} / [ (\text{teneur en eau (\%)} * 100) + 1 ]$$

avec la teneur en eau calculée selon la formule ci-dessous.

## **B. Teneur en eau**

La teneur en eau est la quantité d'eau perdue par un échantillon séché jusqu'à poids constant, à  $110^\circ\text{C}$ . On l'exprime en poids d'eau par poids unitaire sec ou en volume d'eau par unité de volume brut.

On calcule la teneur en eau selon la formule :

$$\text{Teneur en eau (\%)} = (\text{masse humide} - \text{masse sèche}) / \text{masse sèche} * 100$$

Les calculs de teneurs en eau sont effectués pour plusieurs éprouvettes pour augmenter la précision des résultats.

## **C. Porosité par rapport des densités**

Notre matériau est un matériau poreux. La porosité est le pourcentage du volume des vides par rapport au volume total d'un échantillon, définie selon la formule :

$$\text{Porosité (\%)} = [1 - (\text{densité apparente sèche} / \text{densité absolue})] * 100$$

La densité apparente sèche est calculée selon la formule :

$$\text{Densité apparente sèche} = \text{densité apparente humide} / (\text{teneur en eau} + 1)$$

La densité absolue du mélange est la densité théorique maximale obtenue à partir de la densité absolue des deux constituants et de leur quantité respective.

	Sable SiO <sub>2</sub>	Kaolinite
Densité absolue ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	2.63 à 2.66	2.61 à 2.64

Dans notre cas, la densité absolue des deux composants est très proche. On choisit pour notre mélange une valeur de densité absolue de  $2.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ , quelle que soit la teneur en argile de notre mélange.

La porosité obtenue ainsi est la porosité totale, correspondant à la somme de la porosité ouverte et de la porosité fermée.

#### ***D. Porosité par porosimétrie par intrusion de mercure***

La technique de porosimétrie par intrusion de mercure consiste à mesurer le volume de mercure (liquide non mouillant) injecté dans un échantillon poreux en fonction de la pression appliquée. L'échantillon, après séchage, est placé dans une cellule, le pénétromètre, sous vide puis remplie de mercure. La pression d'injection est augmentée de manière isostatique par paliers jusqu'à atteindre la pression d'équilibre avec l'échantillon correspondant à sa pression capillaire. Les variations de volume sont calculées à partir de la variation de capacité du capillaire de mesure qui prolonge le pénétromètre. Le volume des pores est déterminé à partir de la mesure de la variation du volume de mercure liquide qui pénètre dans l'échantillon. La porosimétrie au mercure est basée sur la loi capillaire qui gouverne la pénétration de liquide dans de petits pores. Dans le cas d'un liquide non mouillant comme le mercure et pour des pores supposés cylindriques, la loi est exprimée sous la forme de l'équation de Washburn :  $D = 4 \gamma \cos \phi / P$ , avec D, le diamètre du pore supposé cylindrique, P, la pression appliquée,  $\gamma$  la tension de surface du mercure et  $\phi$ , l'angle de contact entre le solide et le mercure. La valeur de l'angle de mouillage du mercure sur le matériau est fixé à 130° et la tension de surface du mercure est fixée à 0.485 N/m.

Le porosimètre utilisé est un appareil 'Micromeritics Autopore III 9410' comprenant deux modules d'analyse basse pression (0-345 kPa, soit un diamètre de pores équivalents 360-3.6  $\mu\text{m}$ ) et un module d'analyse haute pression (pression atmosphérique-414MPa, soit un diamètre de pores équivalent 6-0.003  $\mu\text{m}$ ). Dans notre cas, les mesures sont effectuées uniquement lors de la montée en pression (intrusion de mercure). L'appareil permet d'accéder à la porosité ouverte, à la densité géométrique ou absolue ainsi qu'aux diamètres équivalents des pores supposés cylindriques. Les pénétromètres utilisés ('5 Bulb, 0.392 Stem, Solid') ont une cellule de 5cc et un capillaire de 0.4cc, et sont spécifiques aux mesures sur matériaux solides.

La technique de porosimétrie au mercure présente quelques inconvénients qu'il est nécessaire de prendre en compte lors de l'analyse des résultats. En effet, du fait des hypothèses prises quant à la forme cylindrique des pores, le diamètre du pore mesuré est la plus petite contraction dans un pore ouvert et non un rayon moyen. Le diamètre du pore est donc en réalité le diamètre du canal qui mène au pore correspondant. D'autre part, la porosité totale étant la somme de la porosité connectée ou ouverte (ensemble des pores reliés entre eux et à l'extérieur) et de la porosité fermée (celle qui n'est pas connectée avec l'extérieur), seule la première est accessible aux fluides, donc à la technique de porosimétrie au mercure. Un autre inconvénient est que la taille maximale des pores mesurables est limitée par la plus petite pression appliquée. On n'a donc pas accès à la quantité de pores de diamètre équivalent supérieur à 360 $\mu\text{m}$ . Enfin, on n'obtient aucune information sur la forme et l'orientation des pores (puisque les pores sont supposés cylindriques) et sur la connectivité de la structure poreuse.

La préparation des échantillons est délicate car le matériau est friable : on prélève un petit morceau au cœur de l'éprouvette, en la cassant manuellement ou avec l'aide d'un outil percutant. La manipulation de l'échantillon peut donc générer des microfissures qui perturbent la mesure de la porosité. Les échantillons sont ensuite séchés à l'étuve à 80°C

pendant plusieurs jours jusqu'à masse constante. La masse d'un échantillon est comprise entre 1 et 2.5g. La taille des échantillons analysés est donc faible et non représentative du matériau. L'idéal serait donc de se procurer des cellules plus grosses (15cc au lieu de 5cc).

### ***E. Imagerie M.E.B.***

Le microscope électronique à balayage (M.E.B.) est un appareil d'analyse, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie d'un échantillon solide, comme son relief, l'agencement des grains ou la texture. Le M.E.B. comprend également un analyseur de Rayons X par dispersion d'énergie de type EDX permettant d'obtenir le contenu chimique (identification des éléments chimiques et évaluation de leur concentration) des échantillons analysés.

Les échantillons sont préalablement séchés en étuve à 110°C pendant 48 heures. D'autre part, ils sont recouverts d'une fine pellicule conductrice d'or, obtenue par un procédé de métallisation. Ce recouvrement minimise l'effet de charge qui amoindrit la qualité des images. En effet, ce phénomène se produit sur les échantillons non conducteurs car dans ce cas, les électrons primaires s'accumulent à la surface de l'échantillon. Ces électrons interférents produisent un potentiel négatif qui déforme la trajectoire du faisceau primaire et provoque une forte distorsion de l'image. Le dépôt d'une mince couche conductrice d'environ 7 à 15 nm permet la mise à la terre de l'échantillon, éliminant l'effet de charge, sans nuire d'une façon significative à la pénétration des électrons du faisceau primaire dans l'échantillon.

## IV. Dispositif d'essai mécanique en compression uniaxiale

### A. Généralités

Les essais mécaniques doivent mettre en œuvre des états de contrainte simples et s'interpréter facilement et sans équivoque. Ils doivent être reproductibles d'où la normalisation des essais (géométrie des éprouvettes, machines d'essais, techniques expérimentales mises en œuvre, etc.).

Le test de compression uniaxiale, dans lequel des éprouvettes sont comprimées parallèlement à leur axe longitudinal, est le plus simple des tests et continue à être le plus pratique, le plus utile et le plus communément réalisé pour déterminer les propriétés mécaniques des matériaux (normes dans le cas des bétons, des ciments, des sols) [160][161][162][163][164].

Il consiste à soumettre une éprouvette (en général un cylindre circulaire droit) à une contrainte de compression en la plaçant entre les plateaux d'une presse. Les données obtenues sur une éprouvette cylindrique consistent en une force axiale  $F$  appliquée à l'échantillon et un déplacement axial  $U$ . Notons  $\sigma$  la contrainte axiale,  $\varepsilon$  la déformation axiale,  $A_0$  et  $L_0$  la section et la longueur initiales de l'échantillon. La contrainte axiale et la déformation axiale conventionnelles (et non réelles) sont calculées comme suit:  $\sigma = F/A_0$  et  $\varepsilon = U / L_0$ . On peut ensuite tracer les courbe  $F=f(U)$  ou plus généralement  $\sigma=f(\varepsilon)$ .

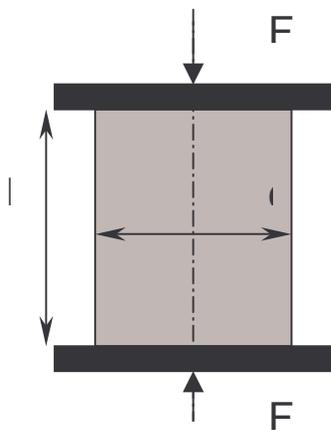


Figure 25 : Schéma d'un essai de compression uniaxiale

La contrainte est évaluée avec les hypothèses classiques de la Résistance Des Matériaux, elle est donc valable dans le domaine élastique mais ne l'est plus quand le matériau commence à s'endommager. De plus, la contrainte et la déformation doivent en théorie être calculées à partir des données réelles de section  $A$  et de longueur  $L$  de l'éprouvette, qui varient au cours de l'essai et qui doivent donc être constamment réajustées. En raison de la difficulté d'obtenir ces données en temps réel, on choisit arbitrairement de calculer la contrainte et la déformation à partir des valeurs initiales de  $A$  et de  $L$  ( $A_0$  et  $L_0$ ).

## **B. Paramètres**

- **Mode de chargement**

Les conditions en déplacement imposé permettent d'obtenir toute la courbe contrainte-déformation du matériau, contrairement aux conditions en charge imposée, où l'on ne peut obtenir que la branche ascendante de la courbe. La plupart des essais mécaniques en génie civil sont réalisés en contrainte imposée (MPa/s) [156] [163] alors que classiquement on asservit plutôt les machines en déplacement imposé (mm/s) pour les essais en science des matériaux. Les différents modes de chargement conduisent à des résultats différents. On choisit donc de réaliser nos essais en déplacement imposé.

- **Vitesse de chargement**

L'effet de la vitesse de déplacement sur le comportement et les caractéristiques mécaniques est un paramètre non négligeable dans le cas de matériaux viscoplastiques mais que nous avons délibérément choisi de ne pas étudier. La valeur est donc fixée arbitrairement à 0.1mm/min, qui est une vitesse relativement faible afin de disposer du temps nécessaire pour réaliser les cycles de charge-décharge.

- **Trajet de chargement**

Des cycles de charge-décharge avec incrémentation à certains paliers prédéfinis (tous les 100 N) jusqu'à rupture sont réalisés. Les cycles sont commandés manuellement en suivant l'évolution de la charge sur l'écran de l'ordinateur. Des essais avec et sans cycles ont été comparés afin de vérifier que la présence de cycles ne modifie pas le comportement et les caractéristiques mécaniques des éprouvettes.

- **Capteur de mesure des déformations**

Les déformations peuvent être mesurées grâce à différents capteurs. Parmi ceux-ci, les jauges de déformations, qui permettent d'étudier le comportement homogène ou non des éprouvettes, sont les plus précis. Ce type de matériel n'a cependant pas été retenu car la pose de jauges sur un matériau granulaire poreux est très difficile. Il est souvent nécessaire d'effectuer un pré-encollage de plusieurs couches. D'autre part, la colle classiquement utilisée pour coller les jauges est trop rigide par rapport à notre matériau et pénètre dans l'éprouvette, entraînant une modification du comportement local de l'éprouvette et des mesures erronées. Dans notre cas, on choisit un capteur LVDT (Linear Variable Differential Transformer) de course +/- 10mm, qui est un capteur inductif de déplacement linéaire de type externe, avec plot fixé sur le plateau de la presse. Le dispositif est facile à mettre en place et à utiliser.

- **Plateau de chargement**

La surface des plateaux de chargement est rectifiée et polie afin de minimiser la résistance frottante avec l'échantillon. Les plateaux sont plans et parallèles entre eux. Par ailleurs, la surface des plateaux est plus grande que la surface de base de l'échantillon. Ainsi, lors de l'essai, la force axiale reste correctement appliquée sur les faces supérieures et inférieures de l'éprouvette même si le diamètre de celle-ci augmente en raison de la déformation radiale. On évite ainsi le poinçonnement des plateaux sur l'éprouvette.

- **Mise en place des éprouvettes**

On veille à toujours orienter les éprouvettes en respectant l'orientation correspondant à l'élaboration (face supérieure vers le haut). On veille également tout particulièrement à centrer

au mieux l'éprouvette sous la presse afin d'éviter un chargement excentré, qui conduirait à des mesures erronées

- **Mise en place d'une rotule**

Un dispositif particulier est intercalé entre l'éprouvette et le plateau supérieur permettant à la pièce d'appui de s'orienter correctement sur l'éprouvette au moment de la mise en charge. En effet, la surface des éprouvettes, malgré les efforts entrepris lors de l'élaboration, est rugueuse, irrégulière et non plane. Pour éviter les problèmes de planéité et de parallélisme, une rotule métallique en forme de cône est installée afin d'éviter une flexion parasite.

- **Réponse de l'ensemble machine-rotule**

Un essai de compression est réalisé en plaçant, entre les deux plateaux, la rotule et un cylindre métallique de mêmes dimensions que les échantillons. On obtient ainsi, à vide, la courbe reliant le déplacement de l'ensemble machine-rotule à la force imposée. Dans les essais avec éprouvette réelle, on retranche toujours ce déplacement au déplacement total enregistré pour obtenir le déplacement réel de l'éprouvette. On obtient ainsi la caractéristique réelle contrainte-déformation pour chaque éprouvette.

## ***C. Récapitulatif***

Les essais mécaniques de compression uniaxiale sont réalisés avec une presse hydraulique 'Schenk Trebel' de capacité de chargement 500 KN, asservie en vitesse de déplacement de la traverse de 0,1mm/min. Le plateau supérieur de la presse est fixe et le plateau inférieur mobile. Le déplacement vertical est appliqué via un vérin mécanique sur un plateau de chargement fixe en acier sur laquelle repose l'éprouvette, tandis qu'au niveau de la tête de chargement supérieure, une rotation est possible grâce à l'installation d'une rotule. Un capteur de déplacement inductif de type LVDT (course de +/- 2 mm soit +/- 10V) et un capteur de force (cellule de +/- 5000N soit +/- 10V) sont installés sur la machine. A partir du logiciel 'Capture Signal', les différentes données brutes sont acquises chaque demi-seconde, enregistrées et peuvent alors être transférées sur un tableur 'Excel'.

## ***D. Problématique de l'état de surface des éprouvettes***

### **1) Généralités**

La simplicité apparente de l'essai de compression uniaxiale est trompeuse. En effet, le problème principal réside dans le choix des conditions d'essai. Le contact direct entre les extrémités de l'échantillon et les plateaux de la machine de chargement est la condition limite la plus communément utilisée au sein des laboratoires. Toutefois, le problème des conditions limites doit être considéré avec beaucoup de prudence. En effet, l'interprétation des essais est classiquement basée sur les hypothèses suivantes : l'échantillon matériel est homogène, la distribution de contrainte uniaxiale est uniforme à l'intérieur des échantillons, l'état du champ de déformation de l'échantillon est homogène, il n'y a pas de changement significatif de la géométrie de l'échantillon durant le test et les surfaces de chargement sont toujours les plans principaux. Or, dès le début du chargement, un état de contraintes et de déformations non uniforme peut se développer pour différentes raisons. La problématique de l'état de surface, de la taille et du parallélisme des plateaux de chargement, ainsi que celle de la mise en place

d'une rotule ou encore du centrage correct de l'éprouvette ont été évoqués plus haut. Toutefois, les caractéristiques géométriques de l'éprouvette sont un paramètre majeur pouvant conduire à de résultats erronés, et ceci pour deux raisons principales.

Lorsque les surfaces des éprouvettes ne sont pas parfaitement planes et/ou parallèles entre elles et/ou perpendiculaires à la génératrice du cylindre, on génère un défaut d'alignement ainsi qu'une mise en contact progressive entre l'éprouvette et le plateau. Le début de la courbe contrainte-déformation n'est donc plus caractéristique du matériau mais de la géométrie de l'éprouvette. De plus, les surfaces de chargement ne sont plus les plans principaux, ce qui conduit à une hétérogénéité du champ de contraintes dans l'échantillon. Comme pour les plateaux de chargement, il est donc important de chercher à obtenir un bon état de surface en terme de planéité et il faut également veiller à ce que les faces de l'éprouvette soient parallèles entre elles et perpendiculaires à la génératrice du cylindre.

D'autre part, la présence de frottement à l'interface entre les plateaux de la presse et les faces de l'échantillon peut conduire à des erreurs de mesure. En effet, en présence de frottement, les contraintes de cisaillement deviennent importantes et tendent à empêcher l'expansion radiale due à l'effet de Poisson. L'échantillon cylindrique est mis en tonneau et l'état de contrainte dans l'échantillon n'est plus uniaxial. Aux surfaces de contact, l'effet du frottement tangentiel introduit donc un état triaxial de contrainte. La résistance du matériau dans cette région augmente, région qui s'étend ensuite à l'intérieur de l'échantillon sous la forme d'un cône, que l'on retrouve à la rupture de l'éprouvette. On obtient donc une légère rigidification apparente du matériau. Le frottement est favorisé lorsque les faces des éprouvettes sont rugueuses et lorsque les matériaux constituant respectivement les plateaux et l'éprouvette n'ont pas les mêmes caractéristiques mécaniques (module élastique et coefficient de Poisson). Il est donc souvent nécessaire d'utiliser un système anti-fretage.

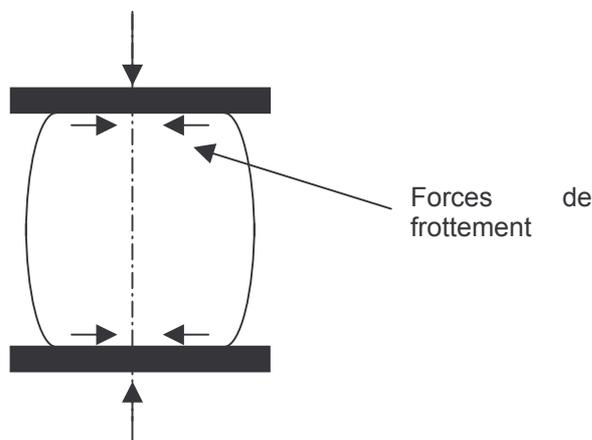


Figure 26 : Schéma de la mise en tonneau

Notons enfin que trois principaux modes de rupture des éprouvettes peuvent être observés selon l'intensité du frottement aux interfaces. Une interface avec un faible frottement favorise une rupture en clivage axial. Un frottement d'intensité intermédiaire à l'interface ne fait qu'incliner la surface de rupture et on observe plutôt une rupture inclinée par bande de cisaillement (rupture oblique). Un frottement important à l'interface modifie complètement le mode de rupture et favorise une rupture en cône des échantillons testés.

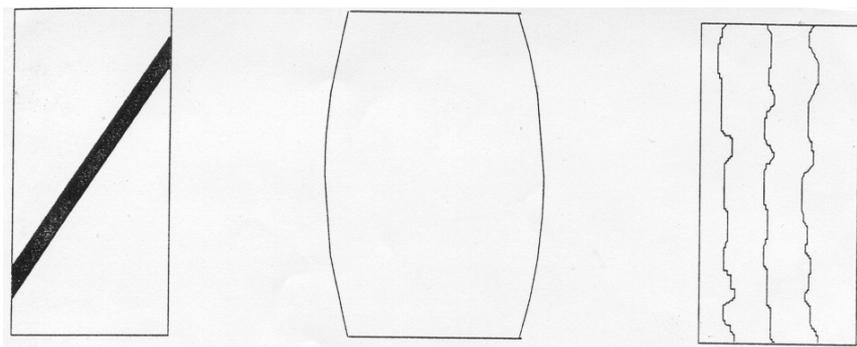


Figure 27 : Schéma des modes de rupture :  
Bande de cisaillement – Mise en tonneau (donc cône) – Clivage axial

## 2) Observations préliminaires sur nos éprouvettes brutes

Nous avons donc réalisé 4 séries de 3 éprouvettes à 15% d'argile afin d'une part de mettre en place le protocole d'élaboration des éprouvettes (voir partie II de ce chapitre) et d'autre part d'observer leur comportement en compression.

- **Observations sur les courbes contrainte-déformation**

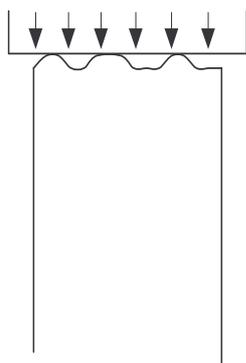


Schéma de l'éprouvette

Les faces extrêmes de nos éprouvettes, malgré le soin apporté lors de l'élaboration, ne sont ni planes, ni parallèles entre elles, ni perpendiculaires à la génératrice du cylindre. On obtient par conséquent des courbes contrainte-déformation qui dépendent fortement de la géométrie de l'éprouvette et l'allure générale du début de la courbe n'est absolument pas reproductible pour différentes éprouvettes censées être identiques. Ce phénomène est accentué par le fait que le déplacement total avant le pic de rupture est très faible (au maximum 2.5mm), ce qui est inférieur à la taille des grains les plus gros, donc de l'ordre du déplacement nécessaire pour la mise en contact complète du plateau sur l'éprouvette si les faces ont des défauts de planéité de la taille des grains. Le début de la courbe est donc effectivement caractéristique de l'état de surface de l'éprouvette et non du comportement intrinsèque du matériau. De plus, le module élastique est le plus souvent déterminé à partir de la pente initiale de la courbe contrainte-déformation lors de l'essai de compression. Dans notre cas, le module élastique ne peut donc pas être mesuré.

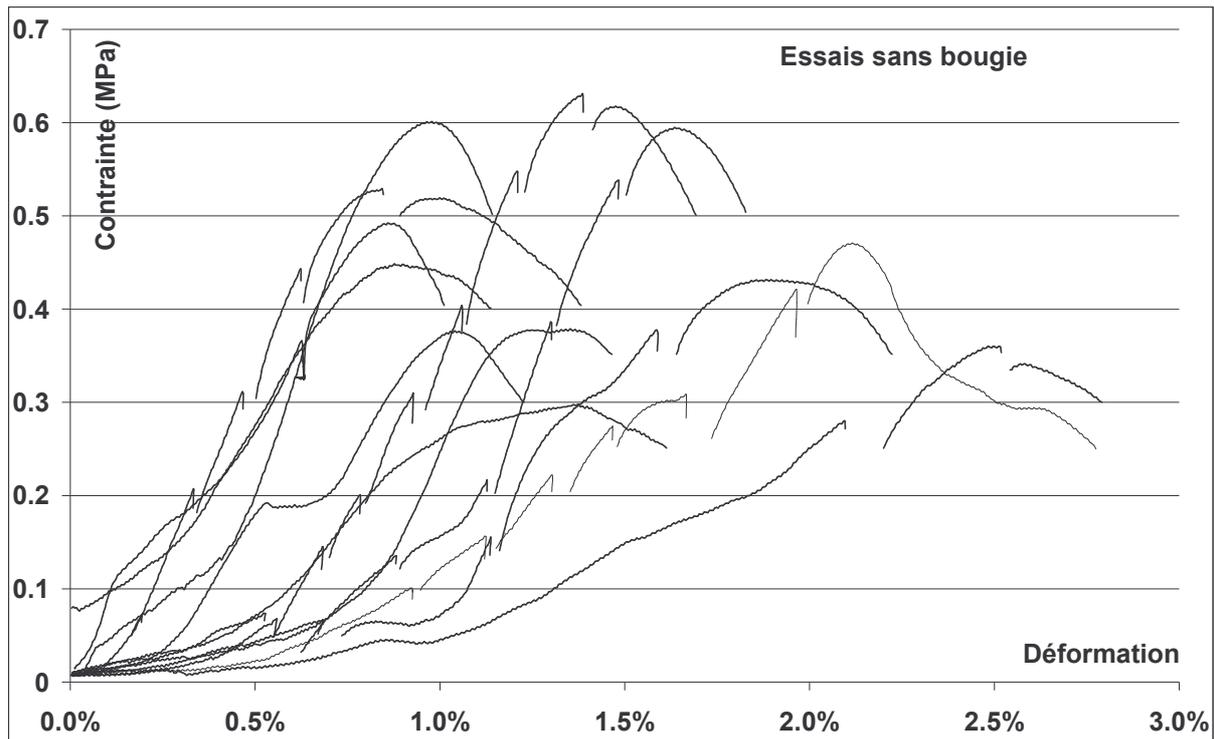


Figure 28 : courbes contrainte-déformation

Les courbes déformation-contrainte obtenues ne sont pas reproductibles et dépendent de la géométrie des éprouvettes. Plus l'état de surface est mauvais, plus la mise en contact éprouvette-plateau, donc la mise en charge, est longue.

- **Observation sur le mode de rupture des éprouvettes**

On observe clairement une mise en tonneau suivie d'une rupture en cône, qui caractérisent un frottement important à l'interface.

### 3) Solutions envisagées

A. El Bied [165] a étudié en détail les techniques d'anti-fretage utilisées lors d'essais de compression uniaxiale. Les solutions possibles sont multiples. On peut placer au niveau de l'interface éprouvette-plateau un matériau solide (insert) ou fluide (lubrification). Dans le premier cas, il est préférable d'utiliser des inserts qui ont la même rigidité, donc la même expansion radiale (même rapport  $\nu/E$ ) que le matériau testé. En effet, l'éprouvette se déforme en forme de tonneau si la rigidité du matériau en contact avec l'éprouvette est supérieure à la rigidité de l'éprouvette. Mais dans le cas contraire, c'est-à-dire lors de l'utilisation d'un matériau plus souple ou d'un lubrifiant, on observe un phénomène d'extrusion caractérisé par une expansion radiale supérieure aux extrémités de l'éprouvette (c'est le cas pour le Téflon et le Néoprène par exemple) qui doit également être évitée. Malheureusement, la rigidité du matériau constituant l'éprouvette varie pendant le chargement dès lors que l'on n'est plus dans la phase élastique, alors que les propriétés de l'insert restent constantes, ce qui n'est pas pour faciliter le choix du système anti-fretage.

Nous essayons tout d'abord pour notre part d'améliorer l'état de surface des éprouvettes en réalisant une abrasion mécanique ou un sciage de l'éprouvette. Malheureusement, les résultats ne sont pas convainquants car le matériau est trop friable et l'éprouvette se désagrège.

Dans le cas des éprouvettes en terre, différentes méthodes d'anti-fretage ont été utilisées. Par exemple, un système classique consiste à intercaler entre l'éprouvette et le plateau un dispositif constitué d'une membrane en Néoprène coté éprouvette (pour la rugosité) et un disque de Téflon coté plateau (pour l'anti-fretage). L'ensemble est graissé à l'huile de paraffine. L'inconvénient majeur de ce dispositif est que les déformations propres du système anti-fretage deviennent beaucoup plus importantes que celles de l'échantillon 'rigide'. Nous avons aussi testé ce dispositif et observé le même phénomène d'extrusion. Les courbes obtenues ne sont toujours pas reproductibles et la mise en charge passe d'abord par une étape préliminaire d'écrasement de l'ensemble téflon-néoprène.

D'autres dispositifs ont été utilisés dans le cas d'éprouvettes en terre, citons par exemple une membrane en latex graissée à la graisse de silicone [95] [96] [105] ou une plaque de contre-plaqué en bois [108][110][113].

#### **4) Protocole de préparation de l'état de surface des éprouvettes**

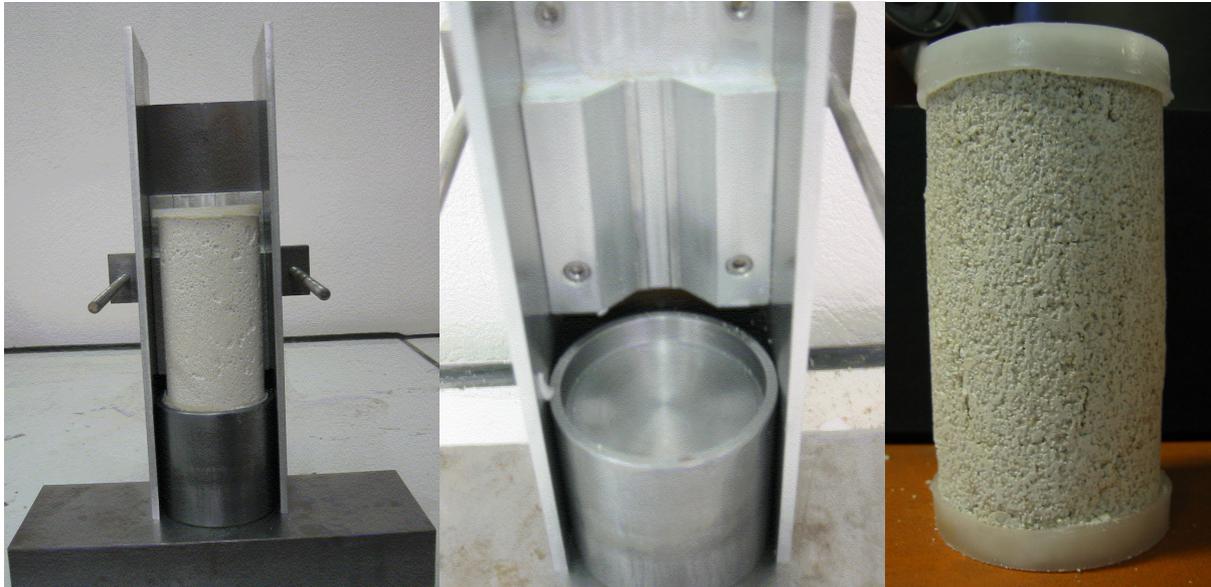
Nous avons donc testé une autre méthode permettant d'éviter les problèmes mentionnés plus haut.

##### **a Planéité des surfaces et parallélisme des éprouvettes**

Nous désirons tout d'abord éviter le problème relatif à l'allure de la courbe contrainte-déformation et à la mise en charge progressive de l'éprouvette. Pour cela, nous devons obtenir des éprouvettes aux surfaces planes, parallèles entre elles et perpendiculaires à l'axe du cylindre.

Inspirés par la norme [166] utilisant un mélange sable-soufre-eau pour le surfacage d'éprouvettes de béton, nous coulons un mélange chauffé et liquide sur les deux faces extrêmes des éprouvettes. Pour cela, un appareil spécifique est réalisé. Il comprend un fond, surface horizontale rectifiée destinée à recevoir le mélange liquide, et un dispositif de guidage vertical de l'éprouvette rigidement solidaire du fond, permettant de mettre celle-ci en contact avec le mélange liquide. Le fond est constitué d'un plateau dans lequel est creusée une cuvette de 10mm de profondeur et de 60mm de diamètre intérieur, c'est-à-dire légèrement supérieur au diamètre de l'éprouvette, avec un angle facilitant le démoulage. Le dispositif de guidage permet de régler le parallélisme et la perpendicularité des faces de l'éprouvette. Un récipient contenant le mélange solide est chauffé sur une plaque chauffante électrique à environ 200°C jusqu'à obtenir la consistance désirée. On prend soin de vérifier la planéité du plan de travail. Le fond est recouvert d'un spray silicone avant chaque coulée. Le mélange liquide est versé dans le fond et on laisse descendre lentement et régulièrement l'éprouvette en se servant du dispositif de guidage vertical. On attend que le mélange se solidifie à nouveau puis on fait tourner lentement le mélange (donc aussi l'éprouvette) dans la cuvette et on tire petit à petit jusqu'au démoulage. La même opération est réalisée pour les deux faces d'une éprouvette. L'épaisseur de la couche de mélange durci est comprise entre 0.5 et 2 mm.

Notons que l'équilibre hygrométrique et thermique atteint lors du stockage des éprouvettes peut être modifié pendant l'application du mélange chauffé à 200°C. Il est donc nécessaire de replacer les éprouvettes en enceinte climatique jusqu'à ce que l'on atteigne à nouveau l'équilibre en température et en humidité.



Dispositif et éprouvette avec surfaçage à la bougie sur les deux faces

Quelques essais sont réalisés sur des éprouvettes à 15% d'argile avec de la cire à épiler (composée de 20% de cire d'abeille) et de la bougie standard (composée d'hydrocarbures saturés, en particulier de paraffine et de stéarine ou d'acide stéarique). Notons que ni la cire, ni la bougie ne pénètrent dans l'échantillon, même à haute température.

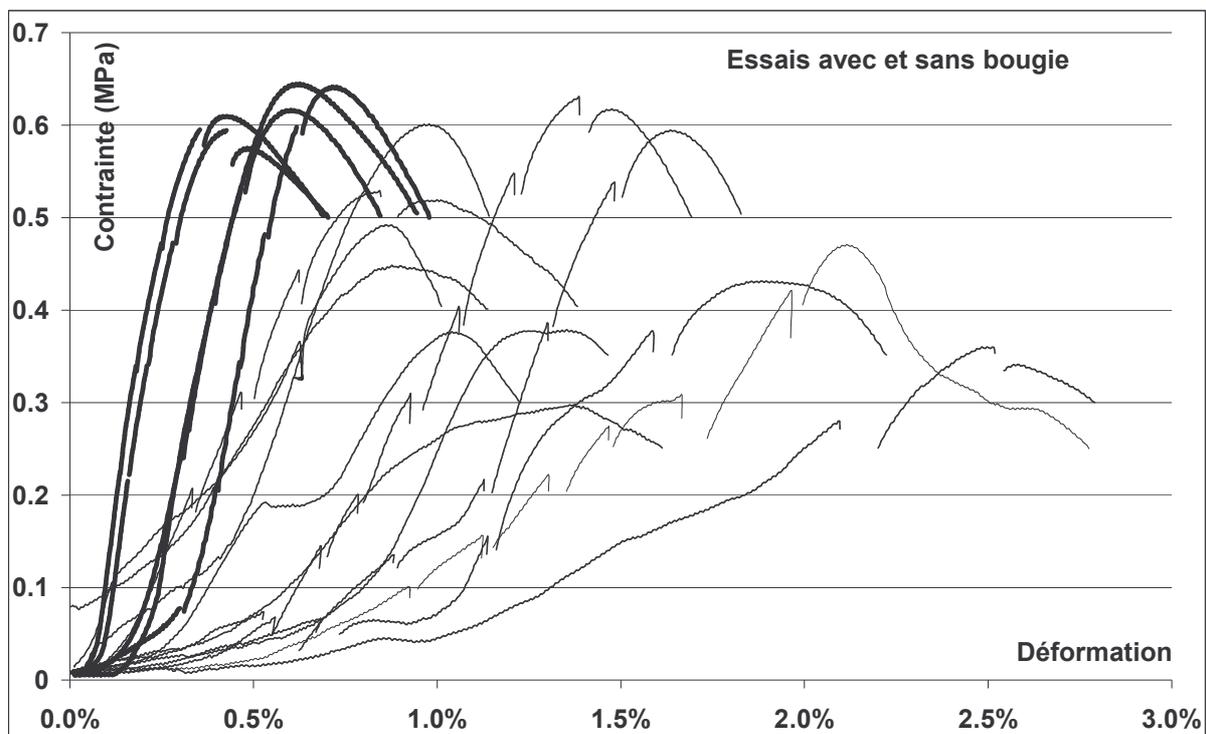


Figure 29 : Courbes contrainte-déformation avec et sans bougie

Nous observons une nette différence entre l'allure des courbes avant et après application du mélange. Le problème précédemment décrit est largement résolu car l'allure de la courbe est maintenant reproductible et caractéristique du matériau. Le premier objectif fixé est donc rempli et cela quel que soit le choix entre la cire ou la bougie.

## **b Anti-frettage**

L'observation de la rupture des éprouvettes avec surfaçage à la cire ou à la bougie met nettement en évidence une modification du mode de rupture : on passe d'une rupture en cône (avec formation initiale d'un tonneau) à une rupture en bande de cisaillement, ce qui montre très nettement que le frottement entre l'éprouvette et le plateau a été considérablement réduit. Même si la rupture en clivage axial est préférable, le passage d'une rupture en cône à une rupture en bande de cisaillement est déjà un grand pas.



Rupture en bande de cisaillement d'une éprouvette

Afin de choisir entre la cire et la bougie, on compare le module élastique de ces deux matériaux avec le module élastique du matériau terre (à 15% d'argile).

Des mesures de fréquence de résonance (sur un appareil Grindo-Sonic) ont permis de mesurer le module élastique dynamique des éprouvettes à 15% d'argile. L'opération consiste à exciter des éprouvettes par une légère impulsion mécanique et à analyser le phénomène de vibration transitoire qui s'ensuit. Cette vibration est déterminée par la géométrie et les propriétés physiques de l'échantillon. Un détecteur piézo-électrique permet de capter la vibration propre et de la transformer en signal électrique. On mesure la fréquence de résonance exprimée en Hertz. Le module  $E$  (Pa) est calculé par une formule à partir de la fréquence de résonance  $F$  (Hz), la densité  $\rho$  ( $\text{kg/m}^3$ ) et la longueur  $L$  (m) de l'éprouvette :

$$E = \rho \cdot (2 \cdot L \cdot F)^2$$

Le module élastique dynamique du matériau à 15% d'argile est mesuré et compris entre 1.7 et 2.5 GPa.

On détermine ensuite le module élastique de la cire et de la bougie grâce à un essai en flexion 4 points qui a été réalisé avec la même machine que pour les essais en compression mais avec un dispositif différent. Les éprouvettes testées ont une forme prismatique. La vitesse de déplacement de la traverse est de 0.5mm/min et la distance entre les appuis est  $L=35\text{mm}$  et  $l=10\text{mm}$ . On calcule le module élastique des deux éprouvettes selon la formule :

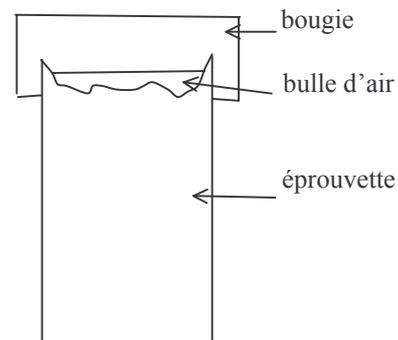
$$E = \text{pente de la courbe obtenue} * (L-l)^2 * (L+2l) / (4BW^3)$$

Les résultats sont les suivants:

	Dimensions $L_0 * B * W$ (mm)	Module élastique E (GPa)	Force à la rupture (N)	Déplacement à la rupture (mm)
Cire	43.5*8*4	1.1	10.85	0.14
Bougie	46*13*7	0.2	18.84	0.23

La cire et la bougie ont toutes deux un module élastique plus faible que la terre. Toutefois, étant donné que la terre s'endommage et perd ses propriétés mécaniques (module élastique) très rapidement lors d'un essai de compression, il est certainement préférable d'utiliser un matériau pour l'anti-fretage dont le module élastique est plus faible. Nous choisissons la bougie parce qu'elle possède un module élastique plus proche de la valeur que prend certainement le module élastique de la terre lorsque ce matériau s'endommage. De plus, la bougie est un matériau plus disponible et moins cher que la cire à épiler.

Signalons qu'un problème apparaît lors de certains essais. En effet, les éprouvettes brutes ont souvent le bord de la face supérieure plus haut que le centre de cette même face. Pour les éprouvettes friables, il est facile de retirer ce surplus de matière à la main en frottant l'éprouvette. Mais pour les éprouvettes à 25% d'argile et dans une moindre mesure pour celles à 15% d'argile, le matériau est plus consistant et s'enlève difficilement. Dans ce cas, une bulle d'air peut se former, lors de la mise en place de la bougie fondue, entre le centre de l'éprouvette et la bougie qui se solidifie. En conséquence, la bougie est plus fragile et il arrive qu'elle casse avant la rupture de l'éprouvette. Ce problème peut toutefois facilement être évité lors de l'élaboration.



## V. Dispositif d'Emission Acoustique

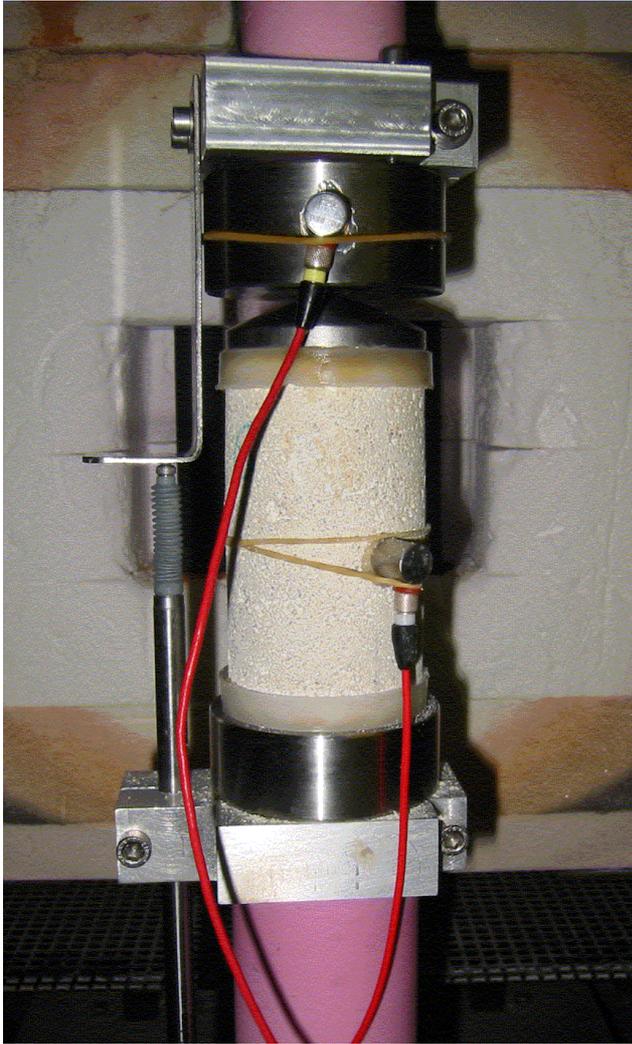
### A. Capteurs et chaîne d'acquisition

Les mesures d'émission acoustique (EA) ont été réalisées grâce à une chaîne munie du logiciel 'Mistras 2001', développé par 'Euro Physical Acoustic' ('EPA') pour l'acquisition et le traitement des signaux d'émission acoustique. Les capteurs utilisés sont des capteurs résonants ' $\mu$ 80', commercialisés par 'EPA', et dont la surface de contact avec l'éprouvette est un disque d'environ 10mm de diamètre. Ils ont une bonne sensibilité entre 100 kHz et 1 MHz avec un pic de résonance à 300 kHz et sont amplifiés par des préamplificateurs 'PAC 1220A' de 40dB ('Physical Acoustics Corporation').

Les ondes sont numérisées en temps réel. Plusieurs caractéristiques des signaux sont enregistrées en même temps : le nombre de coups, la durée ( $\mu$ s), l'amplitude (dB), le temps de montée ( $\mu$ s), l'énergie absolue (aJ), la fréquence moyenne (kHz). Notons que la fréquence calculée par le logiciel est en fait le nombre de coups divisé par la durée, ce n'est donc pas le résultat d'une transformation par série de Fourier.

La mise en place des capteurs directement sur l'éprouvette est difficile car le matériau est friable et la pose des capteurs abîme l'éprouvette. Un couplant, dans notre cas une graisse silicone, est appliqué entre les capteurs et leur support pour permettre un meilleur contact mais le couplant pénètre légèrement dans l'éprouvette. Un capteur est donc fixé sur la traverse en métal et un autre directement sur l'éprouvette grâce à des élastiques.

Des essais avec et sans dispositif d'EA ont été comparés afin de vérifier que la présence du dispositif d'EA ne modifie pas le comportement mécanique des éprouvettes.



Eprouvette installée pour l'essai mécanique et l'Emission Acoustique

### ***B. Paramétrage du logiciel d'acquisition***

Le logiciel d'émission acoustique doit être calibré pour chaque nouveau matériau testé à l'aide de sources d'EA simulées par la rupture d'une mine de crayon. Le calibrage permet de définir les PDT (Peak Definition Time), HDT (Hit Definition Time) et HLT (Hit Lockout Time) qui sont des fenêtres temporelles qui permettent de définir, lors de l'acquisition d'un signal, le pic de plus forte amplitude, la durée totale du signal et le temps d'aveuglement du système. Les valeurs choisies à partir du calibrage sont les suivantes :

$PDT (\mu s)$	300
$HDT (\mu s)$	600
$HLT (\mu s)$	1000

Un autre paramètre important à régler avant tout essai est le seuil d'acquisition du système. Rappelons que le seuil permet de ne pas enregistrer le bruit de fond et que sa valeur influe sur la détermination des paramètres d'une salve d'EA. Dans notre cas, le seuil d'acquisition est fixé à un niveau relativement faible (30dB), ce qui permet d'avoir une grande sensibilité d'acquisition.

## ***Chapitre 3 : Résultats et interprétation***

Dans ce chapitre, nous présentons d'abord les résultats de caractérisation des éprouvettes obtenues suite à l'élaboration, y compris l'étude de la microstructure des éprouvettes par porosimétrie par intrusion de mercure et microscopie M.E.B. Dans un second temps, nous présentons le comportement mécanique des matériaux caractérisés par l'essai en compression uniaxiale ainsi que les résultats d'Emission Acoustique associés à cet essai. Enfin, nous terminons par une discussion concernant tous les résultats précédents.

La conservation des ouvrages en terre nécessite de connaître les constituants des matériaux et leur évolution (dégradation en particulier) sous l'effet de différents facteurs le plus souvent couplés : climatiques, mécaniques, hydriques, etc. Dans notre cas, seuls deux paramètres sont étudiés en détail : la proportion d'argile (constituants) et l'humidité de stockage (facteur hydrique).

## I. Caractérisation des éprouvettes

### A. Densité humide

% Kaol	d						
5	1.85	10	1.85	15	1.91	25	1.91
5	1.83	10	1.86	15	1.92	25	1.93
5	1.83	10	1.95	15	1.89	25	1.89
5	1.83	10	1.90	15	1.93	25	1.92
5	1.78	10	1.89	15	1.93	25	1.89
5	1.78	10	1.89	15	1.91	25	1.84
5	1.82	10	1.89	15	1.88	25	1.82
5	1.86	10	1.87	15	1.90	25	1.80
5	1.86	10	1.91	15	1.90	25	1.77
5	1.78	10	1.91	15	1.91	25	1.87
5	1.78	10	1.89	15	1.90	25	1.88
5	1.79						
<b>moy.</b>	<b>1.82</b>	<b>moy.</b>	<b>1.89</b>	<b>moy.</b>	<b>1.91</b>	<b>moy.</b>	<b>1.86</b>
<b>écart-type</b>	<b>4.5</b>	<b>écart-type</b>	<b>4.9</b>	<b>écart-type</b>	<b>2.9</b>	<b>écart-type</b>	<b>8.5</b>

Tableau : Densité apparente humide et teneur en argile pour une humidité relative de 55%.  
N.B. : L'écart-type est en %.

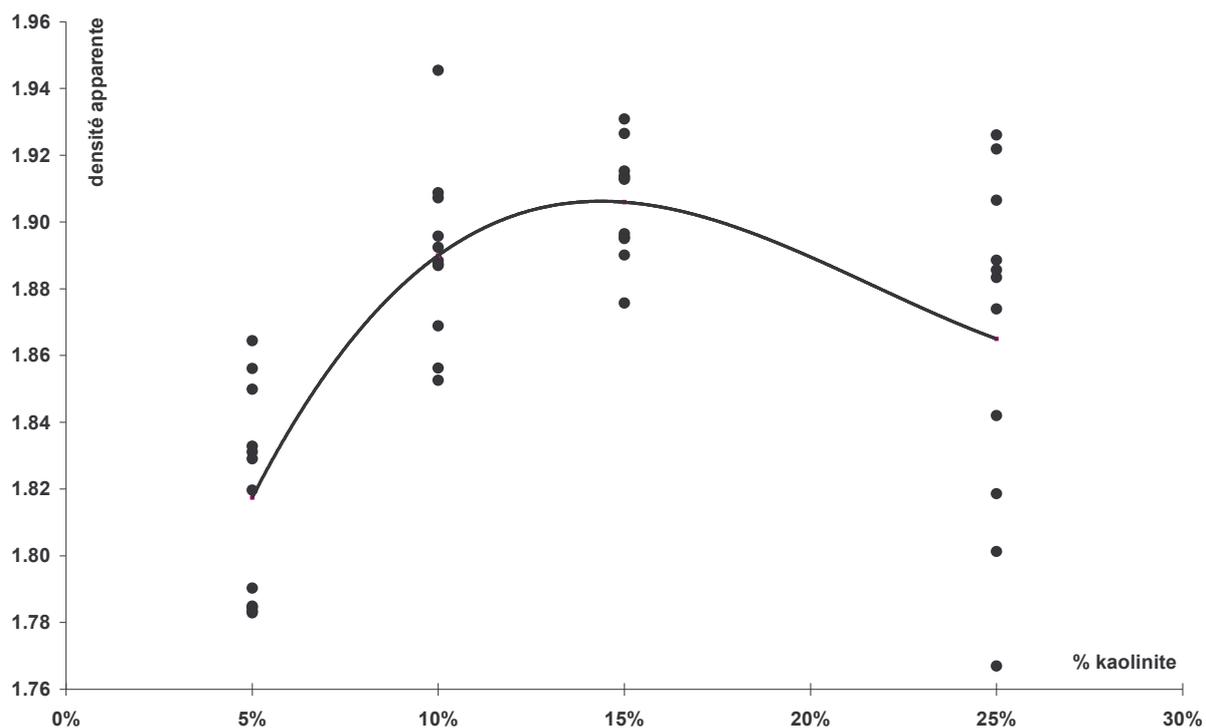


Figure 30 : Densité apparente humide en fonction de la teneur en argile pour 55% HR

La courbe représente la densité apparente humide en fonction de la teneur en argile pour une humidité relative de 55%. Les densités obtenues varient entre 1.76 et 1.96 et ne sont pas identiques en fonction de la teneur en kaolinite. On obtient globalement une densité supérieure pour des mélanges à 15% puis à 10% de kaolinite. Les densités obtenues pour les éprouvettes à 25% d'argile varient plus (l'écart-type est plus important) que pour les autres teneurs en argile, ce qui signifie que le mode de fabrication influe davantage sur la densité d'éprouvettes contenant 25% d'argile. Le mode de fabrication utilisé est donc peut être plus adapté pour des mélanges contenant moins de 25% d'argile.

Nous donnons ci-dessous la densité apparente humide pour les éprouvettes stockées à 30% et à 90% d'humidité relative même si les résultats ne sont pas fiables en raison du nombre limité d'éprouvettes.

% Kaol	d						
5	1.85	10	1.92	15	1.95	25	1.89
5	1.85	10	1.93	15	1.95	25	1.88
5	1.84	10		15	1.93	25	1.88
<b>moy.</b>	<b>1.85</b>	<b>moy.</b>	<b>1.93</b>	<b>moy.</b>	<b>1.94</b>	<b>moy.</b>	<b>1.88</b>
<b>écart-type</b>	<b>0.5</b>	<b>écart-type</b>	<b>0.5</b>	<b>écart-type</b>	<b>1.0</b>	<b>écart-type</b>	<b>0.5</b>

Tableau : Densité apparente humide en fonction de la teneur en argile pour 30% HR

N.B. : L'écart-type est en %

% Kaol	d						
5	1.88	10	1.95	15	1.94	25	1.91
5		10	1.94	15	1.93	25	1.92
5		10	1.94	15	1.93	25	1.91
<b>moy.</b>	<b>1.88</b>	<b>moy.</b>	<b>1.94</b>	<b>moy.</b>	<b>1.93</b>	<b>moy.</b>	<b>1.91</b>
<b>écart-type</b>	<b>0.0</b>	<b>écart-type</b>	<b>0.5</b>	<b>écart-type</b>	<b>0.5</b>	<b>écart-type</b>	<b>0.5</b>

Tableau : Densité apparente humide en fonction de la teneur en argile pour 90% HR  
N.B. : L'écart-type est en %

Notons que les résultats sont exprimés en terme de densité humide mais que la différence par rapport aux densités sèches est négligeable. On obtient donc les mêmes résultats pour des densités apparentes sèches.

Les différences observées en terme de densité humide entre les différentes humidité de stockage ne sont pas liées à la quantité d'eau présente dans l'éprouvette (voir plus bas) mais aux aléas de fabrication des éprouvettes.

### B. Teneur en eau

Les résultats ci-dessous sont des moyennes obtenues sur 3 à 5 éprouvettes pour chaque couple (% argile, % HR). L'écart-type est faible.

	5% argile	10% argile	15% argile	25% argile
30% HR	0.08%	0.14%	0.14%	0.28%
55% HR	0.10%	0.16%	0.22%	0.34%
90% HR	0.22%	0.38%	0.44%	0.68%

Tableau : Teneur en eau des éprouvettes en fonction de l'humidité relative de stockage

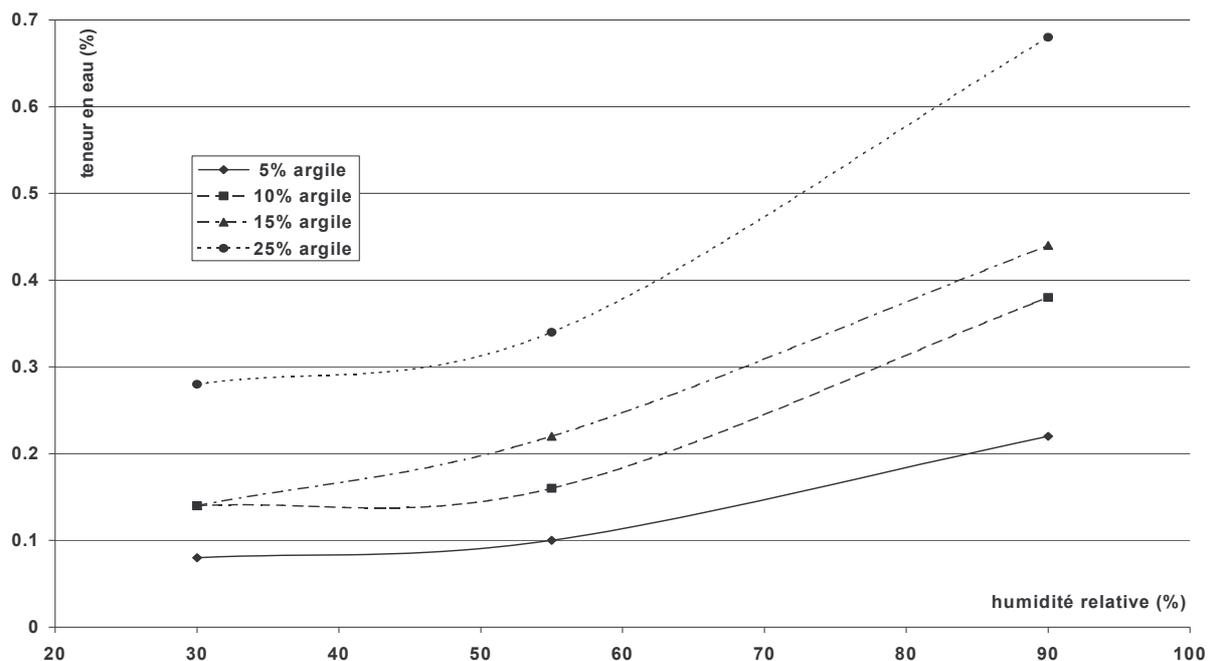


Figure 31 : Teneur en eau en fonction de l'humidité relative de stockage pour différentes teneurs en argile

Plus l'humidité relative de stockage augmente, plus la teneur en eau des éprouvettes augmente. Plus la teneur en argile augmente, plus la teneur en eau augmente pour une même humidité relative, ce qui signifie que c'est principalement l'argile qui stocke l'eau. Notons également qu'il est probable que les courbes de la figure 31 soient 'simplifiées' dans le sens où il existe vraisemblablement un pallier à une valeur d'humidité relative proche de 70%, correspondant à la condensation capillaire pour des grains de sable de la granulométrie choisie. Malheureusement, nous n'avons pas disposé du temps nécessaire pour réaliser des mesures plus complètes.

Les variations de teneur en eau n'ont pas d'influence sur les densités humides mesurées car la variation de poids provoquée par la présence de l'eau est négligeable par rapport aux variations de densités dues au mode d'élaboration des éprouvettes.

### **C. Porosité totale**

Les échantillons passés au porosimètre au mercure proviennent de différentes éprouvettes. Pour chaque teneur en argile, on teste des échantillons provenant de trois éprouvettes différentes (1-2-3). Les lettres a-b-c signifient que l'on prélève trois échantillons dans une même éprouvette. Les lettres h-m-b signifient que l'on prélève trois échantillons dans une éprouvette en haut (h), au milieu (m) et en bas (b) de l'éprouvette.

<b>% kaol</b>	<b>échantillon</b>	<b>porosité %</b>	<b>% kaol</b>	<b>échantillon</b>	<b>porosité %</b>
5	5-1a	25.8	10	10-1b	26.2
5	5-1b	23.9	10	10-1h	26.5
5	5-1c	26.9	10	10-1m	25.9
5	5-2	25.6	10	10-2	25.8
5	5-3	26.6	10	10-3	24.7
<b>5</b>	<b>moyenne</b>	<b>25.8</b>	<b>10</b>	<b>moyenne</b>	<b>25.8</b>
<b>% kaol</b>	<b>échantillon</b>	<b>porosité %</b>	<b>% kaol</b>	<b>échantillon</b>	<b>porosité %</b>
15	15-1m	25.2	25	25-1h	22.1
15	15-1b	27.5	25	25-1m	24.6
15	15-2	24.3	25	25-2	25.7
15	15-3	22.8	25	25-3	25.5
<b>15</b>	<b>moyenne</b>	<b>25.0</b>	<b>25</b>	<b>moyenne</b>	<b>24.5</b>

Tableau : Porosité obtenue par porosimétrie au mercure (Pme)

Les porosités macroscopiques sont calculées pour toutes les éprouvettes dont la géométrie est fiable (éprouvettes cylindriques régulières et sans fluctuation de hauteur importante).

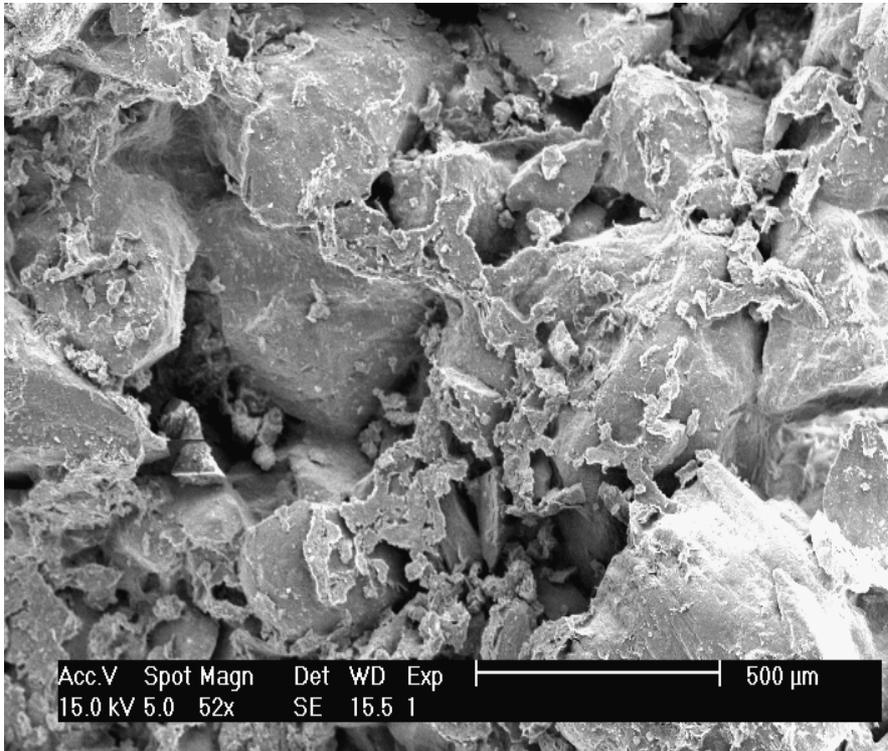
% Kaol	porosité	% Kaol	porosité	% Kaol	porosité	% Kaol	porosité
5	28.9%	10	28.9%	15	26.6%	25	26.9%
5	29.6%	10	28.7%	15	26.5%	25	26.2%
5	29.7%	10	25.3%	15	27.5%	25	27.6%
5	29.6%	10	27.2%	15	25.9%	25	26.3%
5	31.4%	10	27.5%	15	26.1%	25	27.7%
5	31.5%	10	27.3%	15	26.6%	25	29.4%
5	30.1%	10	27.5%	15	28.0%	25	30.3%
5	28.7%	10	28.2%	15	27.3%	25	31.0%
5	28.4%	10	26.7%	15	27.2%	25	32.3%
5	31.5%	10	26.8%	15	26.6%	25	28.2%
5	31.4%	10	27.5%	15	27.3%	25	27.8%
5	31.2%						
<b>5</b>	<b>30.2%</b>	<b>10</b>	<b>27.4%</b>	<b>15</b>	<b>26.9%</b>	<b>25</b>	<b>28.5%</b>

Tableau: Porosité macroscopique (Pma)

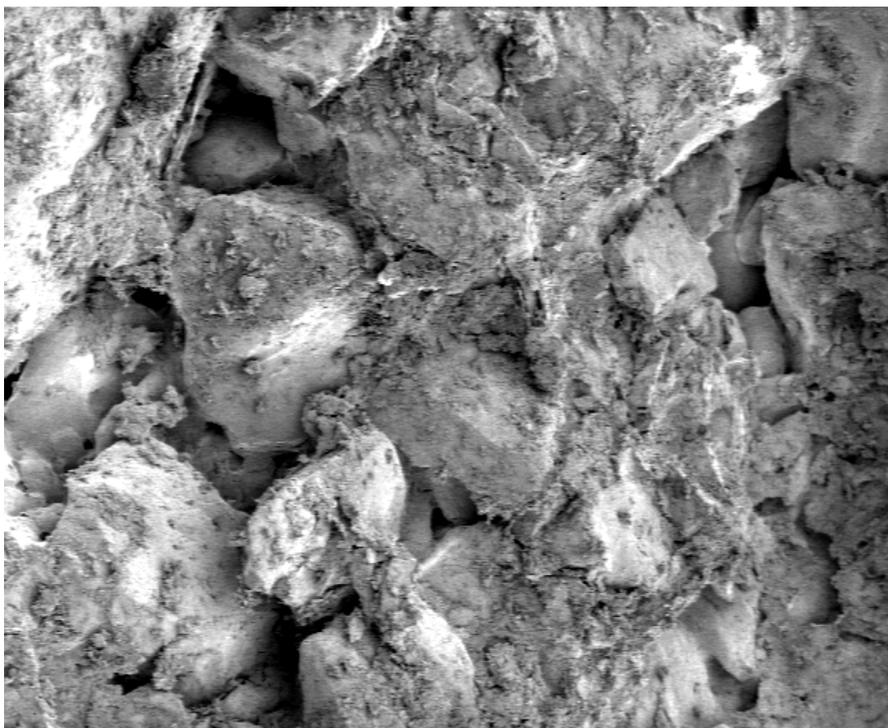
La porosité mesurée par porosimétrie au mercure (Pme) ne correspond pas à la porosité mesurée macroscopiquement (Pma). La Pme varie entre 22.1% et 27.5% alors que la Pma varie entre 25.3% et 32.3%. La Pme diminue très légèrement quand on augmente la teneur en argile alors que la Pma est minimale pour 15% d'argile. La technique de porosimétrie au mercure n'est pas adéquate pour mesurer la porosité totale d'éprouvettes. La Pme n'a pas accès aux pores de diamètres inférieurs à 3nm et supérieurs à 360µm et à la porosité fermée. Il est donc normal que la Pme soit plus faible que la Pma. La quantité de pores que la Pme ne 'voit' pas augmente avec la teneur en argile, ce qui signifie que les éprouvettes à 25% d'argile ont soit davantage de pores supérieurs à 360 µm, donc des défauts plus grands générés lors de l'élaboration des éprouvettes, soit davantage de pores inférieurs à 3 nm, pores qui peuvent être internes à la structure de la kaolinite. De plus, la taille des échantillons utilisés pour la porosimétrie au mercure n'est pas représentative d'une éprouvette entière.

## ***D. Etude de la microstructure par imagerie M.E.B.***

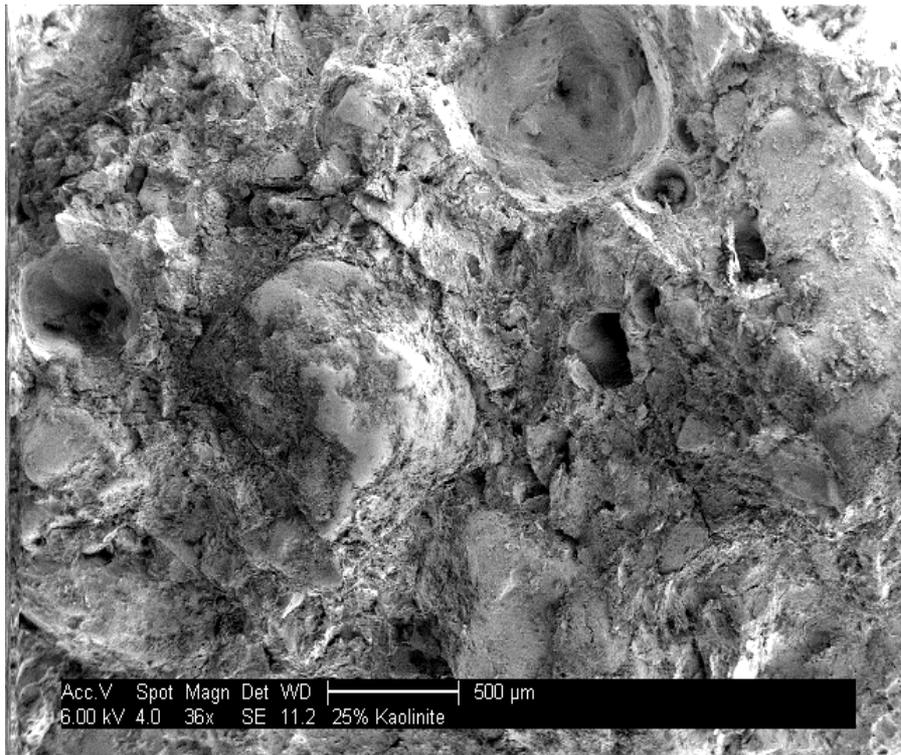
### **1) Vue générale et éléments constitutifs**



Mélange à 5% d'argile

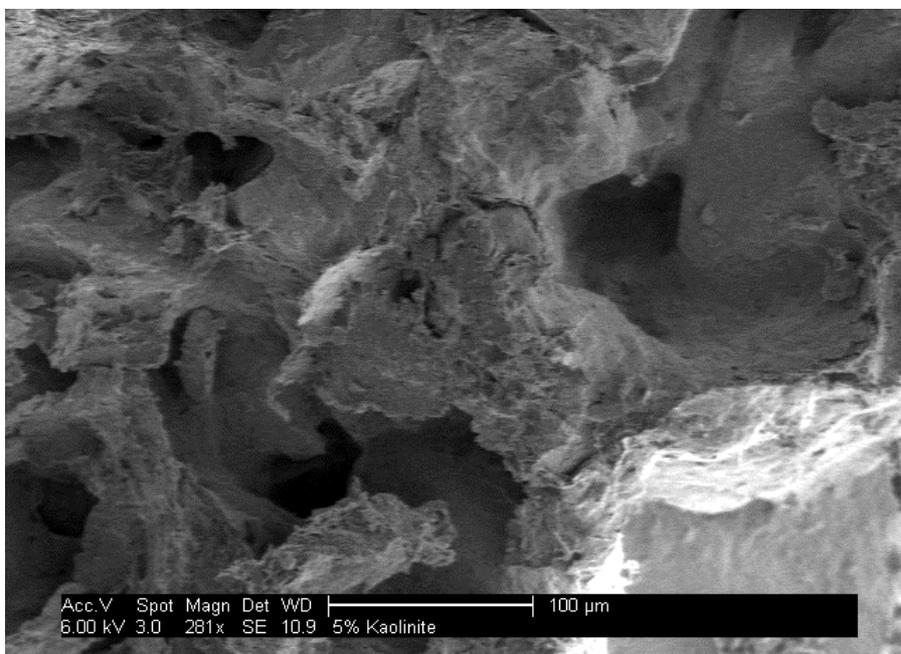


Mélange à 10% d'argile



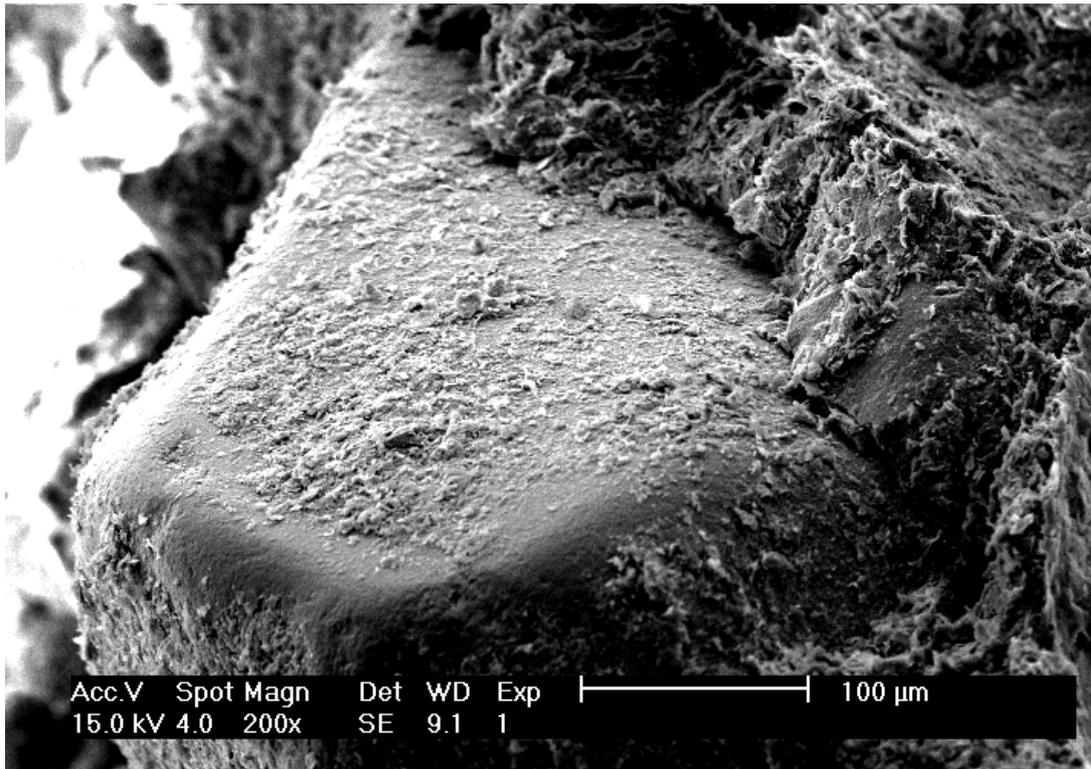
Mélange à 25% d'argile

Plus la teneur en argile est importante, moins les grains de sable sont visibles. L'argile forme plutôt des agrégats collés aux grains de sable pour une teneur en argile faible. L'argile forme plutôt une matrice autour des grains de sable pour une teneur en argile élevée.

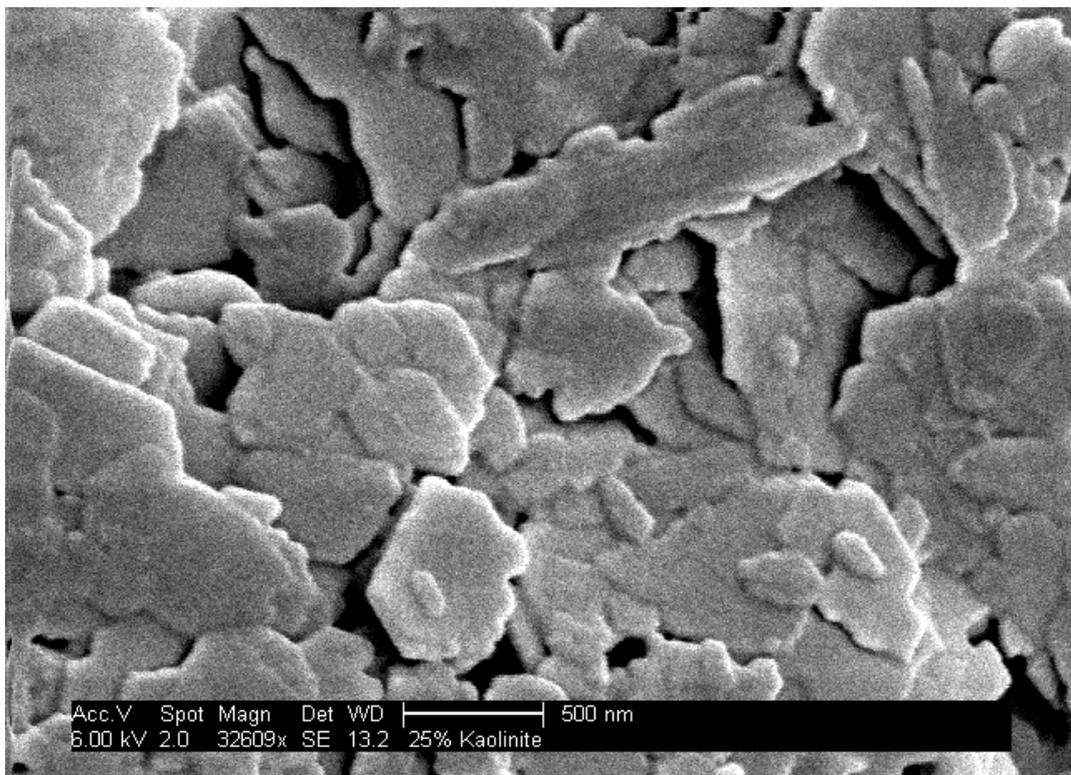


Porosité interconnectée

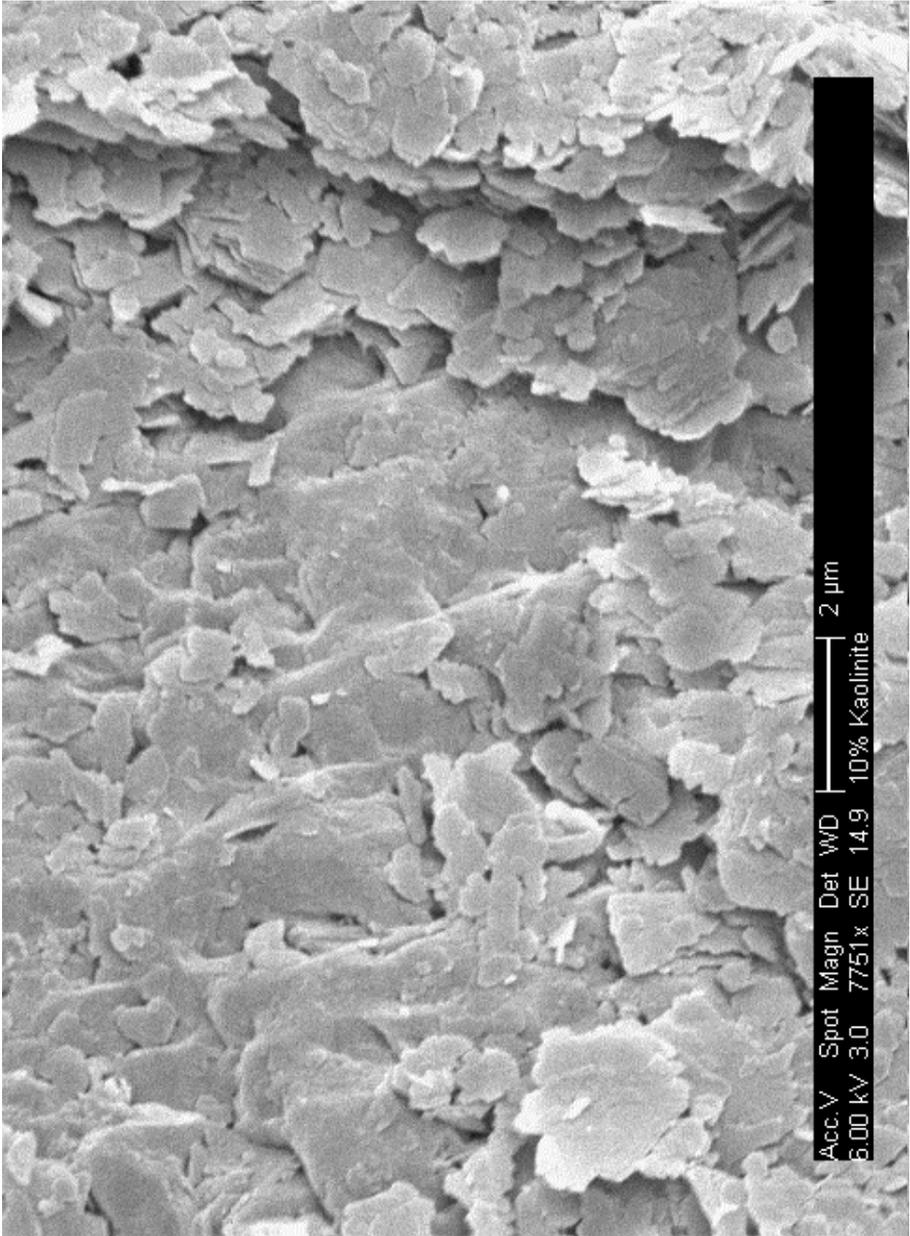
La porosité est interconnectée et tortueuse.



Grain de sable et argile

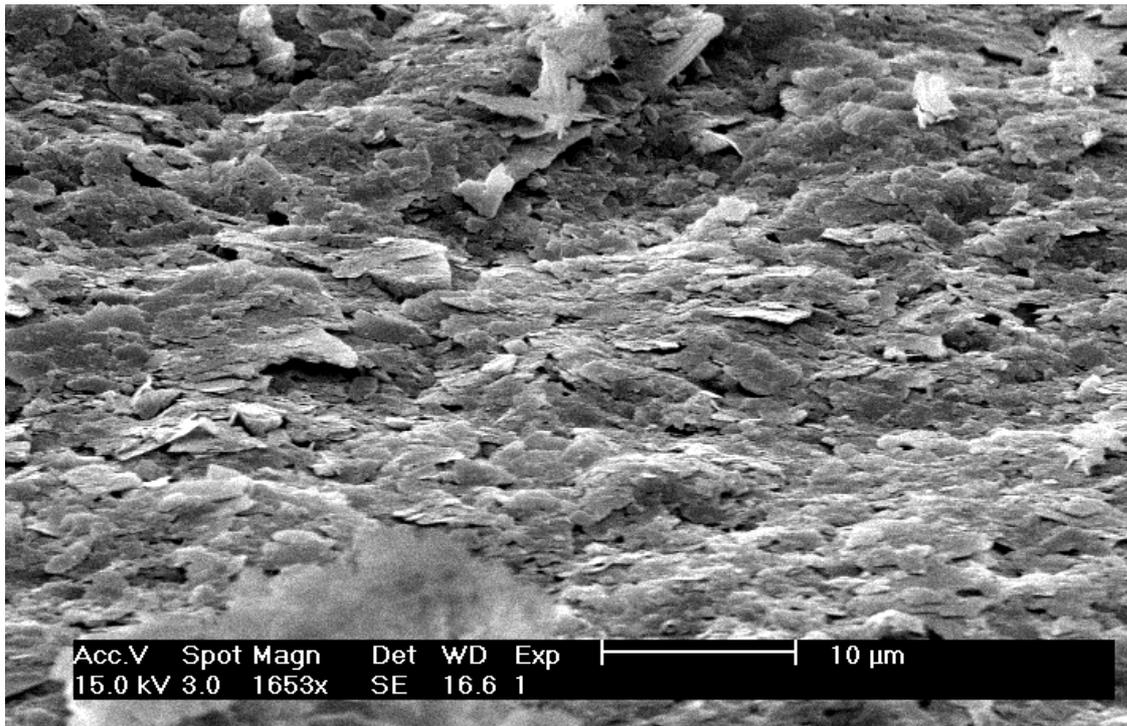


particules de kaolinite

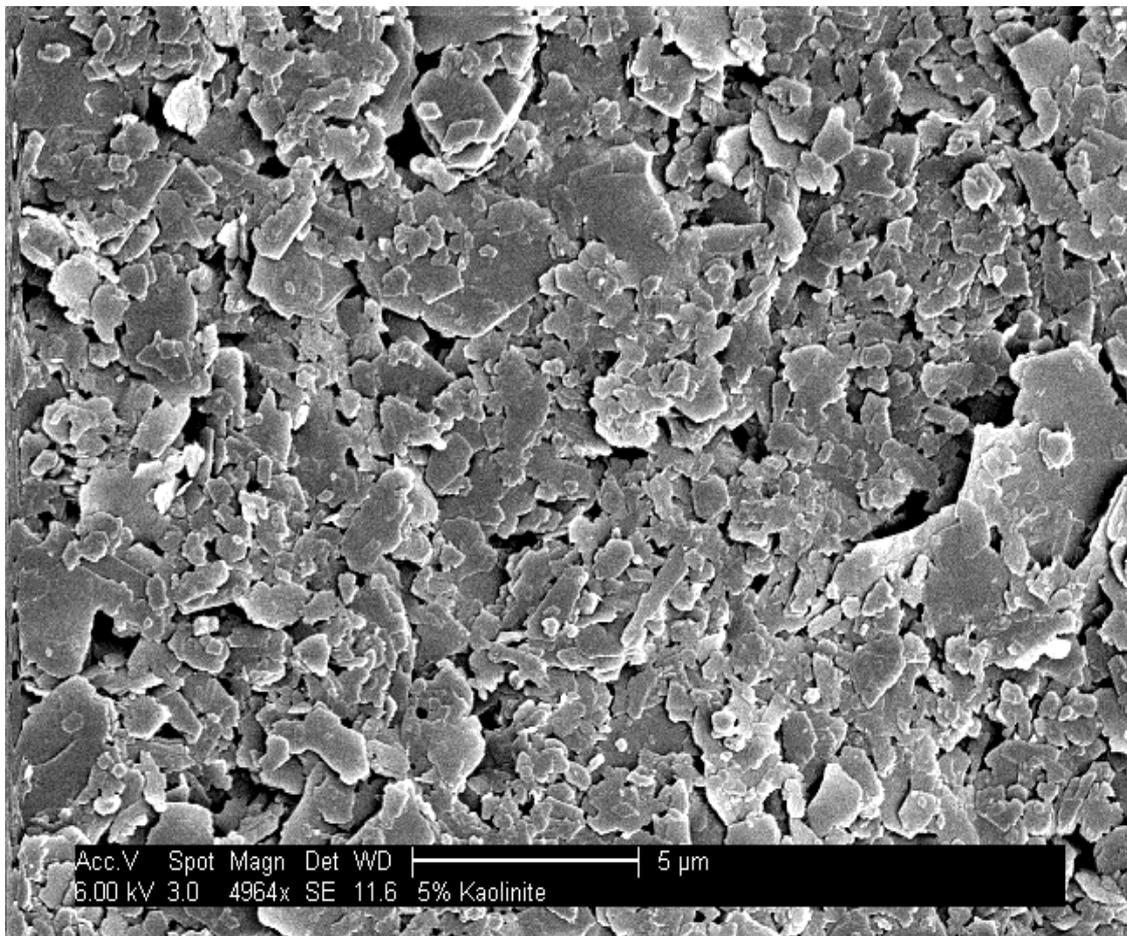


particules de kaolinite

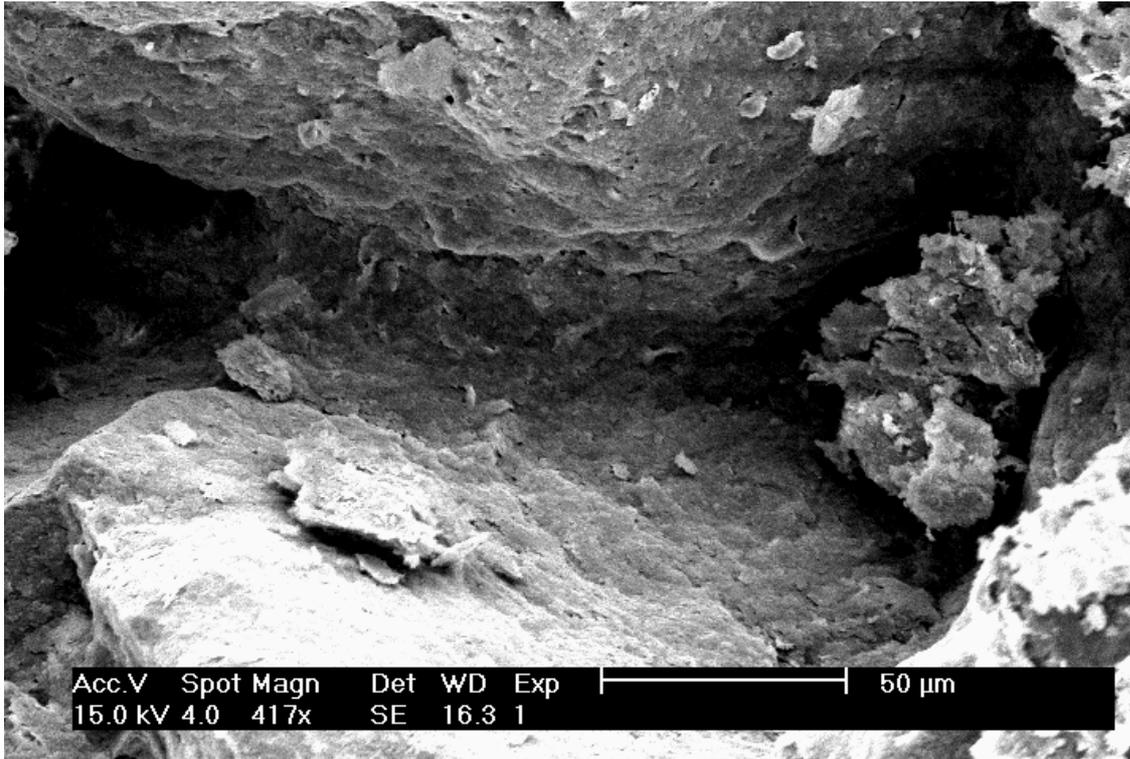
## 2) Texture



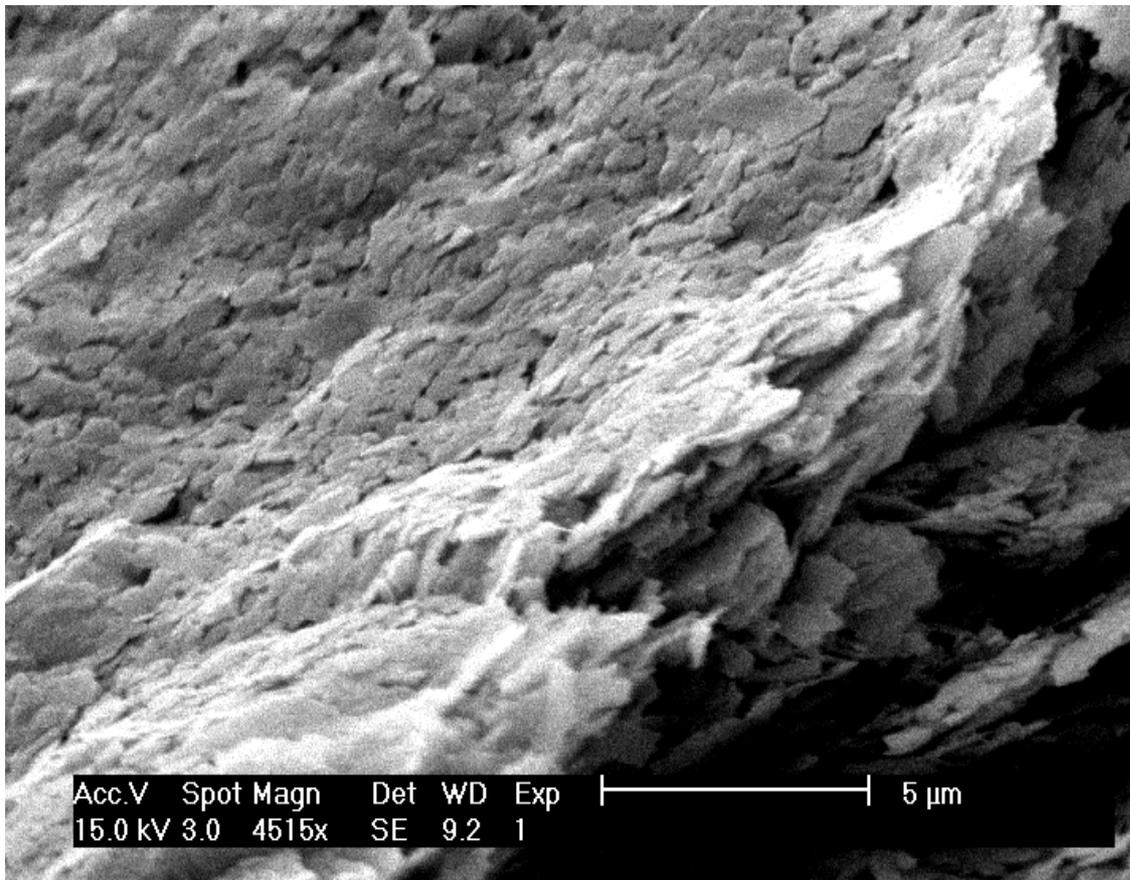
enrobage d'argile (intérieur de porosité ou enrobage de grain)



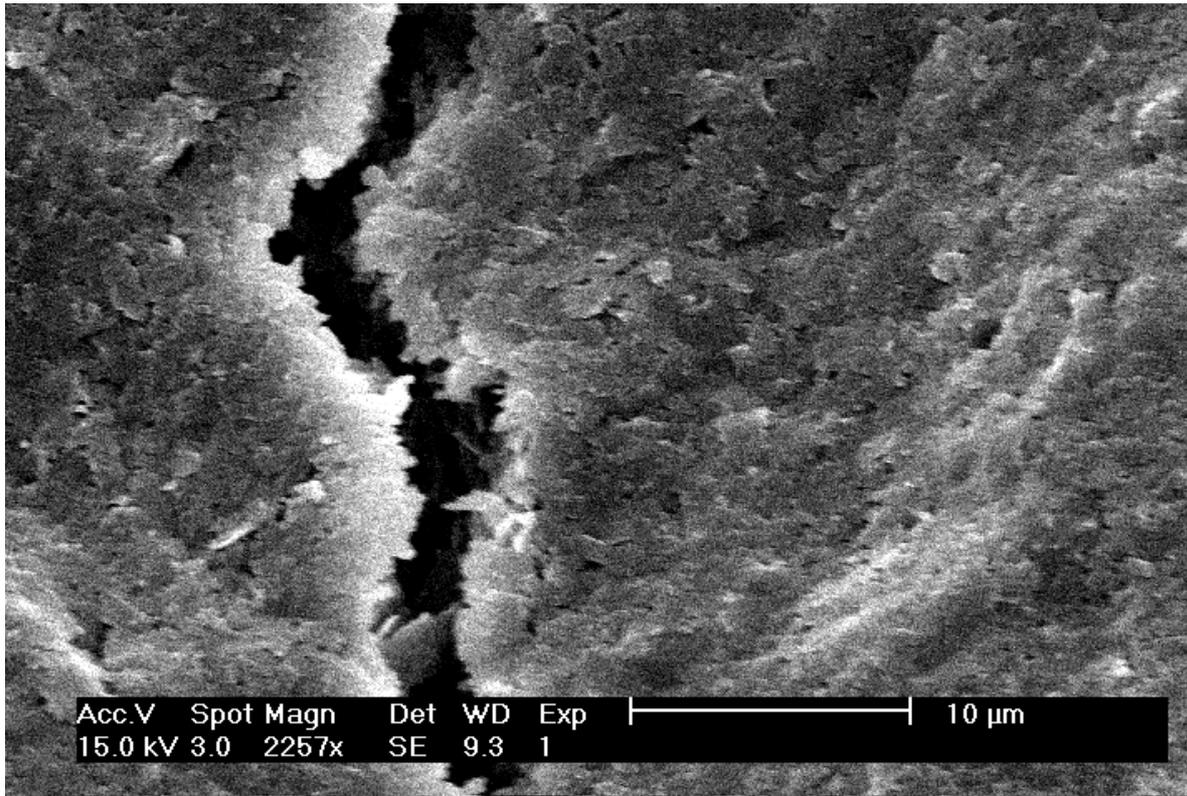
enrobage d'argile (intérieur de porosité ou enrobage de grain)



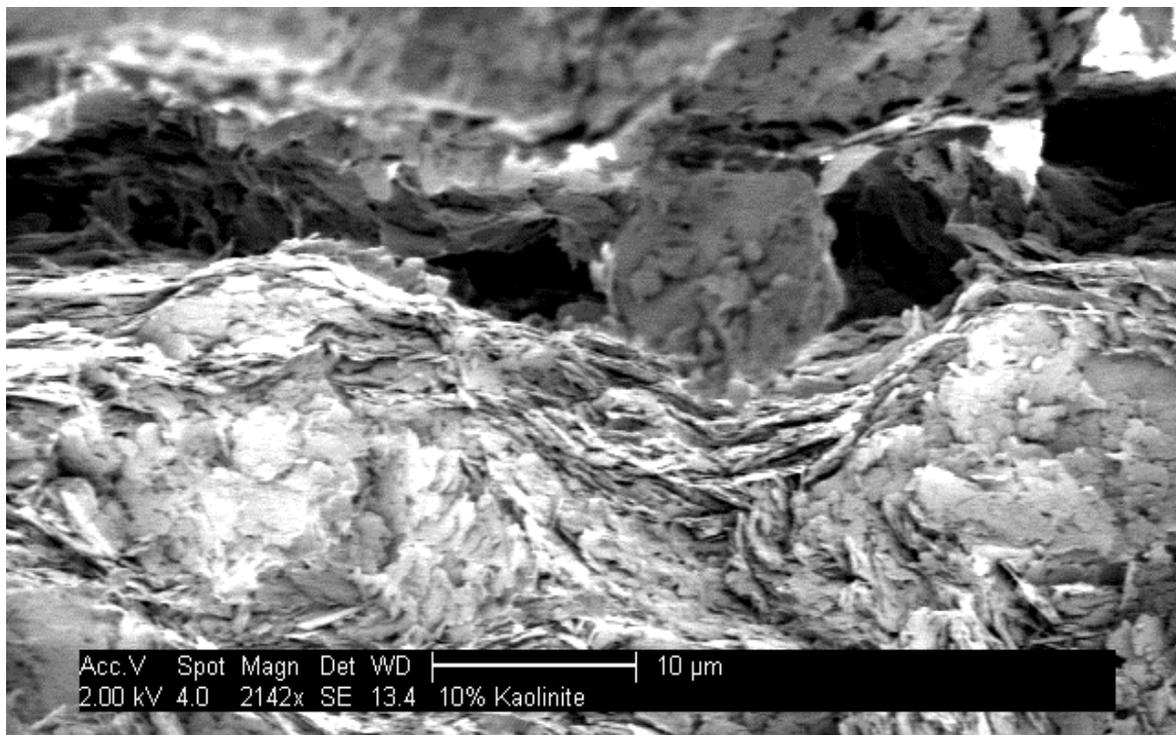
connexion argileuse entre deux grains



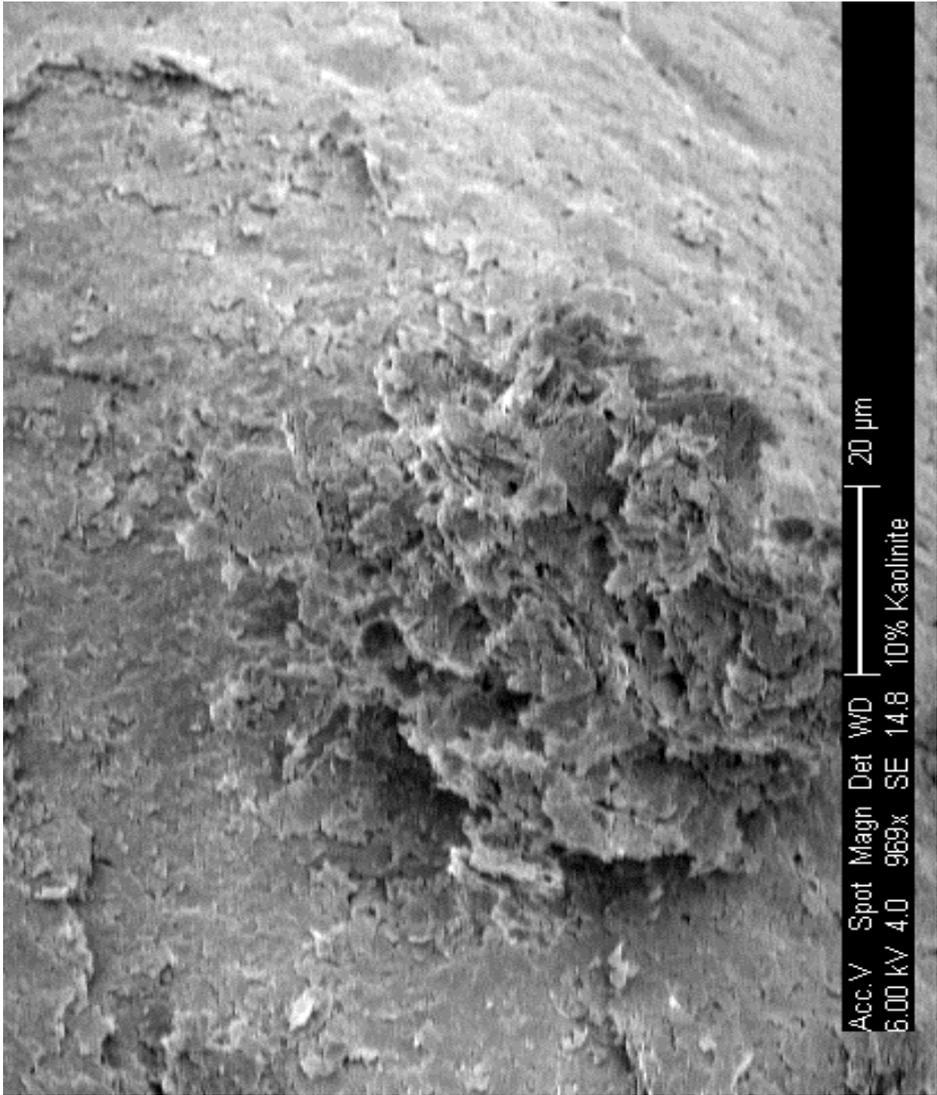
bord arraché de porosité, plaquettes d'argile orientées



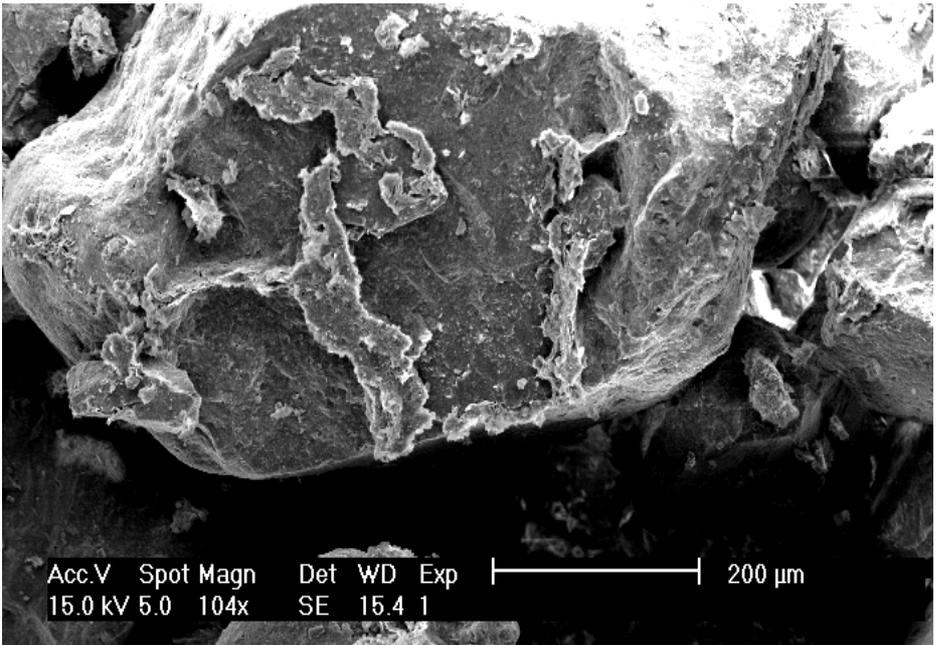
microfissures dans l'argile



plaquettes d'argiles orientées en bord de porosité ou de fissures



agrégat d'argile



agrégats d'argile sur des grains de sable

Les particules argileuses peuvent être orientées (face contre face) en fond de porosité, en bord de grains de sable arrachés, en enrobage de grains de sable, ou encore le long des microfissures. Les particules d'argile peuvent aussi former des agrégats de taille variable, qui peuvent être homogènes (les particules sont plutôt associées en bord-face ou en bord-bord) ou floconneux (les plaquettes s'orientent sous forme grossièrement sphérique). Les liens entre les grains de sable et les particules d'argile peuvent se faire sous la forme de pont argileux entre deux grains, d'enrobage d'argile autour du grain. L'anisotropie des particules argileuses dépend de la quantité d'eau ajoutée lors du mélange, de la procédure de compactage et de la procédure de séchage. Etant donné que les échantillons sont séchés à 110°C avant d'être analysés, la texture argileuse est certainement modifiée durant cette étape, à cause du retrait de l'eau.

### E. Etude de la microstructure par distribution des pores

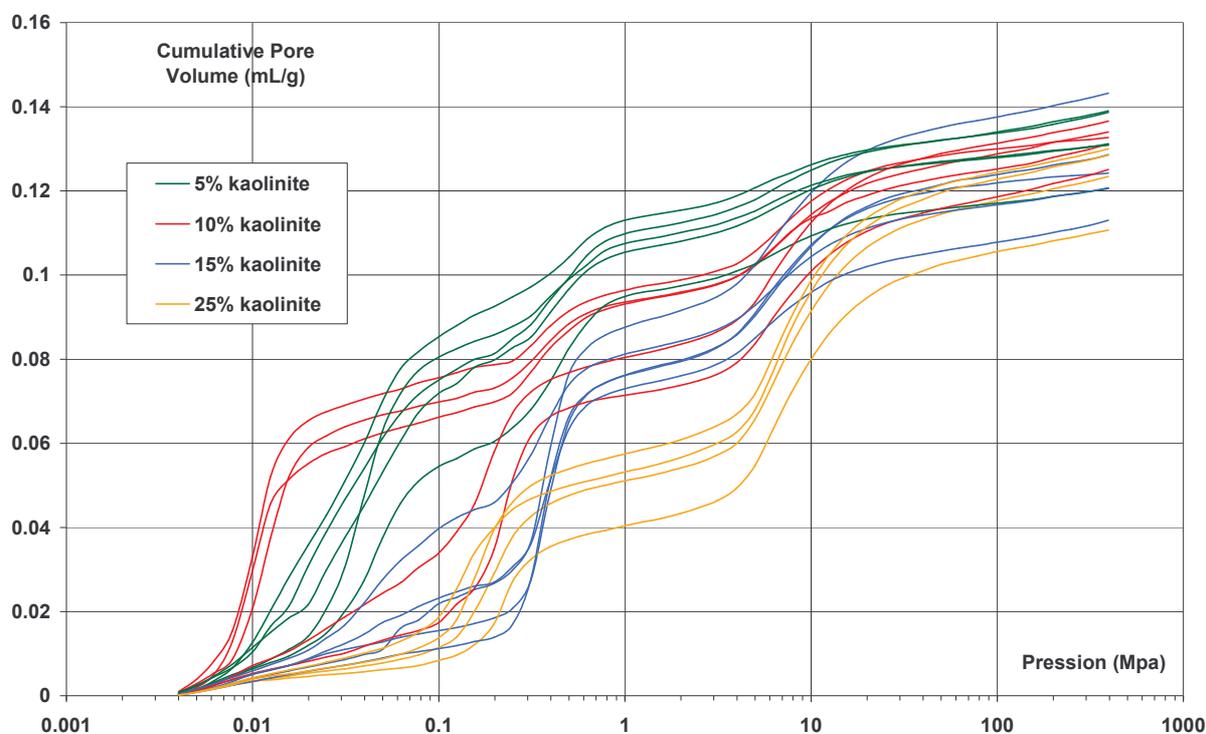


Figure 44 : Volume d'intrusion de mercure (mL/g) en fonction de la pression appliquée (MPa)

Sur cette figure, les courbes représentant le volume d'intrusion de mercure en fonction de la pression appliquée ont une allure spécifique pour chaque teneur en argile. Chaque composition influe donc sur la répartition des pores. Les échantillons à 5% et à 25% de kaolinite sont plus reproductibles que ceux à 10% et 15% de kaolinite. Globalement, le volume totale d'intrusion de mercure reste le même (entre 0,11 et 0,15 mL/g), ce qui correspond finalement à une porosité totale proche.

Afin d'analyser plus facilement les résultats, nous représentons les courbes de volume d'intrusion de mercure (mL/g) en fonction du diamètre équivalent de pores ( $\mu\text{m}$ ), même si l'on sait que les pores ne sont pas cylindriques.

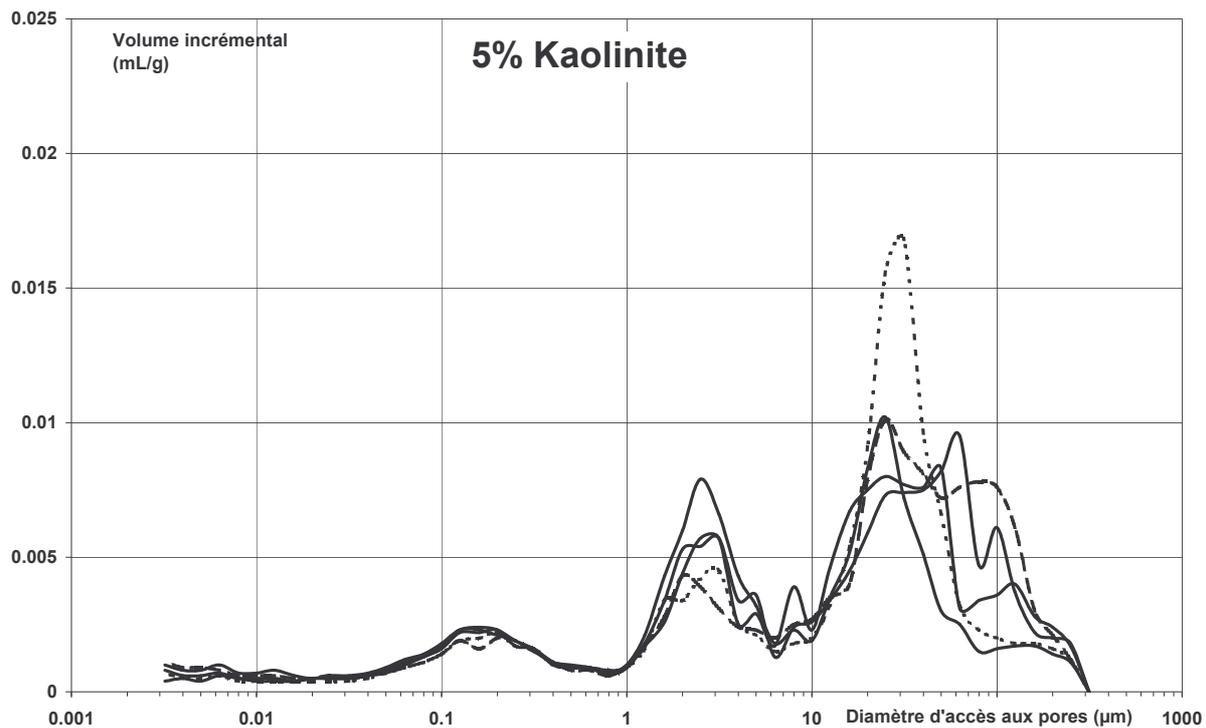


Figure 45 : volume d'intrusion (mL/g) en fonction du diamètre équivalent de pores ( $\mu\text{m}$ ) pour les échantillons à 5% de kaolinite (5 échantillons)

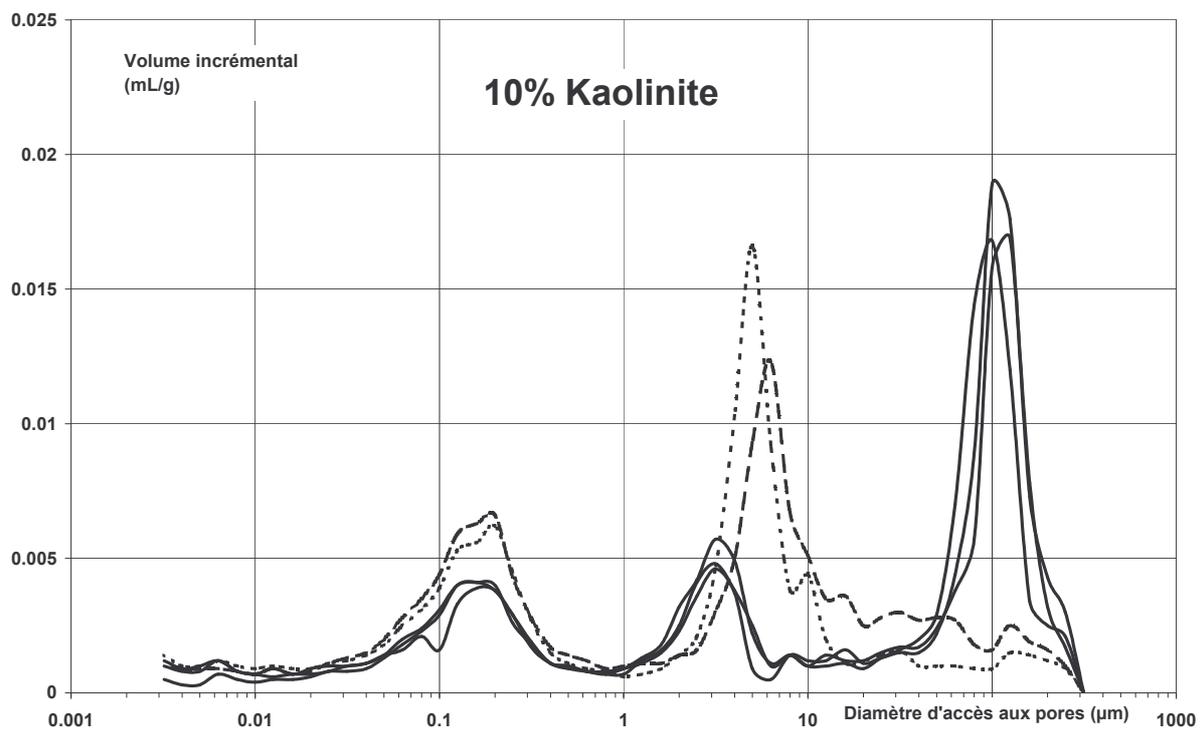


Figure 46 : volume d'intrusion (mL/g) en fonction du diamètre équivalent de pores ( $\mu\text{m}$ ) pour les échantillons à 10% de kaolinite (5 échantillons)

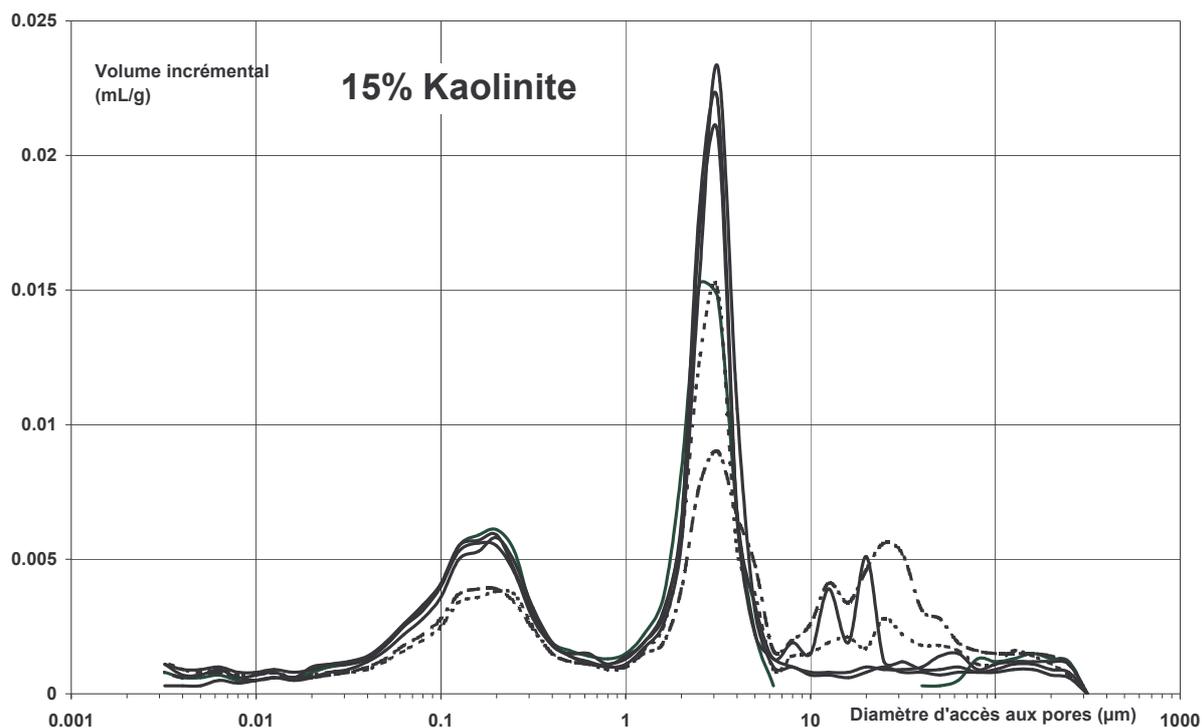


Figure 47 : volume d'intrusion (mL/g) en fonction du diamètre équivalent de pores ( $\mu\text{m}$ ) pour les échantillons à 15% de kaolinite (5 échantillons)

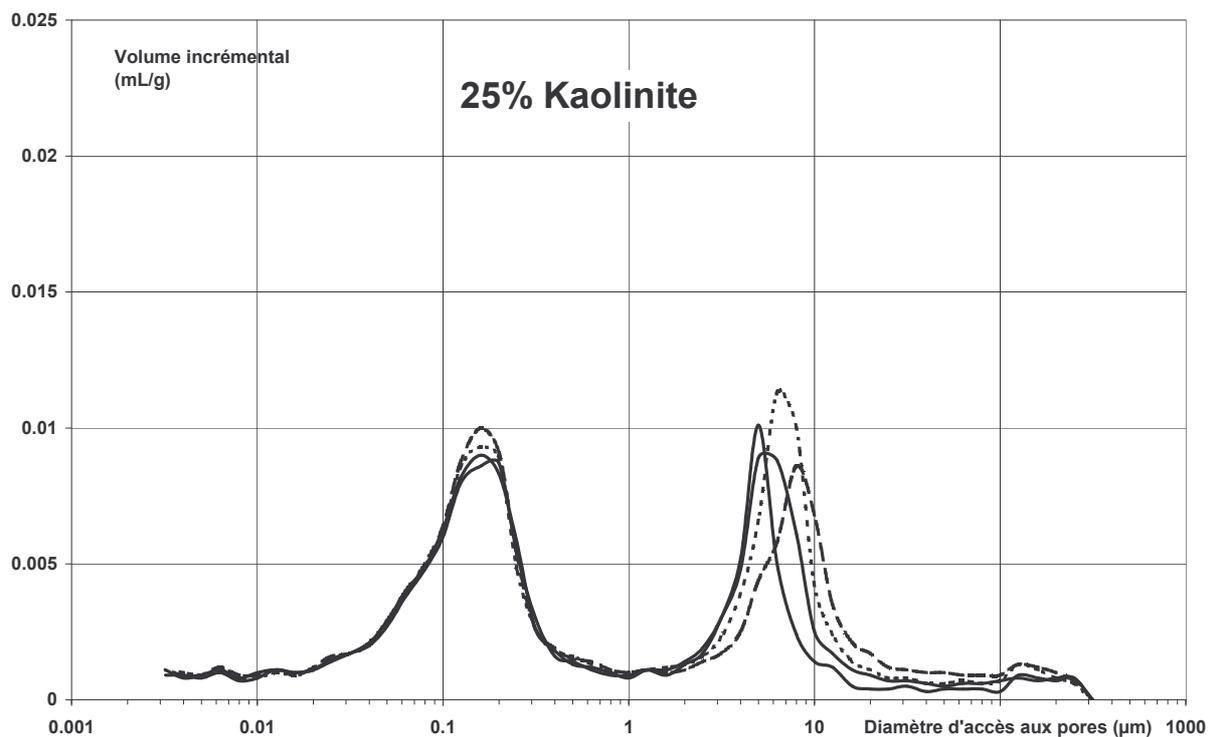


Figure 48 : volume d'intrusion (mL/g) en fonction du diamètre équivalent de pores ( $\mu\text{m}$ ) pour les échantillons à 25% de kaolinite (4 échantillons)

Chaque type de trait (plein, grand pointillé, petit pointillé) correspondent à des échantillons prélevés sur des éprouvettes différentes. Plusieurs courbes en trait plein signifient que l'on a prélevé plusieurs échantillons sur une seule éprouvette (en haut, au milieu, en bas).

Globalement, les résultats sont reproductibles lorsque l'on prélève plusieurs échantillons sur une seule éprouvette, ce qui signifie que nos éprouvettes ont une répartition de pores identique sur toute leur hauteur. Nous avons donc là un résultat nous confirmant l'homogénéité de nos éprouvettes.

Par contre, les courbes obtenues pour différentes éprouvettes avec la même teneur en argile ne sont pas forcément reproductibles, ce qui signifie que la mise en œuvre du matériau a une grande influence sur sa porosité, surtout pour les matériaux à faible teneur en argile (5% et 10%).

Globalement, on remarque trois familles de pores : la première (famille 1) correspond à un diamètre équivalent entre 0.01 et 1  $\mu\text{m}$  centré sur 0.2  $\mu\text{m}$  ; la deuxième (famille 2) correspond à un diamètre équivalent entre 1 et 10  $\mu\text{m}$  ; enfin la troisième famille (famille 3) correspond à un diamètre équivalent compris entre 10 et 300  $\mu\text{m}$ .

La **famille 1** est présente et identique quel que soit la teneur en argile et sa présence augmente lorsque la teneur en argile augmente. Cette porosité correspond à l'espace poral inter-particules et intra-agrégats de l'argile et résulte de l'arrangement des plaquettes d'argile dans les agrégats ou dans la matrice argileuse. Cette porosité est donc représentative du matériau argileux, ce qui pourrait être vérifié sur des échantillons d'argile pure.

Les **familles 2 et 3** sont dispersées à la fois pour des teneurs en argile différentes et pour les mêmes teneurs en argile. Les résultats pour les éprouvettes à **25% d'argile** sont reproductibles avec la famille 2 centrée sur un diamètre équivalent entre 5 et 8  $\mu\text{m}$  et la famille 3 inexistante. Les résultats pour les éprouvettes à **15% d'argile** sont globalement reproductibles. La famille 2 est centrée sur 2.5 $\mu\text{m}$  et est très représentée tandis que la famille 3 comprise entre 7 et 70  $\mu\text{m}$  est dispersée, non centrée, et beaucoup moins représentée que la famille 2 voire inexistante pour certains échantillons. Les résultats pour les éprouvettes à **10% d'argile** sont différents selon les échantillons. Pour certains, la famille 2 est centrée sur 5 $\mu\text{m}$  environ tandis que la famille 3 est inexistante, pour d'autres, la famille 2 est centrée sur 3 $\mu\text{m}$  et la famille 3 sur 100 $\mu\text{m}$ . Les résultats pour les éprouvettes à **5% d'argile** montrent que la famille 2 est centrée sur 2-3 $\mu\text{m}$  et la famille 3 n'est pas centrée, dispersée entre 10 et 200  $\mu\text{m}$ .

La porosité des familles 2 et 3 correspond globalement à l'espace poral entre les agrégats d'argile et les grains de sable et est générée par l'empilement ou l'assemblage des agrégats d'argile et des grains entre eux. Cette porosité est donc caractéristique du mode d'élaboration des éprouvettes et de la granulométrie du sable de notre mélange. La famille 2 est plus davantage liée à la granulométrie du sable et à l'arrangement des grains de sable entre eux, tandis que la famille 3 est davantage liée au remplissage plus ou moins complet des pores, qui sont dus à l'arrangement des grains de sable, par la kaolinite. La famille 3 est donc aussi liée au mode d'élaboration des éprouvettes.

Rappelons que pour des raisons expérimentales (pénétrètres trop petits), la taille des échantillons est certainement trop faible par rapport à la microstructure des matériaux, ce qui peut expliquer la dispersion sur les pores les plus gros à 10% et 15% d'argile.

Il est évident que ces résultats sont à multiplier sur d'autres éprouvettes afin de confirmer ou d'infirmer les tendances observées. Il faudrait calculer le volume de chacune des familles. Il serait également judicieux de relier le volume d'intrusion de mercure au « nombre de pores équivalents » afin de mesurer la représentativité de nos échantillons (en taille). Ceci peut être

réalisé en traçant la variation de volume sur la variation de pression en fonction de la pression appliquée. Il serait également intéressant de réaliser des analyses de porosité avant et après essais mécaniques afin d'observer les éventuelles fermetures de pores et/ou ouvertures de microfissures sous contrainte mécanique. Il serait enfin intéressant de réaliser des essais sur kaolinite seule afin d'observer la répartition des pores dans la matrice argileuse.

## II. Comportement mécanique en compression uniaxiale

### A. Description du comportement

#### 1) Comportement général

L'observation d'une éprouvette pendant l'essai mécanique nous fournit quelques informations. L'éprouvette reste macroscopiquement intacte au moins jusqu'au pic de contrainte. Après le pic de contrainte, l'éprouvette commence à se fissurer macroscopiquement à la surface et la rupture est progressive et non brutale. Des morceaux de l'éprouvette se désagrègent, les grains se détachent et tombent puis une macrofissure apparaît (localisation) et provoque la rupture en bande de cisaillement. La rupture n'est donc ni fragile (cas de rupture brutale sans déformation plastique), ni ductile, mais plutôt de type quasi-fragile. On n'observe pas de différences en fonction de la teneur en argile des éprouvettes.



Eprouvette fissurée après l'essai mécanique

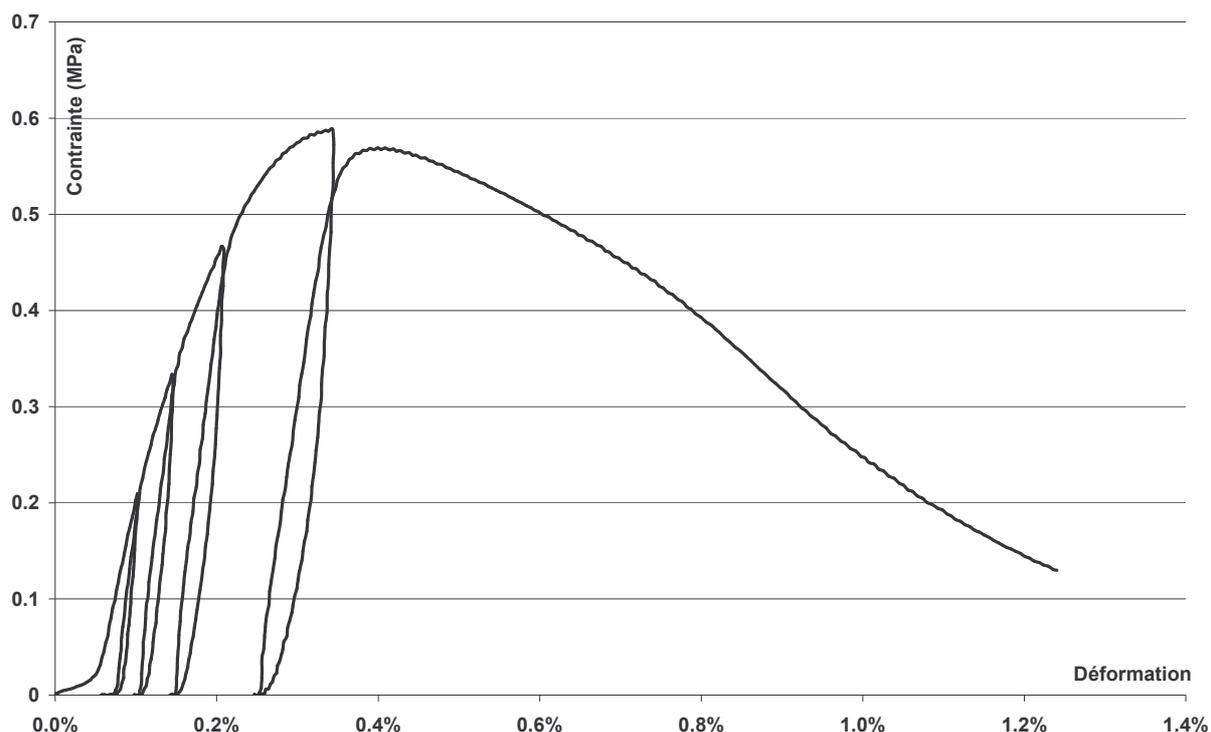


Figure 32 : Courbe contrainte-déformation typique

La courbe typique contrainte-déformation a les caractéristiques suivantes, en ce qui concerne les essais réalisés sur éprouvettes stockées à 55% d'humidité relative. Le comportement global est non linéaire, même si la courbe est faiblement linéaire (présence d'une faible déformation élastique) au début du chargement puis devient progressivement fortement non linéaire. Les déformations jusqu'au pic varient entre 0.3% et 1%, correspondant à des déplacements entre 0.3mm et 1mm, c'est-à-dire de l'ordre de la taille des plus gros grains. La déformation totale jusqu'à rupture peut aller jusqu'à 2.5%, soit un déplacement de 2.5mm. La terre possède donc une très faible déformabilité et n'est pas ductile, ce qui en fait un matériau quasi-fragile. Les contraintes maximales varient entre 0.3 et 0.7 MPa, ce qui est faible pour un matériau de construction. La pente de la courbe dans la partie pré-pic nous indique difficilement la valeur du module élastique statique (zone élastique linéaire) car on est toujours tributaire de la phase de mise en charge de l'éprouvette. Le domaine élastique réversible est de très faible étendue.

Dans le cas d'essais avec cycles de charge-décharge, on observe d'importantes boucles d'hystérésis. Les déformations irréversibles après décharge sont importantes, ce qui met en évidence un comportement anélastique et donc une déformation plastique et/ou de l'endommagement. Les déformations irréversibles augmentent à chaque cycle, ainsi que la dimension des boucles d'hystérésis. La surface des hystérésis est liée à l'énergie non élastique dissipée pendant le cycle.

Une fois dépassée la phase élastique, la contrainte continue à augmenter avec la déformation. On a donc un phénomène d'écrouissage, c'est-à-dire que le matériau devient plus résistant quand il se déforme.

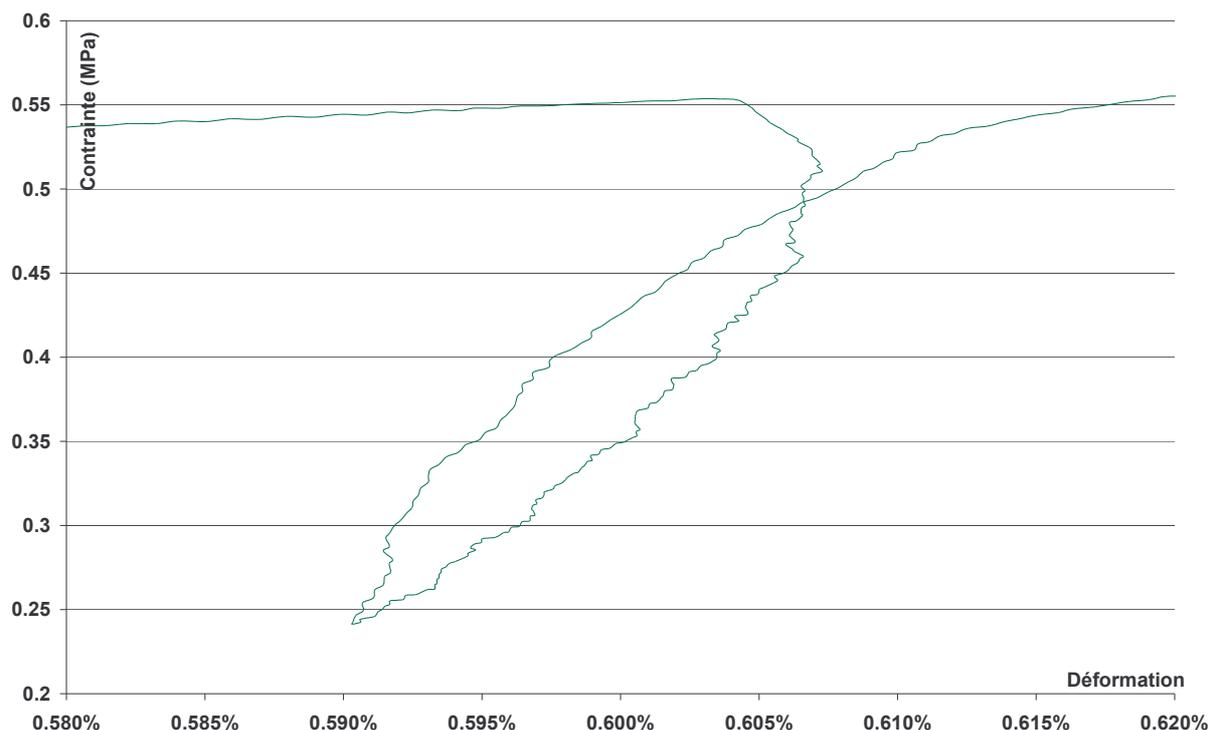


Figure 33 : Détail d'un cycle charge-décharge avant le pic dans une courbe contrainte-déformation

Au tout début de la décharge, l'éprouvette continue à se comprimer même si la contrainte diminue, ce qui peut être interprété comme un phénomène de dilatance.

La courbe présente une partie post-pic correspondant à un comportement post-adoucissant caractérisé par une diminution progressive de la capacité à transférer une contrainte. La déformation augmente alors que la contrainte diminue rapidement. Le comportement post-pic peut être relié à une certaine plasticité macroscopique. On assiste ensuite à la localisation des déformations dans la bande de cisaillement où la rupture apparaît.

La mise en œuvre du matériau n'a pas une grande influence sur son comportement global puisque les courbes se ressemblent toutes.

En conclusion, on a donc un comportement de type quasi-fragile. Les phénomènes responsables de la non-linéarité de la courbe peuvent être l'endommagement ou la plasticité. Il est probable que le comportement allie une part de plasticité et une part d'endommagement en proportions variables selon des paramètres à définir.

## **2) Influence de la composition du mélange et des conditions de stockage**

Le comportement de l'éprouvette lors d'un essai et l'allure de la courbe contrainte-déformation est la même quelle que soit la teneur en argile des éprouvettes.

Le comportement de l'éprouvette lors d'un essai est le même quelle que soit l'humidité relative de stockage. Par contre, l'allure des courbes contrainte-déformation est différente en ce qui concerne les éprouvettes stockées à 90% d'humidité relative. Dans ce cas, la courbe obtenue est plus 'aplatie', c'est-à-dire que la pente avant le pic de contrainte ainsi que la pente après le pic de contrainte sont plus faibles que pour les autres éprouvettes stockées à 30% ou à

55% d'humidité relative. Ainsi, la déformation totale avant rupture est plus grande pour les éprouvettes stockées à 90% d'humidité relative, mais des valeurs sont difficiles à mesurer en raison de la difficulté d'observer le moment où a lieu la rupture. La plasticité augmente donc avec la teneur en eau du mélange.

## B. Contrainte maximale

### 1) Influence de la composition du mélange (teneur en argile)

Les résultats présentés dans cette partie concernent des éprouvettes stockées à 55% d'humidité relative.

% Kaol	Contr. Max.						
5%	0.43	10%	0.61	15%	0.64	25%	0.58
5%	0.42	10%	0.56	15%	0.59	25%	0.64
5%	0.45	10%	0.54	15%	0.62	25%	0.61
5%	0.43	10%	0.58	15%	0.64	25%	0.46
5%	0.38	10%	0.52	15%	0.61	25%	0.46
5%	0.39	10%	0.56	15%	0.62	25%	0.46
5%	0.43	10%	0.55	15%	0.56	25%	0.47
5%	0.37	10%	0.56	15%	0.59	25%	0.51
5%	0.36			15%	0.60	25%	0.53
<b>moy.</b>	<b>0.41</b>	<b>moy.</b>	<b>0.56</b>	<b>moy.</b>	<b>0.61</b>	<b>moy.</b>	<b>0.52</b>
<b>écart type (%)</b>	<b>20</b>	<b>écart type (%)</b>	<b>18</b>	<b>écart type (%)</b>	<b>14</b>	<b>écart type (%)</b>	<b>34</b>

Tableau : Contrainte maximale et teneur en argile

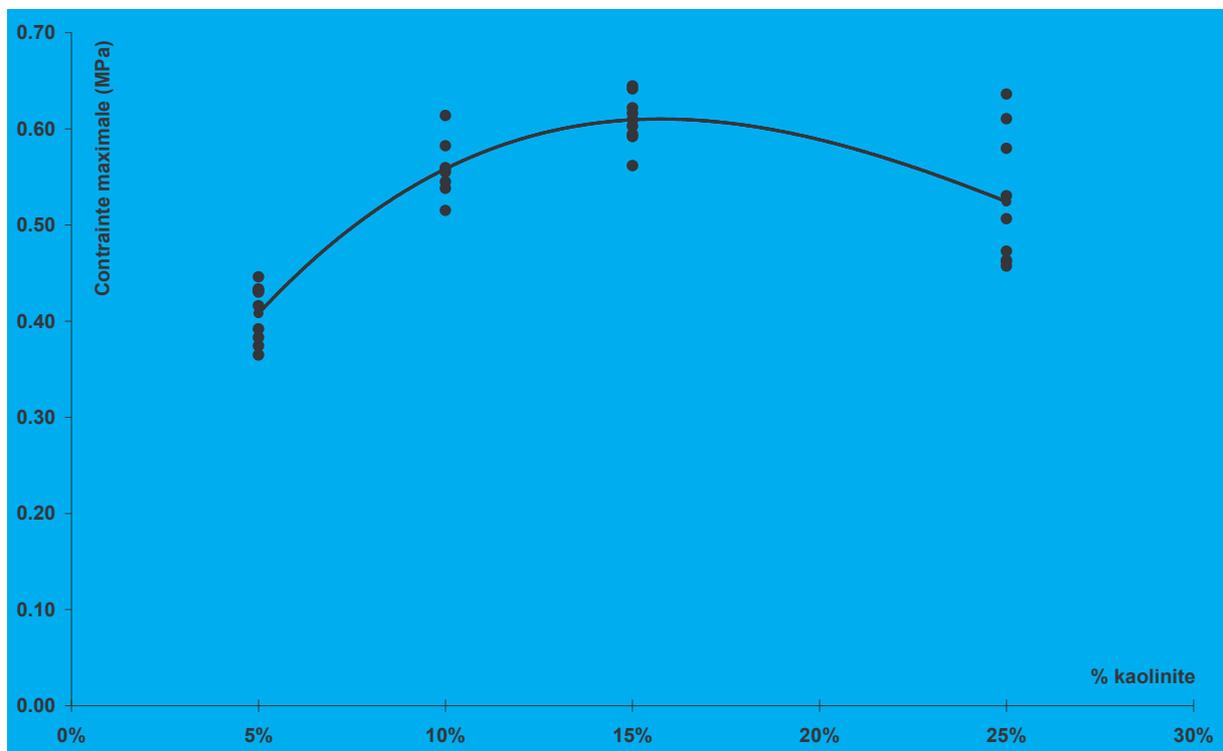


Figure 34 : Contrainte maximale en fonction de la teneur en argile

La contrainte maximale dépend de la teneur en argile du mélange et est maximale pour 15% d'argile.

La courbe contrainte maximale en fonction de la teneur en argile ressemble à la courbe densité apparente humide en fonction de la teneur en argile. Nous avons donc choisi de tracer la contrainte maximale en fonction de la densité apparente **humide**.

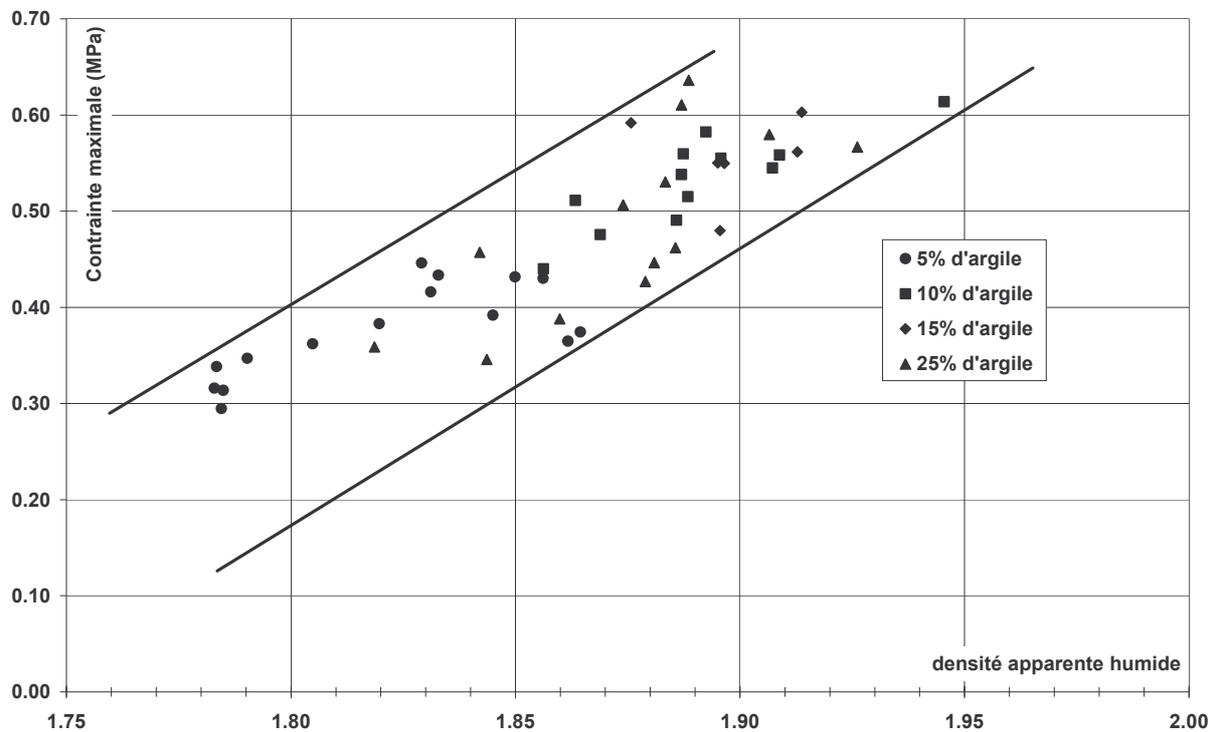


Figure 35 : Contrainte maximale en fonction de la densité apparente **humide** pour différentes teneurs en argile

La contrainte maximale évolue linéairement en fonction de la densité apparente **humide** des éprouvettes. Une plus grande densité est associée à une plus grande contrainte maximale. Les éprouvettes à 15% d'argile sont plus résistantes parce qu'elles ont une densité apparente élevée. De la même manière, les éprouvettes à 5% et à 25% d'argile sont moins résistantes parce qu'elles ont une densité apparente faible. La densité du matériau est donc un paramètre important pour déterminer la résistance en compression.

Les éprouvettes à 25% d'argile ont une densité apparente et une résistance qui varient davantage que les autres éprouvettes car ses propriétés dépendent plus des conditions de mise en œuvre que dans le cas des autres mélanges. La variation des propriétés mécaniques d'un mélange peut s'expliquer par une modification de la texture de l'argile (structure dispersée, floculée, etc.) selon les conditions de mise en œuvre, qui influe d'autant plus sur la résistance que la quantité d'argile est importante.

## 2) Influence des conditions de stockage (humidité relative)

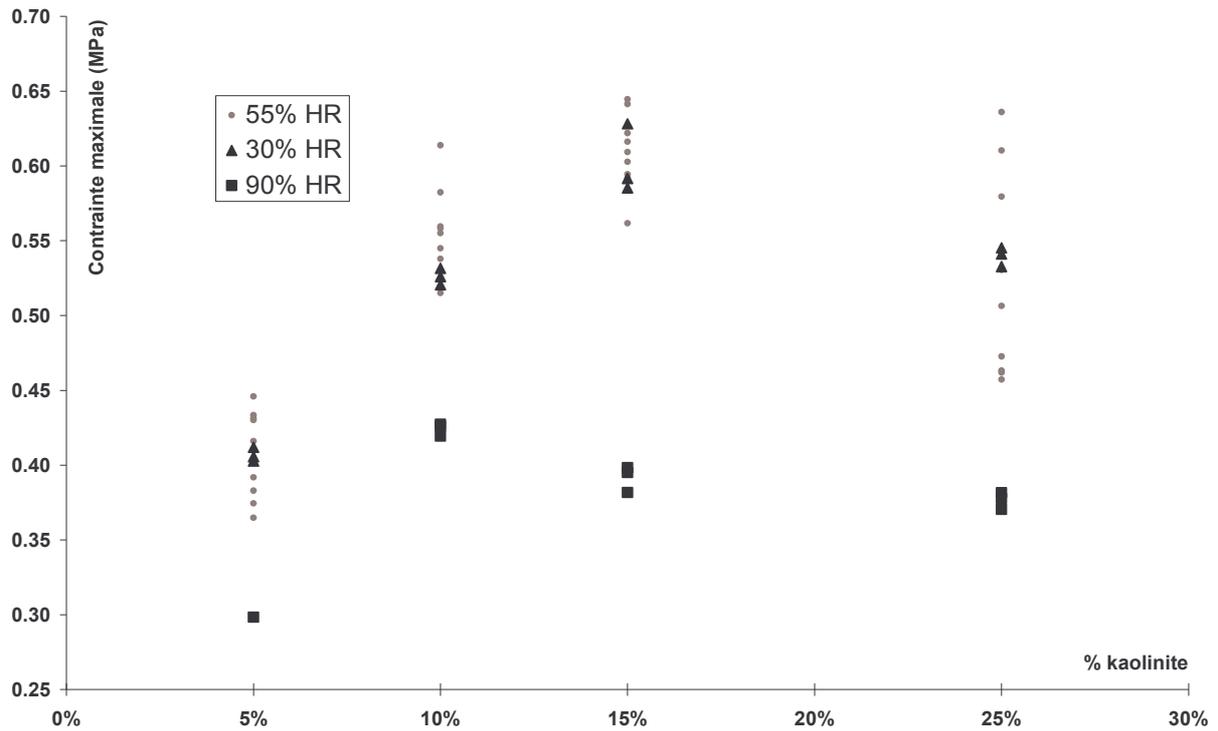


Figure 36 : Contrainte maximale en fonction de la teneur en argile pour différentes humidités relatives de stockage (%HR)

La contrainte maximale est la même pour une humidité relative de 30% et de 55%. Par contre, la valeur de contrainte maximale chute pour une humidité relative de 90%. Le comportement en fonction de la teneur en argile est globalement le même pour 30%, 55% et 90% d'humidité relative.

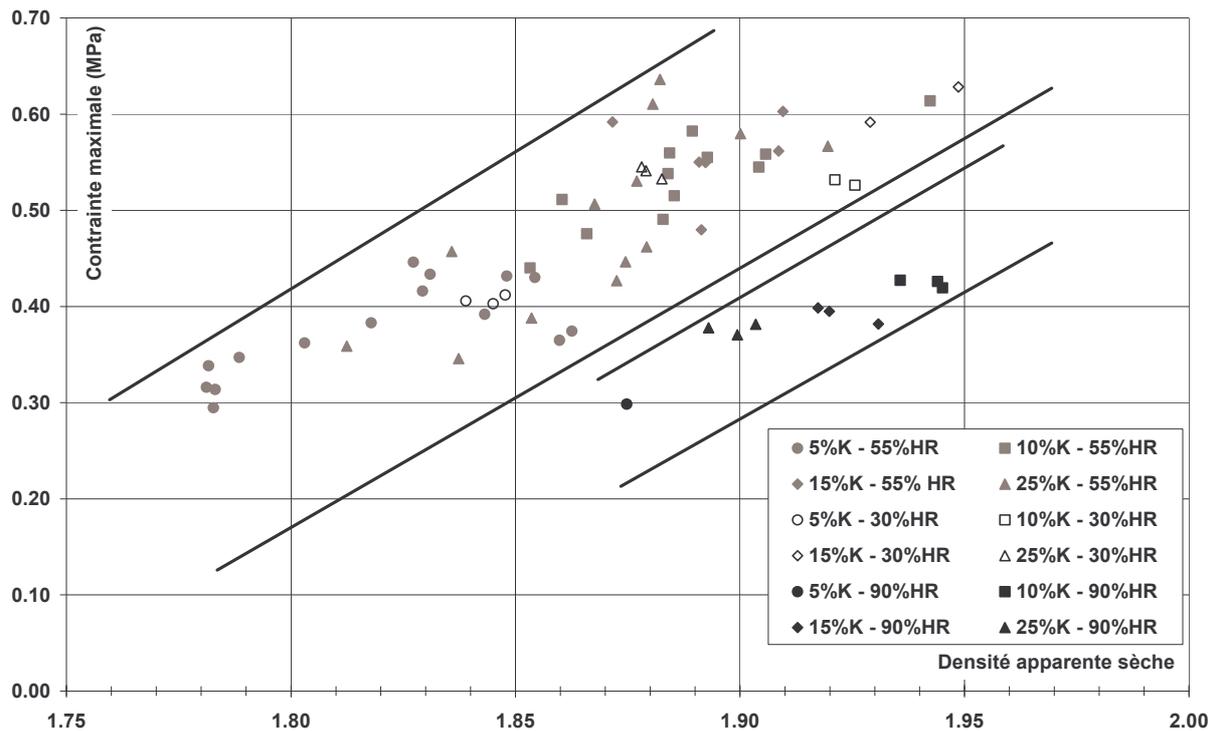


Figure 37 : Conainte maximale en fonction de la densité apparente sèche pour différentes humidités relatives de stockage (%HR) et différentes teneurs en argile (%K)

On trace la conainte maximale en fonction de la densité apparente sèche et non plus humide car on compare maintenant des densités pour différentes humidités relatives. Il est donc plus juste de s'affranchir de la présence d'eau dans les éprouvettes qui peut plus ou moins modifier les valeurs de densité humide selon l'humidité relative.

La conainte maximale est directement reliée à la densité apparente sèche et est identique pour les éprouvettes stockées à 30% et à 55% d'humidité relative. Les éprouvettes stockées à 90% d'humidité relative ont une conainte maximale plus faible pour une même densité apparente sèche.

Il existe peut-être un seuil entre 55% et 90% d'humidité relative à partir duquel la conainte maximale chute. Malheureusement, nous n'avons pas assez de temps pour tester d'autres éprouvettes stockées à des humidités relatives entre 55% et 90%, ce qui nous aiderait à affiner nos résultats.

### C. Déformation jusqu'au pic de conainte

L'apparition de déformations permanentes lors de la décharge peut provenir de la plasticité du matériau et de son endommagement. Afin de caractériser la plasticité de notre matériau, nous mesurons la déformation à partir d'une valeur seuil de conainte jusqu'au pic de conainte. Il est nécessaire de prendre en compte une valeur seuil de conainte à cause de la mise en place de l'échantillon. Nous choisissons comme seuil de conainte la valeur fixe de 0.04MPa. Cela revient à supposer que l'on a une mise en place de l'échantillon mal maîtrisée mais globalement reproductible.

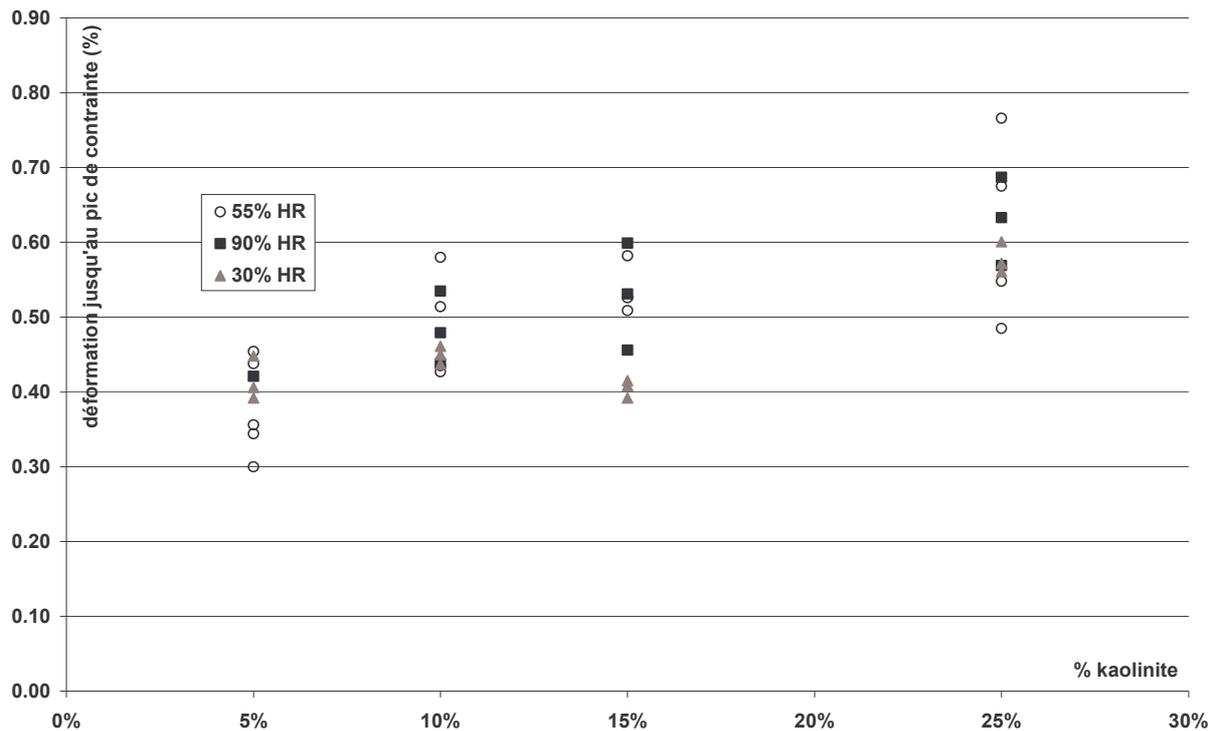


Figure 38 : déformation jusqu'au pic de contrainte (%) en fonction de la teneur en argile pour différentes humidités relatives de stockage (% HR)

Globalement, la déformation jusqu'au pic de contrainte augmente avec la quantité d'argile, mais est peu sensible à la teneur en eau. La plasticité augmente donc avec la proportion d'argile. Toutefois, ces résultats sont à considérer avec méfiance car la déformation est toujours partiellement tributaire de la mise en charge des éprouvettes.

Rappelons que l'allure des courbes contrainte-déformation change en fonction de l'humidité relative. La déformation totale avant rupture est plus grande pour les éprouvettes stockées à 90% d'humidité relative, mais des valeurs sont difficiles à mesurer en raison de la difficulté d'observer le moment où a lieu la rupture. La plasticité augmente donc sûrement avec la teneur en eau du mélange, même si la figure 38 ne le met pas en évidence.

Il pourrait être intéressant de tester une éprouvette de kaolinite pure à différentes humidités relatives de stockage afin d'observer l'évolution du comportement de l'argile selon la teneur en eau.

#### **D. Energie de déformation au pic de contrainte**

L'énergie de déformation dissipée jusqu'à la rupture (ou 'énergie à la rupture') permet de mesurer l'énergie requise pour rompre un échantillon. Elle est reliée au module de ténacité, lui-même lié à la ductilité et à la résistance à la rupture du matériau. Elle correspond à l'intégrale de l'équation de la courbe contrainte-déformation jusqu'à la déformation à la rupture, c'est-à-dire l'aire sous cette courbe.

Pour notre part, nous calculons l'énergie de déformation dissipée jusqu'au pic de contrainte (ou 'énergie au pic'), c'est-à-dire l'aire sous la courbe contrainte-déformation jusqu'à la déformation correspondant au pic de contrainte. La mesure de cette énergie devait nous

permettre de nous affranchir de l'allure du début de la courbe et du phénomène de mise en charge progressive de l'éprouvette. Or, on s'aperçoit que la valeur calculée est toujours reliée à l'allure de la courbe, c'est-à-dire que plus la déformation nécessaire à la mise en charge de l'éprouvette est grande, plus l'énergie au pic est grande.

### ***E. Endommagement grâce à l'étude des sollicitations cycliques***

Les déformations inélastiques irréversibles observées lors d'un chargement en compression sont généralement expliquées par une déformation plastique au niveau macroscopique. Elles peuvent aussi être expliquées dans une optique d'endommagement au niveau microscopique. En considérant le matériau comme un milieu granulaire, il peut se produire des glissements entre grains. En considérant ce même matériau comme un milieu cohérent et fragile, il peut se produire des fermetures de microfissures ou de micropores. Il existe donc une échelle de taille en dessous de laquelle la déformation est discontinue. Cette discontinuité est ensuite mise en évidence lors de la localisation des déformations (bande de cisaillement) qui engendre un adoucissement du matériau.

La pente de la courbe contrainte-déformation à la décharge correspond au module élastique apparent du matériau et est caractéristique de l'énergie emmagasinée dans le matériau. Si la pente reste identique à chaque décharge, les propriétés élastiques sont constantes. Mais quand cette pente diminue à chaque cycle, cela signifie que le module élastique apparent, donc la rigidité (ou la raideur), diminuent et plus généralement que les propriétés élastiques du matériau se dégradent. L'endommagement se définit en effet comme la dégradation progressive des propriétés mécaniques due à la formation et au développement de défauts.

Pour obtenir la valeur de la pente de la courbe lors de cycles charge-décharge, nous commençons par tenter de mesurer la pente de la droite au tout début du déchargement mais cette valeur est difficile à estimer en raison du phénomène de dilatance observé. Nous mesurons donc finalement la pente de la droite qui relie les deux points extrêmes de l'hystérésis.

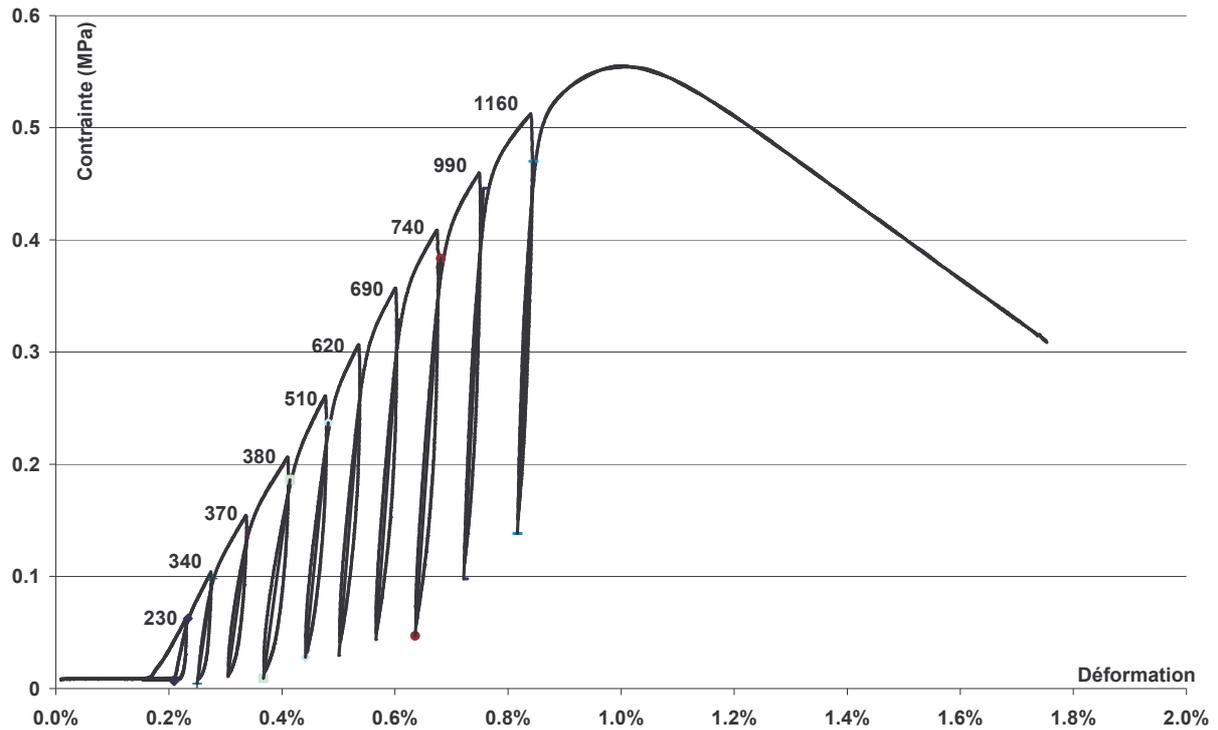


Figure 39 : Evolution de la pente à la décharge des cycles

Pour la plupart des essais, la pente, donc la rigidité du matériau, augmente, ce qui est en contradiction avec l'hypothèse d'endommagement par fissuration. Les résultats dépendent de la manière de réaliser les cycles et en particulier de la charge minimale à chaque déchargement. Il est donc difficile de comparer les résultats entre eux et nous pouvons seulement dégager une tendance.

Lors de l'essai en compression, au début du chargement, la rigidité peut augmenter grâce à la fermeture de pores ou de microfissures. Dans notre cas, il est possible que cette augmentation apparente de rigidité soit due au déplacement et au réarrangement de grains de sable qui entraînent l'augmentation du nombre de contacts entre grains lors de la compression et donc une plus grande sollicitation du squelette granulaire. Nous n'avons pas observé de différences nettes en fonction de la teneur en argile ou en fonction de la teneur en eau du mélange.

### III. Endommagement par suivi de l'Emission Acoustique

#### A. Allure générale

La manière la plus simple d'analyser les résultats d'émission acoustique (EA) consiste à considérer l'évolution des paramètres d'émission acoustique au cours de l'essai. Les plus couramment utilisés sont le nombre de salves cumulé et le nombre de coups cumulé en fonction du temps.

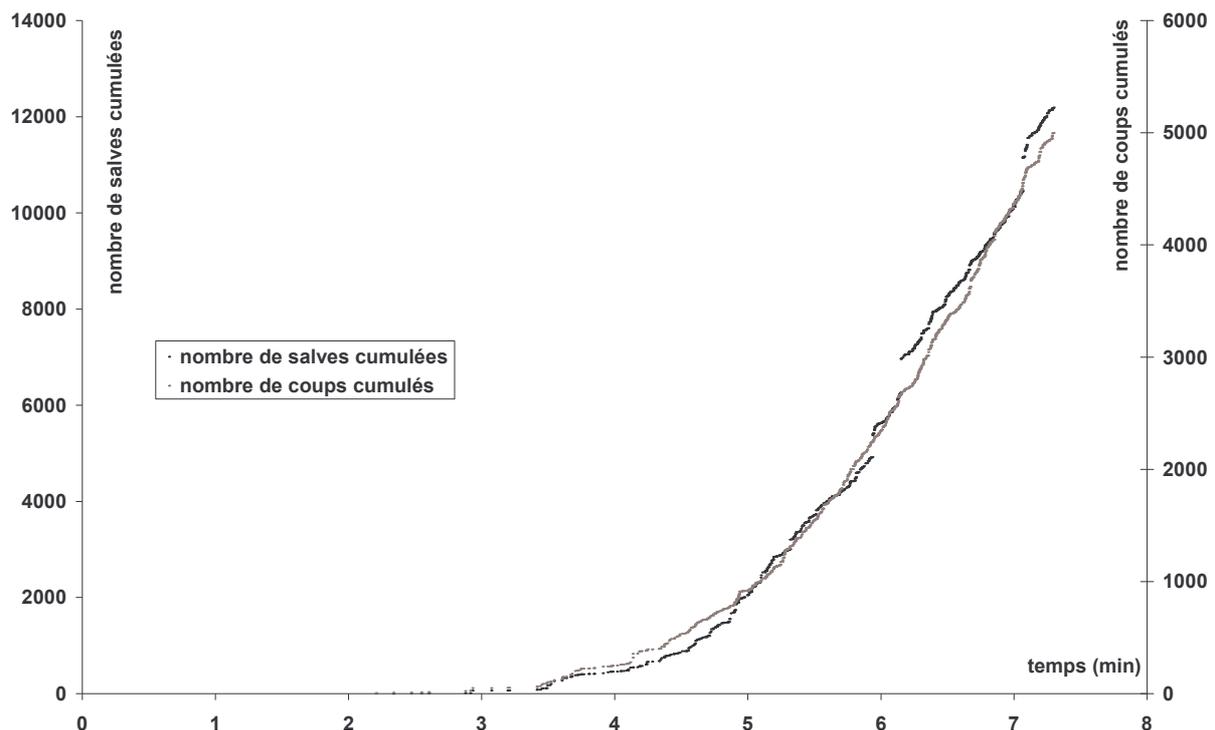


Figure 40 : Nombre de salves cumulé et nombre de coups cumulé en fonction du temps

Rappelons qu'une salve se compose d'un certain nombre de coups qui peut varier. L'évolution du nombre de salves cumulé et l'évolution du nombre de coups cumulé sont à peu près identiques au cours du temps.

Le nombre de salves cumulé ne sont pas reproductibles d'un essai à l'autre pour un même matériau. Cela est dû à la qualité de notre dispositif expérimental (fixation du capteur sur l'éprouvette) plutôt qu'à des différences intrinsèques dues aux matériaux testés.

Différents types de courbes sont obtenus selon que l'on considère les mesures du capteur sur l'éprouvette ou du capteur sur la traverse métallique.

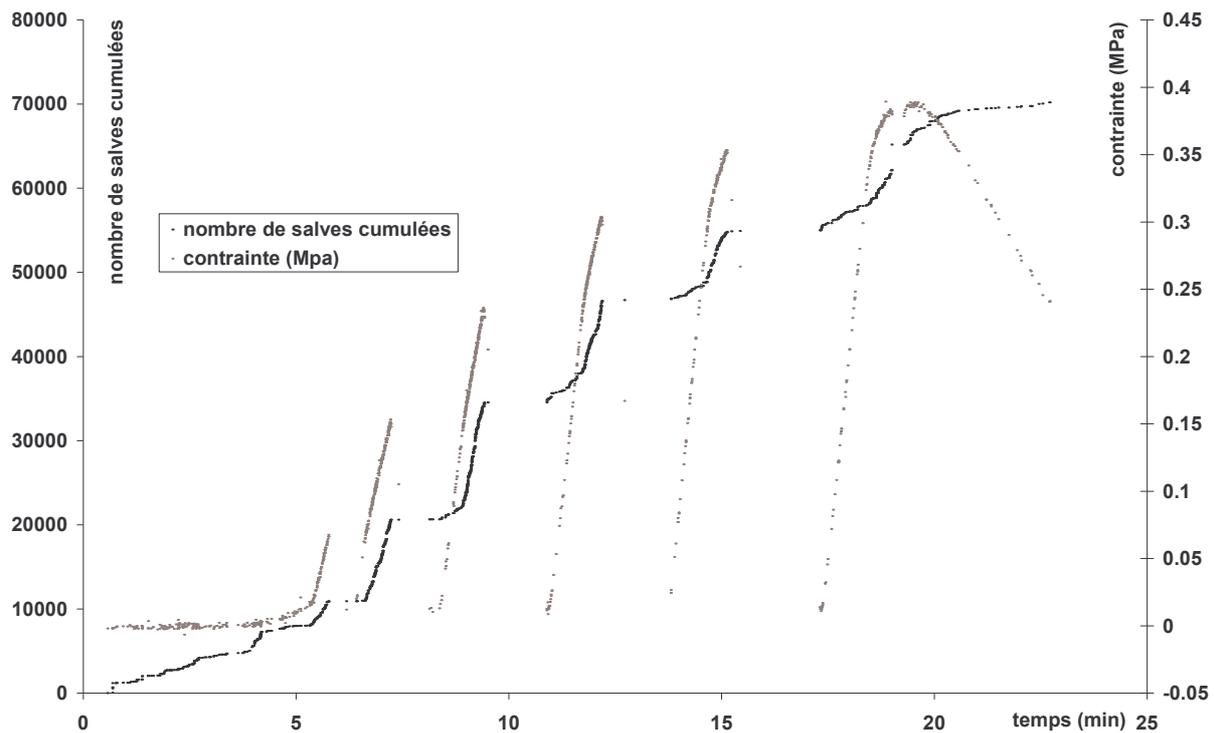


Figure 41 : Courbe typique obtenue avec le capteur fixé sur la **base métallique** : nombre de salves cumulé et contrainte (MPa) en fonction du temps

Les courbes obtenues avec un capteur sur la traverse métallique montre que l'EA commence assez tôt, avec une allure en escalier correspondant aux cycles de charge-décharge. L'EA diminue ensuite après le pic.

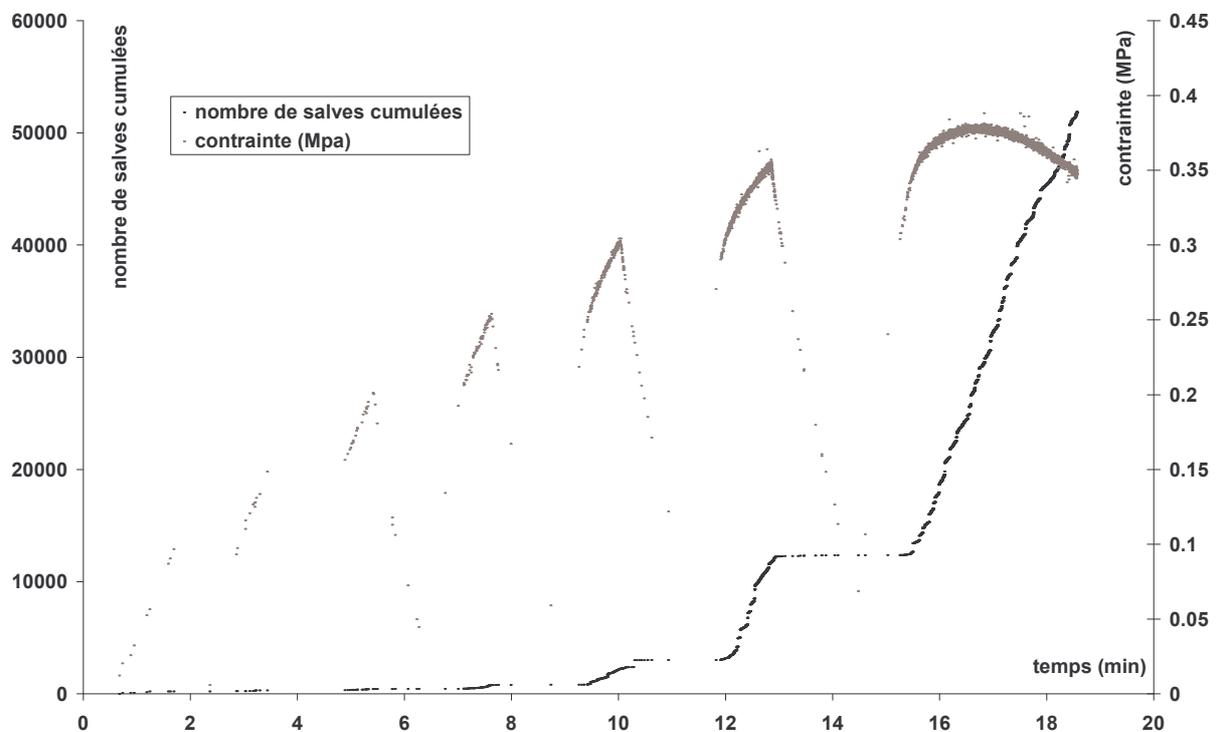


Figure 42 : Courbe typique obtenue avec le capteur fixé sur l'**éprouvette** : nombre de salves cumulé et contrainte (MPa) en fonction du temps

On observe une augmentation de l'EA au fur et à mesure que la contrainte appliquée au matériau augmente et une forte accélération au niveau du pic de contrainte. L'EA augmente encore plus après le pic, à l'approche de la contrainte de rupture macroscopique.

Il est très difficile de comparer les résultats d'EA entre eux lorsque ceux-ci n'ont pas été réalisés au même moment. Les résultats varient en fonction de paramètres expérimentaux (fixation des capteurs par exemple) et aucune tendance n'a pu être déterminée en fonction de la teneur en argile ou de la teneur en eau du matériau. D'autres essais doivent être réalisés en s'efforçant de garder les mêmes conditions expérimentales pour comparer des matériaux différents.

### ***B. Cycles incrémentaux et effet Kaiser***

Le comportement sous sollicitations cycliques par cyclage incrémental nous donne des informations par le biais de l'effet Kaiser sur l'endommagement du matériau pour chaque cycle.

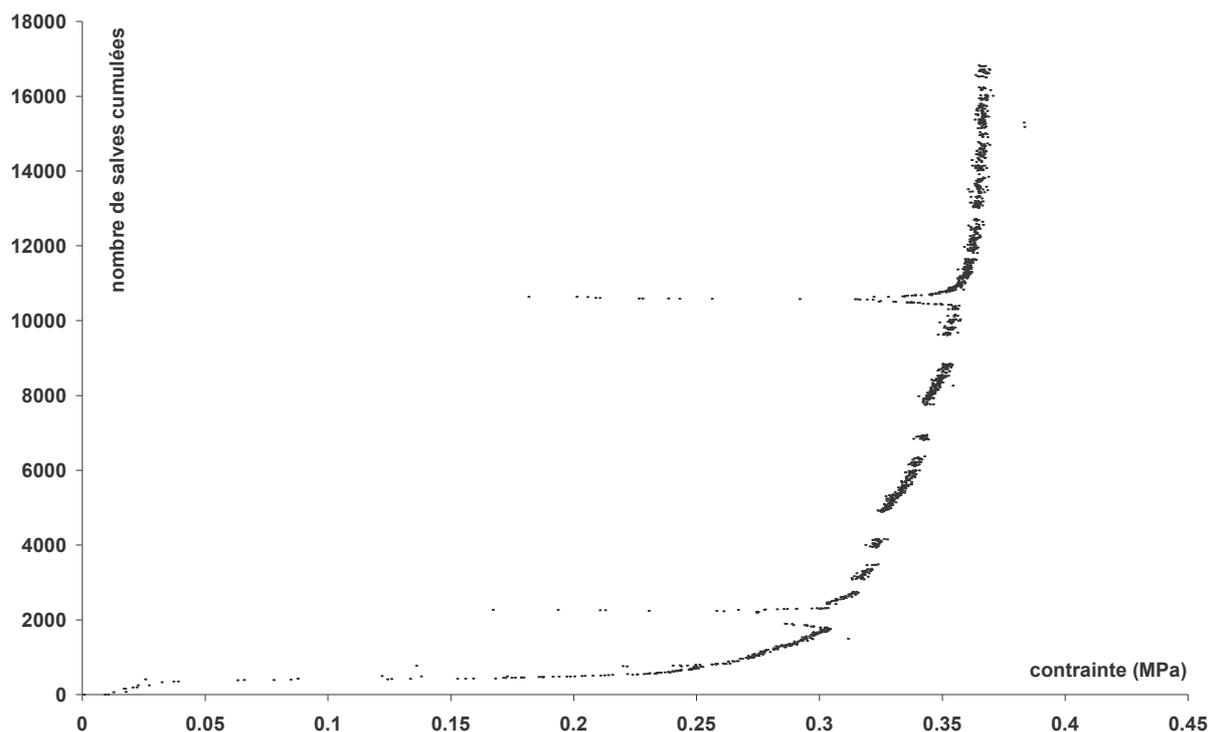


Figure 43 : Nombre de salves cumulé en fonction de la contrainte

Ainsi, sur la figure 42, la courbe de contrainte n'est dessinée que lorsqu'il y a émission acoustique, ce qui permet de bien se rendre compte du moment où l'EA reprend pour chaque cycle. On constate qu'il y a reprise de l'EA à partir de la charge atteinte par le cycle précédent, c'est l'effet Kaiser.

### **C. Interprétation des résultats**

Lors de la première étape, à de faibles contraintes, les émissions sont faibles et peuvent être attribuées à la fermeture des fissures et des pores, car nous sommes dans le cas d'une compression. Dans la phase élastique, la microfissuration induite par le chargement est faible. À partir du seuil de microfissuration, les émissions augmentent de façon croissante, du fait de la création de fissures. Lors de la dernière étape menant à la rupture brutale de l'échantillon, après le pic de contrainte, l'émission acoustique est très importante.

Il pourrait être intéressant de réaliser des essais mécaniques instrumentés en EA sur des éprouvettes d'argile pure afin de connaître l'évolution de la fissuration dans la matrice argileuse. Il serait également intéressant de localiser la rupture grâce à l'installation de plusieurs capteurs, ainsi que d'étudier de manière plus détaillée les résultats d'EA par des analyses statistiques multivariées, afin de différencier les éventuelles causes d'émission acoustique dans le matériau (fermeture de pores, microfissuration, réarrangement de grains, friction entre grains, déformation plastique, etc.).

## IV. Discussion

La terre est un matériau hétérogène et les différentes phases solides qui le constituent présentent des caractéristiques physiques et mécaniques très différentes. Le sable est un matériau rigide et a un comportement élastique linéaire. Le module élastique d'un grain de quartz est compris entre 50 et 80 GPa. L'argile, quant à elle, passe d'un comportement plastique ou élasto-plastique à un comportement quasi-fragile lorsque sa teneur en eau diminue. Il est également important de prendre en compte, en plus du comportement des deux phases solides, la nature des liaisons entre les deux phases, c'est-à-dire l'interaction matrice argileuse - squelette granulaire. Les observations en microscopie M.E.B. et en Emission Acoustique ne nous ont pas permis de déterminer si la fissuration a lieu préférentiellement à l'interface grain-matrice ou dans la matrice.

Deux approches complémentaires peuvent être utiles pour analyser nos résultats. D'une part, le matériau peut être considéré comme un assemblage granulaire endommageable bi-dispersé avec des gros grains de sable et des petits grains d'argile. D'autre part, le matériau peut être considéré comme formé d'une matrice argileuse enrobant un squelette granulaire (sable).

### **Milieu granulaire bi-dispersé endommageable**

La densité et la résistance du matériau évolue en fonction de sa composition, avec un comportement 'en cloche' en fonction de la teneur en argile. En supposant un milieu granulaire globalement bi-dispersé, on peut considérer que les mélanges à 5% et dans une moindre mesure à 10% d'argile sont principalement constitués de gros grains qui se touchent mais dont les vides entre grains sont très peu remplis par les petits grains (schéma de gauche sur la figure 49), générant une 'macro'-porosité importante. Au contraire, dans le cas d'un milieu avec 25% d'argile, les gros grains sont noyés dans la masse des petits grains et la résistance chute car les gros grains ne se touchent plus (schéma de droite sur la figure). La 'macro'-porosité disparaît. Enfin, dans le cas 'idéal' d'un mélange à 15% d'argile, les petits grains remplissent tous les vides laissés par les gros grains qui se touchent et apportent la résistance mécanique. Cette teneur en argile pourrait correspondre à un seuil de percolation des petits grains. Evidemment, cette vue d'esprit ne correspond pas à la réalité car on a vu grâce à la porosimétrie par intrusion de mercure que les échantillons à 15% d'argile ont une macroporosité non négligeable. D'autre part, il faut prendre en compte le comportement particulier de l'argile, qui n'est pas seulement composée de 'petits grains' mais qui, comme on l'a vu en microscopie M.E.B., est composée de plaquettes, enrobe les grains de sable et forme une matrice anisotrope avec l'orientation des plaquettes.

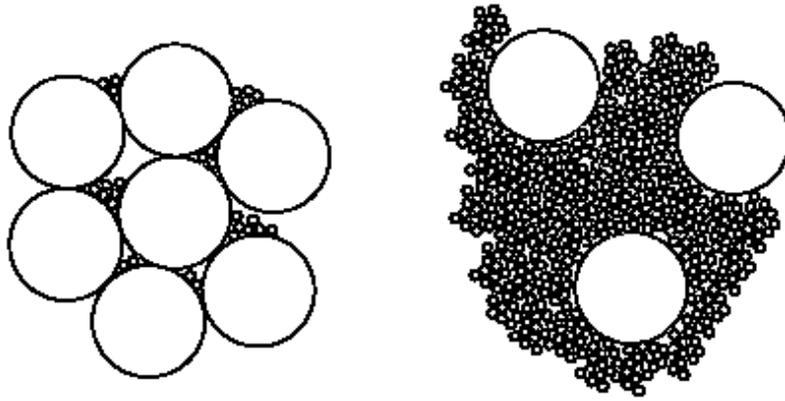


Figure 49 : Schéma simplifié de l'arrangement des grains

L'endommagement est un phénomène diffus qui se localise ensuite pour aboutir à la rupture. Dès le début du processus de séchage, des efforts internes sont induits par l'inhomogénéité de distribution de l'humidité et par les propriétés mécaniques différentes des grains de sable et des argiles. Ces efforts internes favorisent l'apparition de microfissures qui font partie intégrante de la structure interne du matériau, tout comme la porosité. Il existe donc des microfissures dues au séchage avant tout chargement mécanique, qui apparaissent préférentiellement au bord des pores, là où est stockée l'eau. Lors d'un chargement en compression, et dans le cas d'un matériau microfissuré et poreux comme le nôtre, on assiste à la fermeture des pores ou des microfissures initiales (phase de serrage), donc à l'augmentation de la rigidité et à une déformation plastique. L'amorçage et la propagation de la microfissuration diffuse apparaît alors depuis les défauts (microfissures de séchage, pores, interfaces entre sable et argile). Au voisinage du pic de contrainte, on aboutit à un réseau de fissures interconnectées. Puis une macrofissure apparaît et se propage, c'est la phase de localisation, jusqu'à la rupture du matériau.

### **Matrice argileuse plastique enrobant un squelette granulaire**

Le matériau est composé d'une matrice argileuse plastique enrobant des grains rigides. Le matériau est plus ou moins plastique selon la teneur en eau et dans une moindre mesure selon la teneur en argile. La plasticité du matériau est mise en évidence lorsque la teneur en eau est élevée.

La résistance mécanique varie en fonction de la teneur en eau du matériau. Il semble exister un seuil compris entre 55% et 90% d'humidité relative à partir duquel la résistance du matériau chute, due à la présence d'eau en trop grande quantité. En contrepartie, la déformation à la rupture augmente légèrement avec la teneur en eau. Il serait intéressant de développer l'étude du comportement mécanique en fonction de la teneur en eau afin de connaître son évolution aussi bien pour des teneurs en eau très faibles (humidité relative proche de 0%) que pour des teneurs en eau correspondant à des humidités relatives entre 55% et 90%. Selon Hugo Houben, le seuil se situe environ à 70% d'humidité relative. La présence d'eau a une influence principalement sur la matrice argileuse. Plus la teneur en eau augmente, plus la matrice argileuse est plastique mais moins elle supporte de fortes contraintes. Les mécanismes de la déformation plastique d'une argile dépendent de la couche d'eau adsorbée à la surface des particules et notamment des glissements entre différentes couches d'eau. La répartition de l'eau entre celles situées à la surface des plaquettes d'argile (eau adsorbée) et celles formant

des ménisques capillaires est également certainement déterminante. Il est possible que la présence ou l'absence d'eau provoque un changement de la structure de l'argile. On sait aussi [167] que pendant l'évaporation, le rayon de courbure des ménisques augmente et ceux-ci exercent une plus forte traction sur les parois des particules, augmentant la cohésion du milieu. Dans le cas contraire où beaucoup d'eau est présente, l'eau occupe une grande partie de l'espace inter-agrégats et le rayon de courbure des ménisques est trop grand. Les forces capillaires sont donc plus faibles.

La résistance à la rupture provient tout d'abord de la cohésion entre les grains générée par la matrice argileuse. En contrepartie, quand la matrice se rompt, les contacts entre grains se multiplient et le frottement entre particules augmente, ce qui empêche une rupture brutale de se produire.

Le comportement du matériau peut donc être expliqué par une complémentarité entre ces deux phénomènes : d'une part la plasticité de la matrice argileuse permet le mouvements des grains de sable, d'autre part le réarrangement des grains de sable a lieu sans solliciter la matrice argileuse (les grains bougent seuls), ce qui permet l'augmentation de la compacité.

## ***Conclusion***

L'objectif de ce stage était d'étudier le comportement mécanique et l'endommagement du matériau terre lors d'un essai de compression uniaxiale, en relation avec sa microstructure, dans le but de comprendre la cohésion du matériau. Pour cela, nous avons élaboré un protocole d'élaboration d'éprouvettes de terre, afin d'obtenir des éprouvettes reproductibles, homogènes et comparables entre elles pour différentes compositions (variation de la teneur en argile). Nous avons également mis en place un dispositif d'essai mécanique permettant d'obtenir des résultats reproductibles, dispositif consistant entre autres à modifier l'état de surface des éprouvettes grâce à une fine couche de bougie fondue.

Nous avons ainsi obtenu des résultats concernant les caractéristiques mécaniques du matériau (contrainte maximale, déformation, énergie de déformation, etc.) ainsi que son comportement global et son endommagement, grâce à l'étude de cycles de charge-décharge et à un dispositif d'émission acoustique. Les paramètres étudiés étaient la composition du mélange (teneur en argile) ainsi que sa teneur en eau (humidité relative de stockage). Enfin, nous avons cherché les liens existants entre le comportement mécanique et la microstructure du matériau, grâce à la porosimétrie par intrusion de mercure et l'imagerie au microscope électronique à balayage.

Le matériau étudié est globalement quasi-fragile et endommageable, avec une part de plasticité. Rappelons qu'un matériau résistant mieux à une forte contrainte n'est pas forcément préférable, dans le domaine de la construction en particulier, à un matériau résistant à des déformations plus importantes. La contrainte maximale n'est donc pas le seul paramètre à prendre en compte pour caractériser le matériau terre. Si la résistance en contrainte est liée à la présence d'éléments rigides comme le sable et d'éléments générant une cohésion entre ces grains comme l'argile, la possibilité de déformations provient uniquement de l'argile. Le lien avec la cohésion est difficile à expliciter mais l'importance de l'argile et de l'eau a été mise en évidence.

De nombreuses études complémentaires peuvent être envisagées. Parmi celles-ci, l'étude de la structure interne de l'éprouvette est nécessaire. On peut figer la structure à l'aide d'un polymère adapté à la finesse des plaquettes d'argile, ceci afin d'effectuer des coupes à l'aide d'une scie à diamant et d'obtenir une visualisation directe de la structure interne. L'étude du comportement mécanique en traction grâce à l'essai brésilien, par compression diamétrale, doit être envisagée sur les mêmes éprouvettes cylindriques (ISO 4108:1980, NF EN 12390-6, NF P18-408, NF P94-422). En effet, même si l'essai de traction directe ou uniaxiale retranscrit le comportement du matériau sous contraintes de traction, cette technique reste d'une mise en place lourde et nécessite un appareillage spécifique tant au niveau de la machine que de l'éprouvette. L'essai en compression diamétrale permet d'éviter ces problèmes. L'échantillon cylindrique est chargé en compression le long de son diamètre. Cet essai, par la simplicité de sa mise en œuvre, est utilisé pour évaluer les caractéristiques mécaniques des matériaux fragiles et quasi-fragiles (bétons, roches, céramiques). L'intérêt de cet essai est de générer une sollicitation en traction et au cœur du matériau. Ainsi, l'éprouvette est moins sensible aux effets de surface, toujours gênants. Il peut être judicieux d'étudier l'influence de la vitesse de déplacement de la traverse sur le comportement mécanique. Le comportement et la microstructure d'éprouvettes de kaolinite pure (en masse, coulée) à différentes humidités relatives de stockage doit être envisagée, ainsi que le comportement d'éprouvettes séchées à 110°C, donc sans eau libre.

## ***Bibliographie***

- [1] Caillière S., Hénin S., Rautureau, *Minéralogie des argiles*, Masson, 1982
- [2] Velde B., *Introduction to clay minerals*, Chapman and Hall, 1992
- [3] Velde B., *Origin and mineralogy of clays, Clays and the environment*, Springer, 1995
- [4] Tessier D., *Propriétés des argiles : hydratation, gonflement en relation avec leur texture, importance pour les sols*, Paris, 1992
- [5] Van Olphen H., *An introduction to clay colloid chemistry*, Ed. Inter science New York, 1963
- [6] Collins K., McGown A., *The form and function of microfabric features in a variety of natural soils*, *Géotechnique*, 24(2): 222–254, 1974
- [7] Van Damme H., *L'eau et sa représentation*, dans *Mécanique des sols non saturés*, Fleureau J.M., Coussy O., eds. Hermès, p. 23-68, 2001
- [8] Inglès G., *Bonding forces in soils*, *Proceedings of the first conference of the australian road research board*, 1962
- [9] Delville A., *Structure and properties of confined liquids : a molecular model of the clay-water interface*, *J. Phys., Chem.*, 97, 9703-9712, 1993
- [10] Israelachvili J., *Intermolecular and surface forces*, 2<sup>nd</sup> ed., Academic Press, London, 1992
- [11] Yong, R.N., Sethi, A.J., Ludwig, H.P., Jorgensen, M.A., *Interparticle action and rheology of dispersive clays*, *Journal of the Geotechnical Engineering Division, ASCE*, 105(GT10), 1193-1209, 1979
- [12] Delage P., Cui Y., *L'eau dans les sols non saturés*, *Techniques de l'Ingénieur, Traité Construction C2 C301*, 1-20, 2000
- [13] Duran J., *Sables, poudres et grains*, Eyrolles Sciences, Paris, 1997
- [14] Houben H., Guillaud H., *Traité de construction en terre*, Ed. Parenthèses, 1995
- [15] Montgomery D.E., *Dynamically-compacted cement stabilised soil blocks for low-cost walling*, Thèse, University of Warwick, School of Engineering, 2002
- [16] Attom, MF, *The effet of compactive energy level on some soil properties*, *Applied Clay Science* 12, 61-72, 1997
- [17] NF P18-421 - *Bétons - Mise en place par microtable vibrante*, 1981
- [18] Moussaï B., Didier G., Atlan Y., *Etude d'un appareillage de compactage statique et de mesure de la perméabilité des sols fins argileux*, *Bull. liaison P. et C.*, 188, 15-22, 1993
- [19] Moussaï B., *Etude en laboratoire du compactage statique et de la perméabilité des sols fins argileux*, Thèse, 1993
- [20] Ottino J.M., Khakhar D.V., *Fundamental research in heaping, mixing, and segregation of granular materials: challenges and perspectives*, *Powder technology*, 121, 117-122, 2001
- [21] McCarthy J.J., Khakar D.V., Ottino J.M., *Computational studies of granular mixing*, *Powder Technology*, 109, 72-82, 2000
- [22] McGlinchey D., Matchett A.J., Coulthard J.M., *Vibratory Unconfined Compression Tester (VUCT) for cohesive solids*, *Chemical Engineering Research & Design, Part A: Transactions of the Institute of Chemical Engineers*, 75, A3, p. 271 – 277, 1997
- [23] Asmar B.N., Langston P.A., Matchett A.J., *Discrete Element Modelling of the Vibratory Unconfined Compression Tester (VUCT) for Cohesive Solids*, *Granular Matter* 5, 213–215, Springer-Verlag, 2004
- [24] Gioia G., Cuitino A.M., Zheng S., Uribe T, *Two-Phase Densification of Cohesive Granular Aggregates*, 88, 20, *Physical Review Letters*, 2002
- [25] Ngadi A., Rajchenbach J., *Intermittencies in the Compression Process of a Model Granular Medium*, *Phys. Rev. Lett.*, 80, 273-276, 1998

- [26] Kadau D., Bartels G., Brendel L., Wolf D.E., Pore stabilization in cohesive granular systems, *Phase Trans.*, 76(4-5):315-331, 2003
- [27] E. Guyon et J. P. Troadec, *Du sac de billes au tas de sable*, Editions Odile Jacob, Paris, 1994
- [28] M. Oda et K. Iwashita, *Mechanics of granular materials, an introduction*, Ed. Rotterdam : Balkema, 1999
- [29] O. Pouliquen, *Les milieux granulaires*, Cours de l'ENSTA, 2001
- [30] R. A. Bagnold, *The Physics of Blown Sand and Desert Dune*, Methuen, Londres, 1954
- [31] Brown R.L. and Richards J.C., *Principles of powder mechanics*, Pergamon Press, Oxford, 1970
- [32] Hermann H.J., Hovi J.P., and Luding S. Eds, *Physics of dry granular media*, Balkema, Kluwer, Dordrecht, 1998
- [33] De Gennes P.G., Reflections on the mechanics of granular matter, *Physica A*, 261, 267-293, 1998
- [34] Y. Kishino, ed., *Powders and grains 2001*, A.A. Balkema Publishers, Lisse, the netherlands, 2001
- [35] Cambou B., *Behaviour of granular materials*, Centre international des sciences mécaniques. Éditeur scientifique, Editeur(s) : Wien ; New York : Springer, 1998
- [36] Lanier J., *Mécanique des milieux granulaires*, Ed. Paris : Hermes Science, Coll. MIM, Série Géomatériaux, 2001
- [37] Bideau D., Dodds J., *Physics of granular media*, Nova Science Publishers, Commack, N.Y., 1991
- [38] Duran J., Bouchaud J.P., *Physique de la matière en grains = Physics of granular media*, Ed. Paris, *Comptes rendus. Physique*, Tome 3, n. 2, 2002
- [39] Dormieux L., Bourgeois E., *Introduction à la Micromécanique des Milieux Poreux*. Presses de l'ENPC, Paris, 2002
- [40] Coussy O., Fleureau J.M., *Mécanique des sols non saturés*, Hermès, 2002
- [41] *Granular Materials*, M. Shahinpoor, éditeur ; Trans Tech Publications, Clausthal-Zellerfeld, 1983
- [42] *Powders and Grains 93*, C. Thornton, éditeur ; Balkema, Rotherdam, 1993
- [43] Cambou B., Di Presco C., *Constitutive modelling of geomaterials*, *Revue française de génie civil*, vol. 4, n°5, Paris, Hermès, 2000.
- [44] Darve F., Hicher P.H., Reynouard J.M., *Mécanique des géomatériaux*, Paris, Hermès, 1995
- [45] Cambou B., *From global to local variables in granular materials*, In Thornton C., editor, *Powders and Grains 93*, Rotterdam, A.A. Balkema, p. 73-86, 1993
- [46] B. Cambou, P. Dubujet, F. Emeriault, and F. Sidoroff. *Homogenization for granular materials*. *European Journal of Mechanics. A/Solids*, 14(2):255-276, 1995
- [47] B. Cambou et M. Jean (sous la direction de). *Micromécanique des matériaux granulaires*. Hermes Science Publications, 2001
- [48] D. Caillerie. *Évolution quasi-statique d'un milieu granulaire, loi incrémentale par homogénéisation*. Dans *Des géomatériaux aux ouvrages*, GEO'94, Aussois, C. Petit, G. Pijaudier-Cabot, et J.M. Reynouard, éditeurs, p. 53-80. Hermes, 1994
- [49] M. Jean. *The non-smooth contact dynamics method*. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 177(3-4):235-257, 1999
- [50] S. Schäfer, S. Dippel, and D. E. Wolf. *Forces schemes in simulations of granular materials*. *Journal de physique I*, 6(1):5-20, 1996
- [51] S. Luding. *Stress distribution in static two dimensional granular model media in the absence of friction*. *Physical Review E*, 55:4720-4729, 1997

- [52] L. Oger, S.B. Savage, D. Corriveau, and M. Sayed. Yield and deformation of an assembly of disks subjected to a deviatoric stress loading. *Mechanics of Materials*, 27:189-210, 1998
- [53] M. Jean. The non-smooth contact dynamics method. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 177(3-4):235-257, 1999
- [54] D.M. Mueth, H.M. Jaeger et S.R. Nagel. Force distribution in a granular medium. *Phys. Rev. E*, 57(3), 3164, 1998
- [55] H.A. Makse, D.L. Johnson, and L.M. Schwartz. Packing of compressible granular materials. *Physical Review Letters*, 84(18):4160-4163, 2000
- [56] G. Lovoll, K.J. Maloy et E. Flekkoy. Force measurements on static granular materials. *Phys. Rev. E*, 60(5), 5872, 1999
- [57] F. Radjai, M. Jean, J-J Moreau et D. Roux. Force distributions in dense two-dimensional granular systems. *Phys. Rev. Lett.*, 77(2), 274, 1996
- [58] S. Luding. Stress distribution in static two dimensional granular model media in the absence of friction. *Physical Review E*, 55:4720-4729, 1997
- [59] H.A. Makse, D.L. Johnson et L.M. Schwartz. Packing of compressible granular materials. *Phys. Rev. Lett.*, 84(18), 4160, 2000
- [60] Liu C.H., Nagel S.R., Schechter D.A., Coppersmith S.N., Majumdar S., Narayan O., Witten T.A., Force fluctuations in bead packs, *Science*, 269, 513, 1995
- [61] Travers T., Bideau D., Gervois A., Troadec J.P., Messenger J.C., Uniaxial compression effects on 2d mixtures of 'hard' and 'soft' cylinders, *J. Phys. A*, 19, L1033-L1038, 1986
- [62] Kolb E., Mazozi T., Clément E., Duran J., Force fluctuations in a vertically pushed granular column, *Euro. Phys. J. B*, 8, 483-491, 1999
- [63] Radjai F., Multicontact dynamics of granular systems, *Computer Physics Communications*, 121-122, 294-298, 1999
- [64] Radjai F., Roux S., Moreau J.-J., Contact forces in a granular packing, *Chaos*, 9(3), 544-550, 1999
- [65] Blair D.L., Mueggenburg N.W., Marshall A.H., Jaeger H.M., Nagel S.R., Force distributions in three-dimensional granular assemblies : effects of packing order and interparticle friction, *Phys. Rev. E*, 63, 041304, 2001
- [66] Erikson J.M., Mueggenburg N.W., Jaeger H.M., Nagel S.R., Force distributions in three-dimensional compressible granular packs, *Phys. Rev. E*, 66, 040301, 2002
- [67] D.Hornbaker, R. Albert, I.Albert, A.L. Barabási, P. Schiffer, What keeps sand-castles up, *Nature* 387, No 6635, 1997
- [68] P. Tegzes, R. Albert, M. Paskvan, A.L. Barabási, T. Vicsek, P. Schiffer, Liquid Induced Transitions in Granular Media, *Phys. Rev. E*. 60, 5823-5826, 1999
- [69] Albert-László, Réka Albert, Peter Schiffer, Physics of Sandcastles: Effects of Controlled Wetness on the Angle of Maximum Stability of Granular Materials, *Physica A* 266, 340-345, 1999
- [70] R.Albert, I. Albert, D. Hornbaker, P. Schiffer and A.L.Barabási, The maximum angle of stability in wet and dry spherical granular media, *Phy. Rev. E* 56, 627, 1997
- [71] Bocquet L., Charlaix E., Crassous J., Ciliberto S., Moisture induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation, *Nature*, 396, 735-737, 1998
- [72] Fraysse N., Thomé H., Petit L., Humidity effects on the stability of a sandpile, *Eur. Phys. J. B* 11, 615-619, 1999
- [73] Bocquet L., Charlaix E., Restagno F., Physics of humid granular media, *C.R. Physique* 3, 207-215, 2002

- [74] Bocquet L., Restagno F., Charlaix E., Where does a cohesive granular heap break ?, *Eur Phys J E Soft Matter*, 14(2):177-83, 2004
- [75] Halsey T.C., Levine A.J., How sandcastles fall, *Physical Review Letters* 80, 3141, 1998
- [76] Mason T.G., Levine A.J., Ertas D., Halsey T.C., Critical angle of wet sandpiles, *Physical Review E*, 60(5), 5044-5047, 1999
- [77] Nase S.T., Vargas W.L., Abatan A.A., McCarthy J.J., Discrete characterisation tools for cohesive granular material, *powder technology*, 116, 214-223, 2001
- [78] Samadani A., Kudrolli A., Angle of repose and segregation in cohesive granular matter, *Physical Review E*, 64 (5) 2001
- [79] Gröger T., Tüzün U., Heyes D.M., Modelling and measuring of cohesion in wet granular materials, *Powder technology* 133, 203-215, 2003
- [80] Soulié F., Cherblanc F., El Youssoufi M.S., Saix C., Mécanisme de cohésion par capillarité dans les milieux poreux de type granulaire, 6èmes journées milieux poreux, Toulouse, 2003
- [81] Restagno F., Ursini C, Gayvallet H, Charlaix E, Aging in humid granular media, *Physical review E*, 66, 2002
- [82] M. Valverde, A. Castellanos, and A. Ramos, *Phys. Rev. E* 62, 6851, 2000
- [83] M. Quintanilla, J. Valverde, A. Castellanos, and R. Viturro, *Phys. Rev. Lett.* 87, 194301, 2001
- [84] M. Quintanilla, A. Castellanos, and J. Valverde, Correlation between bulk and interparticle contact forces for fine powders, *Phys. Rev. E* 64, 031301, 2001
- [85] Alisan R., Approche de la cohésion de systèmes granulaires compactés, Thèse pharmacie, Paris 11, Couarraze G., Directeur de thèse, 1998
- [86] Delenne J.Y., Milieux granulaires à comportement solide : modélisation, analyse expérimentale de la cohésion, validation et applications, Benet J-C Directeur de thèse, Université des sciences et techniques du Languedoc, 2002
- [87] Radjai F., Preechawuttipong I., Peyroux R., Cohesive granular texture, dans P.A. Vermeer, S. Diebels, W. Ehlers (Eds.), *Continuous and discontinuous modelling of cohesive-frictional materials*, Lecture Notes in Physics 568, Springer-Verlag, Berlin, 2001
- [88] Preechawuttipong I., Peyroux R., Radjai F., Université Montpellier II, Microscopic features of cohesive granular media, *Powders & Grains 2001*, Balkema, Lisse, Japon, p. 43-46., 2001
- [89] Preechawuttipong I., Modélisation du comportement mécanique des matériaux granulaires cohésifs, Thèse, Univ. Montpellier II, Directeurs de thèse: Peyroux R., Radjai F., 2002
- [90] Preechawuttipong I., Matériaux granulaires avec cohésion : simulation numérique, Mém. D.E.A., Univ. Montpellier II, 1998
- [91] Delenne J.Y., El Youssoufi M.S., Bénét J.C., Comportement mécanique et rupture de milieux granulaires cohésifs, *C. R. Mécanique*, 330, 475-482, 2002
- [92] D'Addetta G.A., Kun F., Ramm E., On the application of a discrete model to the fracture process of cohesive granular materials, *Granular Matter*, 4, 77-90, 2002
- [93] NF B40-322 - Essai de résistance à l'écrasement
- [94] XP P13-901 - Blocs de terre comprimée pour murs et cloisons : définitions - Spécifications – Méthodes d'essais - Conditions de réception. 35p., 2001
- [95] Pkla A., Mesbah A., Rigassi V., Morel J.C., Comparaison de méthodes d'essais de mesures des caractéristiques mécaniques des mortiers de terre, *Materials and Structures*, Vol. 36, p. 108-117, 2003

- [96] Morel J.C., P'kla A., A model to measure compressive strength of compressed earth blocks with the '3 points bending test', *Construction and building Materials* 16, 303-310, 2002
- [97] K. Zine-Dine, H. Bouabid, M. El Kortbi, S. Charif-d'Ouazzane, A. Hakimi, A. El Hammoumi et O. Fassi-Fehri, Rhéologie des murs en blocs de terre comprimée en compression uniaxiale : étude et modélisation, *Materials and Structures*, Vol. 33, p. 529-536, 2000
- [98] A. Hakimi, O. Fassi-Fehri, H. Bouabid, S. Charif D'Ouazzane et M. El Kortbi, Comportement mécanique non linéaire du bloc de terre comprimée par couplage élasticité endommagement, *Materials and Structures*, Vol. 32, p. 539-545, 1999
- [99] Hakimi A., Ouissi H., El Kortbi M., Yamani N., Un test d'humidification - séchage pour les blocs en terre comprimée et stabilisée au ciment, *Materiaux-et-constructions*, 31 (205), 20-26, 1998
- [100] A. Hakimi, H. Ouissi, M. El Kortbi et N. Yamani, TC 164-EBM: Mécanique de la construction en terre : un test d'humidification-séchage pour les blocs de terre comprimée et stabilisée au ciment, *Mater. Struct.* 31 (205), 20-26, 1998
- [101] M. Olivier, A. Mesbah, Z. El Gharbi, J.C. Morel, TC 164-EBM: Mécanique de la construction en terre : Mode opératoire pour la réalisation d'essais de résistance sur blocs de terre comprimés, *Mater. Struct.* 30 (203) 515-517, 1997
- [102] A. Hakimi, N. Yamani, H. Ouissi, TC 164-EBM: Mécanique de la construction en terre : Rapport : Resultats d'essais de résistance mécanique sur échantillon de terre comprimée, *Mater. Struct.* 29 (194) 600-608, 1996
- [103] M. Olivier, A. Mesbah, Le matériau terre, essai de compactage statique pour la fabrication de briques de terre compressées, *Bull. liaison Labo P. et Ch.*, 146, p. 37-43, 1986
- [104] Mesbah A., Morel J.C., Olivier M., Comportement des sols fins argileux pendant un essai de compactage statique : détermination des paramètres pertinents, *Matériaux et Construction (RILEM)*, Vol. 32, pp. 687-694, 1999
- [105] P'kla A., Caractéristiques en compression simple des blocs de terre comprimée (BTC) : application aux maçonneries 'BTC-Mortier de terre', Thèse, INSA Lyon, 2002
- [106] Olivier M., Le matériau terre, compactage, comportement, application aux structures en blocs de terre, Thèse, INSA Lyon, 1994
- [107] Venkatarama R., Jagadish K.S., The static compaction of soils, *Géotechnique* 43 (2) 337-341, 1993
- [108] Walker P.J., Specification for stabilised pressed earth blocks, *Masonry international*, 10 (1) 1-6, 1996
- [109] Kerali A. G., Durability of compressed and cement-stabilised building blocks, Thèse, Université de Warwick, 2001
- [110] Walker P.J., Strength, durability and shrinkage characteristics of cement stabilised soil blocks, *Cement & Concrete composites*, 17, 301-310, 1995
- [111] Venu Madhava Rao K., Venkatarama Reddy B.V., Jagadish K.S., Adhérence en flexion de maçonneries composées de divers blocs et mortiers, *Materials and structures*, 29 (186) 119-124, 1996
- [112] S. Srinivasa Rao, B.V. Venkatarama Reddy, K.S. Jagadish, Strength characteristics of soil-cement block masonry, *The Indian Concrete Journal* 69 (2) 127-131, 1995
- [113] Walker P., Stace T., Propriétés de mortiers et de blocs de terre comprimés et stabilisés au moyen de ciment, *Matériaux et Constructions*, 30 (203) 545-551, 1997

- [114] Venkatarama Reddy B.V., K.S. Jagadish, Influence of soil composition on the strength and durability of soil–cement blocks, *The Indian Concrete Journal* 69 (9) 517–524, 1995
- [115] Venkatarama Reddy B.V., K.S. Jagadish, Properties of soil–cement block masonry, *Masonry International* 3 (2) 80–84, 1989
- [116] Ogunye F.O., H. Boussabaine, Diagnosis of assessment methods for weatherability of stabilised compressed soil blocks, *Construction and Building Materials* 16, 3, p. 163-172, 2002
- [117] Vermeer P.A., Diebels S., Ehlers W. (Eds.), Continuous and discontinuous modelling of cohesive-frictional materials, *Lecture Notes in Physics* 568, Springer-Verlag, Berlin, 2001
- [118] Wood D.M., *Soil Behavior and Critical State Soil Mechanics*, Cambridge University, England, 1990
- [119] Delage P., Fry J.J., Comportement des sols compactés : apports de la mécanique des sols non saturés, *Revue française de géotechnique*, 92, p. 17-29, 2000
- [120] K.Sako, R.Kitamura & M.Yamada, A consideration on effective cohesion of unsaturated sandy soil, *Powders and grains*, 2001
- [121] Darve F. (Eds.), *Geomaterials, constitutive equations and modelling*, Elsevier Applied Science, London, 1990
- [122] Guillot X., Couplage entre propriétés microscopiques et comportement mécanique d'un matériau argileux, Thèse, Ecole Centrale Paris, 2002
- [123] Tessier D, Etude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux. Hydratation, gonflement et structuration au cours de la dessiccation et de la réhumectation. Thèse, Univ.Paris VII, 1984
- [124] Tessier D, Lajudie A, Petit JC, Relation between the macroscopic behavior of clays and their microstructural properties, *Applied Geochemistry, Suppl. Issue N°1*, 151-161, 1992
- [125] Tessier D., Behavior and microstructure of clay minerals. In *Soil Colloids and their associations in aggregates*, Edited by M.F. De Boodt et al., NATO Advanced Series, Plenum Press, New York, 387-415, 1991
- [126] Sala G H, Tessier D, Rétention de l'eau par les matériaux argileux: signification and prévision. *C.R. Acad. Sci. Paris*, 318 série II, 381-388, 1994
- [127] Sala GH, Tessier D, Importance de l'état énergétique de l'eau sur l'aptitude au tassement de matériaux argileux non saturés, *C. R. Acad. Sci. Paris*, 316, 231-236, 1993
- [128] Djéran-Maigre I, Tessier D, Grundberger D, Velde B and Vasseur G, Evolution of microstructures and of macroscopic properties of some clays during experimental compaction. *Marine and Petroleum Geology*, 15, 109-128, 1998
- [129] Vasseur G, Djéran-Maigre I, Grundberger D, Rousset G, Tessier D, Velde B, Evolution of structural and physical parameters of clays during experimental compaction, *Marine and Petroleum Geology*, 12, 941-954, 1998
- [130] Al-Mukhtar M., Belanteur N, Tessier D, Vanapalli SK, The fabric of a clay soil under controlled mechanical and hydraulic stress states, *Applied Clay Science*, 11, 99-115, 1996
- [131] Fleureau JM, Verbrugge JC, Huergo PJ, Gomes Correia A, Kheirbek-Saoud S, Aspects of the behaviour of compacted clayey soils on drying and wetting paths, *Can. Geotech. J.*, 39, 1341-1357, 2002
- [132] Reddi L.N., Bonala M.V.S., Critical shear stress and its relationship with cohesion for sand-kaolinite mixtures, *Can. Geotech. J.*, 34, 26-33, 1997

- [133] Attou F., Etude expérimentale d'assemblage squelette-argile. Apport à la compréhension du comportement physique des sols, Thèse, Université d'Orléans et INRA, 1996
- [134] Attou F, Bruand A, Experimental study of 'fragipans' formation in soils. Role of both clay dispersion and wetting-drying cycles, C. R. Acad. Sci. Paris, Sci. De la terre et des planètes, 326, 545-552, 1998
- [135] Al-Shayea N.A., The combined effect of clay and moisture content on the behavior of remolded unsaturated soils, Engineering Geology, 62, 319-342, 1999
- [136] Kaiser J., Untersuchungen über das auftreten von Geräuschen beim Zugversuch. Dissertation TH, München, 1950
- [137] Serris E, Perrier-Camby L, Thomas G, Desfontaines M, Fantozzi G, Emission acoustique de poudres pharmaceutiques en cours de compression, Récents Progrès en Génie des Procédés, 15(77), 385-90, 2001
- [138] Dai ST, Labuz JF, Damage and failure analysis of brittle materials by acoustic emission, Journal of Materials in Civil Engineering, ASCE, Vol. 9, No.4, pp.200-205, 1997
- [139] Joseph F. Labuz, Sara Cattaneo, Li-Hsien Chen, Acoustic emission at failure in quasi-brittle materials, Construction and Building Materials 15 (5-6) pp. 225-233, 2001
- [140] Noone M.J., Mehan R.L., Observation of crack propagation in polycrystalline ceramics and its relationship to acoustic emission, in : Bradt R.C., Hasselman D.P.H., Lange F.F. (Eds.), Fracture Mechanics of Ceramics, vol. 1, Plenum Press, NY, pp. 201-229, 1974
- [141] Matthews J.R., Acoustic Emission, Gordon and Breach Science Publishers, New York, 1983
- [142] NF EN 196-1 - P15-471 - Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances mécaniques, 1995
- [143] NF P18-404 - Bétons - Essais d'étude, de convenance et de contrôle - Confection et conservation des éprouvettes, 1981
- [144] ISO 4110 Béton frais. Détermination de la consistance. Essai Vebe, 1979
- [145] ISO 4111 Béton frais. Détermination de la consistance. Degré de compactabilité, 1979
- [146] ISO 4109 Détermination de la consistance du béton frais. Essai d'affaissement, 1980
- [147] NF P18-451 Bétons. Essai d'affaissement, 1981
- [148] NF P18-452 Bétons. Mesure du temps d'écoulement des bétons et des mortiers aux maniabilimètres, 1988
- [149] NF P18-507 Additions pour béton hydraulique. Besoin en eau, contrôle de la régularité. Méthode par mesure de la fluidité par écoulement "au cône de Marsh", 1992
- [150] NF EN 12350-5 - P18-432 Essai pour béton frais - Partie 5 : essai d'étalement à la table à chocs, 1999
- [151] NF EN 1015-3 - P12-303 Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie. Partie 3 : détermination de la consistance du mortier frais (à la table à secousses), 1999
- [152] NF EN 1015-4 - P12-304 Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie. Partie 4 : détermination de la consistance des mortiers frais (par pénétration du piston), 1999
- [153] NF EN 12350-2 - P18-439 Essai pour béton frais. Partie 2 : essai d'affaissement, 1999
- [154] NF P94-051 Sols : reconnaissance et essais - Détermination des limites d'Atterberg - Limite de liquidité à la coupelle - Limite de plasticité au rouleau, 1993

- [155] NF P94-052-1 Sols : reconnaissance et essais - Détermination des limites d'Atterberg - Partie 1 : limite de liquidité - Méthode du cône de pénétration, 1995
- [156] NF P 18-406 – Bétons – Essai de compression, 1981
- [157] NF P18-400 Bétons - Moules pour éprouvettes cylindriques et prismatiques, 1981
- [158] NF P18-423 - Bétons - Mise en place par piquage, 1981
- [159] NF P18-421 - Bétons - Mise en place par microtable vibrante, 1981
- [160] NF EN 12390 - P18-455 Essai pour béton durci - Partie 3 : résistance à la compression des éprouvettes, 2003
- [161] ISO 4012:1978 Béton. Détermination de la résistance à la compression des éprouvettes, 1978
- [162] NF P94-077 - 1 Sols : reconnaissance et essais - Essai de compression uniaxiale, 1997
- [163] NF EN 196-1 - (P15-471) Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances mécaniques, 1995
- [164] ISO 679:1989 - Méthodes d'essai des ciments. Détermination des résistances mécaniques, 1989
- [165] El Bied A., Etude expérimentale et modélisation du comportement des roches granulaires : écrouissage, radoucissement et rupture en mode localisé. Thèse géotechnique, CERMES, Ponts et Chaussées, ENPC, 2000
- [166] NF18-416, Bétons - Surfaçage au soufre des éprouvettes cylindriques
- [167] Van Damme H., Mansoutre S., Colombet P., Lesaffre C., Picart D., Pastes : lubricated and cohesive granular media, C. R. Physics, 3, 229-238, 2002
- [168] Jean M., The non-smooth contact dynamics method, Comp. Meth. Appl. Mech. Engrg., 177, 235-257, 1999
- [169] Moreau J.-J., Unilateral contact and dry friction in finite freedom dynamics, J.-J. Moreau and P.-D. Panagiotopoulos, eds., in Non Smooth Mechanics and Applications, CISM Courses and Lectures, 302, (Springer-Verlag, Wien, New York), 1-82, 1998