



HAL
open science

Elaboration d'un procédé de fabrication de pierres reconstituées à base de liants hydrauliques : application au grès d'Ernzen

Nelly Vulcano-Greullet

► **To cite this version:**

Nelly Vulcano-Greullet. Elaboration d'un procédé de fabrication de pierres reconstituées à base de liants hydrauliques : application au grès d'Ernzen. Chimie. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 2001. Français. NNT : 2001NAN10201 . tel-01746609

HAL Id: tel-01746609

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01746609v1>

Submitted on 6 Nov 2023

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

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



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

UFR Sciences et Techniques de la Matière et des Procédés
Ecole Doctorale : EMMA

Thèse

présentée pour l'obtention du titre de

Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy I

en Chimie Appliquée au Génie Civil

par

Nelly VULCANO – GREULLET

**Elaboration d'un procédé de fabrication de pierres reconstituées
à base de liants hydrauliques
Application au Grès d'Ernzen**

Soutenance publique le

12 novembre 2001

Membres du jury :

Président	M. DEVIENNE	Professeur, Université Henri Poincaré, Nancy I
Directeur	M. LECOMTE	HDR, Université Henri Poincaré, Nancy I
Rapporteurs	M. TROALEN	Professeur, Université de Reims
	M. DUVAL	Professeur, Université Cergy Pontoise
Examineurs	M. DEGEIMBRE	Professeur, Université de Liège
	M. DAGALLIER	Professeur, Ecole de Géologie, Nancy I
Invités	M. EVRARD	Professeur Emérite, Université H.P. Nancy I
	M HAGUENAUER	Professeur Emérite, Université H.P. Nancy I
	M. FEIDT	Directeur de la société Feidt Pierres de tailles, Ernzen, Luxembourg
	M. SCHARFE	Directeur Laboratoire d'Essais des Matériaux, Ponts et Chaussées du Grand Duché de Luxembourg

AVANT-PROPOS	1
INTRODUCTION	3

***** PARTIE I ***** 9

CHAPITRE I :
LA PIERRE NATURELLE D'ERNZEN

I.1 INTRODUCTION	11
I.2 PROPRIETES DU GRES D'ERNZEN	13
I.3 DOMAINE D'UTILISATION	15
I.4 CRITERES A RESPECTER POUR LA PIERRE RECONSTITUEE	16
I.4.1 Esthétique	17
I.4.2 Qualité	17
I.4.3 Faible coût	17

CHAPITRE II :
QUELQUES TECHNIQUES DE FABRICATION DE PIERRES
RECONSTITUEES A BASE DE LIANTS HYDRAULIQUES

II.1 INTRODUCTION	19
II.2 TECHNIQUES DE SERRAGE	20
II.2.1 Techniques permettant l'évacuation de l'air	21
a) La vibration	21
b) Le désaéragage	21
c) La compression	22
II.2.2 Techniques permettant l'évacuation d'une partie de l'eau de gâchage ..	22
a) L'essorage	22
b) La centrifugation	23
II.2.3 Technique permettant l'évacuation simultanée d'air et d'eau : la	
technique par compression-essorage	23
II.3 EXEMPLES DE FABRICATION DE PIERRES RECONSTITUEES	23
II.3.1 Fabrication de dalles bi-couches	23
a) Description	23
b) Avantages et inconvénients	24
II.3.2 Fabrication de dalles dite par vibrocompaction sous vide	25
a) Description	25
b) Avantages et inconvénients	25
II.3.3 Fabrication de dalles par compression-essorage : le grès reconstitué	26
a) Description	26
b) Composition	27
c) Caractéristiques	28
d) Avantages	29
e) Inconvénients	29
II.4 CONCLUSION	30

CHAPITRE III :
PRESENTATION DU PROCEDE DE FABRICATION INVENTE
OBJET DU BREVET INTERNATIONAL N°WO 00/50356

III.1 INTRODUCTION	33
III.2 MALAXAGE ET COULAGE	34
III.3 PREMIERE ETAPE : LE DESAERAGE PAR MISE SOUS VIDE ET VIBRATION	34
III.4 DEUXIEME ETAPE : L'ESSORAGE	35
III.5 CURE ET TRAITEMENT	36

CONCLUSION DE LA PARTIE I	37
---------------------------	-----------

******* PARTIE II ******* **39**

CHAPITRE I :
SPECIFICATIONS ET ETABLISSEMENT DU CAHIER DES CHARGES

I.1 SPECIFICATIONS RELATIVES AUX PRODUITS HYDRAULIQUES	41
I.1.1 Propriétés mécaniques	41
a) Les résistances mécaniques en compression et en traction	41
b) Le module élastique	42
I.1.2 Les déformations	44
a) Le retrait thermique	44
b) Le retrait endogène	46
c) Le retrait de dessiccation	46
I.1.3 La résistance au gel	48
I.1.4 Conclusion	50
I.2 SPECIFICATIONS RELATIVES AU PROCEDE	51
I.2.1 Le malaxage	51
I.2.2 Le désaéragé	51
a) Principe de l'étape de désaéragé	53
b) Rappels rhéologiques	53
c) La remontée d'une bulle d'air	55
d) Aide au désaéragé par la mise en dépression	58
e) Aide au désaéragé par la mise en vibration du mortier	60
f) Aide au désaéragé par la fluidification du mortier	62
→ Dilution par ajout d'eau	62
→ Utilisation d'adjuvants type fluidifiants-réducteurs d'eau	63
g) Conclusion sur l'étape de désaéragé	64
I.2.3 L'essorage	65
a) Principe de l'étape d'essorage	65
b) Paramètres influençant l'essorage	66
→ Dépression	66
→ Perméabilité uniforme	67
→ Gradient de pression	67
→ Prise hydraulique	68
c) Conclusion sur l'étape d'essorage	68
I.3 TABLEAU RECAPITULATIF DES SPECIFICATIONS	68

CHAPITRE II :
PRESENTATION DE L'OUTIL DE FORMULATION
ET DE L'OUTIL DE MODELISATION UTILISE

II.1 PRINCIPE DE FORMULATION	71
II.1.1 De la compacité à la porosité du produit durci	71
II.1.2 De la porosité du produit durci à la compacité	74
II.2 PRESENTATION DE L'OUTIL DE MODELISATION UTILISE	76
II.2.1 Modèle de compacité (Modèle d'Empilement Compressible : MEC)	76
II.2.2 La ségrégabilité des mélanges	78
II.2.3 Modèle de résistance et de déformation	80
II.3 CONCLUSION : APPLICATION AU GRES D'ERNZEN RECONSTITUE	80

CHAPITRE III :
MATERIAUX A DISPOSITION

III.1 CHOIX DES MATERIAUX ET CARACTERISTIQUES	81
III.1.1 Sables	81
III.1.2 Ciment	81
III.1.3 Ajouts minéraux	82
III.1.4 Adjuvants	83
III.1.5 Fibres synthétiques	83
III.2 COMPOSITION ET PROPRIETES DES MATERIAUX	84
III.2.1 Sables	84
a) Teneur en carbonate de calcium	84
b) Coefficient d'absorption d'eau	84
c) Teneur en eau	85
d) Masses volumiques	85
e) Résultats	86
III.2.2 Ciments	87
III.2.3 Ajouts minéraux	89
III.2.4 Adjuvants	89
a) Les plastifiants/superplastifiants	89
b) L'anti-retrait	91
c) L'entraîneur d'air	92
III.3 GRANULOMETRIE	92
III.3.1 Sables	92
a) Granulométrie des grains de diamètre supérieur à 80 µm	92
b) Granulométrie des particules inférieures à 80 µm : la sédimentométrie	93
III.3.2 Ciments et ajouts minéraux	94
III.4 COMPACITE	95
III.4.1 Compacité des grains de diamètre supérieur à 80µ m : les sables	96
III.4.2 Compacité des poudres : les ciments et les ajouts minéraux	97
III.5 CONCLUSION	99

**CHAPITRE I :
PRESENTATION DU MATERIEL EXPERIMENTAL
ET DU DEROULEMENT DU PROCEDE**

I.1 MATERIEL DE MANUTENTION, PESAGE ET MALAXAGE	103
I.1.1 Manutention	103
I.1.2 Pesage et malaxage	104
I.2 MATERIEL UTILISE POUR LE DESAERAGE	104
I.2.1 L'enceinte à vide	105
I.2.2 La pompe à vide	105
a) Dimensionnement de la pompe à vide	106
b) La pompe à vide utilisée lors des essais	107
I.2.3 Le vibreur	108
I.2.4 Déroulement de l'étape de désaéragé	111
I.3 LE MATERIEL UTILISE POUR L'ESSORAGE	111
I.3.1 Les coffrages	111
I.3.2 Le système d'aspiration	112
I.3.3 Déroulement de l'étape d'essorage	113
I.4 LA MATURATION, LE SCIAGE ET LE TRAITEMENT DE SURFACE	115
I.4.1 Maturation	115
I.4.2 Sciage	115
I.4.3 Traitement de surface	116
I.5 CONCLUSION	116

**CHAPITRE II :
LES FORMULES**

II.1 SIMULATION DE MELANGES	119
II.1.1 Mélanges secs et compacité	119
II.1.2 Mélanges humides et ségrégation	121
II.2 FEUILLE DE CALCUL	124
II.2.1 Ratios et proportions	126
II.2.2 Proportions pour un mètre cube final	126
a) Quantités sèches	127
b) Quantités humides	127
II.2.3 Mortier à préparer	127
II.2.4 Essorage théorique	128
II.2.5 Pratique	128
II.2.6 Dosages finaux pour 1 m³	128
II.3 LES FORMULES TESTEES	128
II.3.1 Formules pour caler les aspects techniques du procédé	129
II.3.2 Formules pour augmenter la compacité	129
a) Utilisation du ciment CEM II 42,5 CBR	129
b) Utilisation du sable correcteur	130
c) Utilisation d'additions minérales	130
II.3.3 Formules pour limiter la ségrégation	131
II.3.4 Formules pour limiter le retrait	131
II.3.5 Formules pour augmenter la résistance au gel	132

II.3.6 Adjuvants particuliers pour la modification de la rhéologie	133
II.4 FORMULATION PAR L'UTILISATION DE L'INDICE DE SERRAGE K	133
II.5 CONCLUSION	134

**CHAPITRE III :
MESURES A L'ETAT FRAIS**

III.1 MESURES LORS DES ESSAIS DE FABRICATION A ERNZEN	137
III.1.1 Mesure de consistance	137
III.1.2 Teneur en air	140
III.1.3 Température	141
III.1.4 Essorage	141
III.2 MESURES EN LABORATOIRE	142
III.2.1 Essais de désaéragé	142
III.2.2 Mesures de rhéologie	144
a) Présentation des formules testées	144
b) Mesures préalables	145
c) Mesures au rhéomètre BTRHEOM	146
d) Mesures au viscosimètre	147
e) Interprétations	149
III.3 CONCLUSION	150
CONCLUSION DE LA PARTIE III	152

******* PARTIE IV ******* 153

**CHAPITRE I :
PROPRIETES PHYSIQUES**

I.1 MASSES VOLUMIQUES	155
I.1.1 Masse volumique apparente	155
I.1.2 Masse volumique réelle	156
I.2 COEFFICIENT DE CAPILLARITE	157
I.3 POROSITE	159
I.3.1 Porosité mesurée selon la norme NF B 10-503	159
I.3.2 Porosité au mercure	162
a) Principe	162
b) Dispositif expérimental et mode de calcul	163
c) Résultats	164
I.4 CONCLUSION	172

**CHAPITRE II :
PROPRIETES MECANIQUES ET DEFORMATION**

II.1 PROPRIETES MECANIQUES	175
II.1.1 Résistance en flexion	175
II.1.2 Résistance en compression	176
II.1.3 Module élastique	176
II.1.4 Résultats	177

a) Homogénéités des résistances dans la hauteur	177
b) Evolution des résistances mécaniques dans le temps	179
→ Conservation par un emballage hermétique en aluminium	179
→ Conservation dans l'eau	182
c) Le module élastique	183
II.2 DEFORMATIONS	185
II.2.1 Protocole expérimental	185
II.2.2 Résultats	186
II.2.3 Calcul de l'indice de fissuration	187
II.3 CONFRONTATION AUX MODELES	189
II.3.1 Mesures de paramètres p, q et k_f des granulats	190
II.3.2 Ajustement des formules	192
II.3.3 Modélisation des résistances	194
II.3.4 Modélisation des modules	195
II.3.5 Modélisation des déformations	196
II.3.6 Indice de fissuration théorique	197
II.4 CONCLUSION	198

CHAPITRE III :
RESISTANCE AU GEL

III.1 DEROULEMENT DES CYCLES GEL-DEGEL	201
III.2 PRESENTATION DES RESULTATS	202
III.3 ANALYSE DES ECHANTILLONS ET INTERPRETATION	206
III.3.1 Caractérisation des phases présentes	206
a) Diffraction des rayons X	206
b) Microscopie Electronique à Transmission	209
III.3.2 Observation de lames minces	213
III.4 CONCLUSION	214

CONCLUSION DE LA PARTIE IV
215

CONCLUSION GENERALE
217

Références bibliographiques..... 223

AVANT-PROPOS

Ce travail de thèse a été initié par Messieurs Guy Feidt, Directeur de la société FEIDT Pierres de Taille et Guy Scharfe, Directeur du Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Grand-Duché de Luxembourg.

Programmée sur trois ans, cette recherche a été rendue possible grâce à l'octroi d'une bourse d'étude décernée par le Ministère de l'Education Nationale et de la Formation Professionnelle du Grand-Duché de Luxembourg et grâce à la société Feidt qui a financé les aspects matériels du projet.

Je tiens à remercier Messieurs Guy Scharfe et Guy Feidt, initiateurs du projet, qui ont toujours montré beaucoup d'intérêts à ma recherche et ont bien voulu faire partie de mon jury de thèse.

Je remercie M. Bernard Haguenauer de m'avoir accueillie au sein de son laboratoire, ainsi que M. Devienne pour avoir accepté d'être Président de jury.

Je souhaite témoigner de ma plus profonde gratitude et reconnaissance à M. André Lecomte, Directeur de thèse, pour son implication et sa grande disponibilité au cours de ces trois années. Son enthousiasme et ses connaissances prennent une part importante dans l'aboutissement de ce travail.

Je destine un remerciement respectueux tout particulier à M. Omer Evrard, Professeur Emerite de l'Université Henri Poincaré, qui m'a permis d'effectuer mes premiers pas dans le monde du ciment, et n'a jamais cessé de croire en moi.

Je remercie également Messieurs Gérard Troalen, Professeur à l'Université de Reims et Roger Duval, Professeur de l'Université de Cergy-Pontoise, Roger Dagallier Professeur à l'Ecole de Géologie de Nancy I et René Degeimbre, Professeur à l'Université de Liège pour avoir examiné et jugé mon travail.

J'associe à mes remerciements toute l'équipe des Carrières Feidt à Ernzen : Michel Pirotte Ingénieur et Coordinateur de toute l'équipe, Diamantino, Georges et bien sûr Frantz. Ces personnes m'ont aidé et judicieusement conseillé, dans la bonne humeur, lors des essais de fabrication de pierres.

Je remercie également M. Steichen pour ses conseils et pour son implication dans les nombreux essais effectués du Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Grand-Duché de Luxembourg.

Que messieurs Le Roy, Nachbaur et Serrano de l'équipe du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées de Paris soient également remerciés pour leur accueil et leurs conseils avisés lors des essais de rhéologie.

Je n'oublie pas de remercier Monsieur Schumacker du laboratoire de l'Ecole de Géologie de Nancy I pour m'avoir initié à la porosité au mercure et Monsieur Ghanbaja du service commun de microscopie Electronique à Transmission pour ses conseils avisés.

Merci également à toute l'équipe de l'IUT de Nancy-Brabois. Les filles tout d'abord pour leur soutien et leur bonne humeur ; Joelle Passard, Jeanine Hablot, Maria Barbosa et la petite dernière Karine Merriaux. Et puis les garçons : André Boudon, Jacky Defez, François Desnouvaux, Olivier Français, Jean Paul Glez, Jean Pierre Prost,

Je tiens à remercier toute l'équipe d'enseignant (René Devienne, Professeur et Chef de département, Jean Luc Blin-Lacroix, François Desnouvaux, André Lecomte, et André Boudon, etc...) qui m'ont soutenu et m'ont permis de faire le choix, oh combien difficile, entre un poste d'ATER à l'IUT Nancy-Brabois et l'équivalent à l'IUT de Saint-Pierre de la Réunion. Je leur exprime ma profonde gratitude. De même, je n'oublie pas de remercier mes nouveaux collègues de l'IUT de Saint Pierre pour leur accueil chaleureux : Eric Sarret chef de département, Leatitia Adelard, Harry Boyer, François Garde, Franck Lucas, Frédéric Miranville, Frédéric Wintzerith, ...

Que mes amis soient chaleureusement remerciés pour leur soutien et les bons moments inoubliables passés ensemble : Virginie ma grande copine qui m'a accompagné durant tout mon cursus universitaire et Arnaud et Claudine, les amoureux des vraies pierres.

Je termine par une pensée toute personnelle à ma petite maman à qui je dédie cet humble travail de recherche qui ne lui est malheureusement pas utile pour combattre ses souffrances ainsi que celles de ma grande sœur, Maria. Je n'oublie pas de témoigner mon affection à mes deux autres grandes sœurs, Jeannette et Pina, grâce à qui tout les moments difficiles ont été adoucis.

Enfin, je termine par une pensée pleine d'amour pour les deux rayons de soleil de ma vie :

Philippe et Marie

INTRODUCTION

Le grès d'Ernzen a été largement utilisé au Luxembourg et ce, depuis l'Epoque Romaine. La villa gallo-romaine d'Echternach, le château de Larochette, et plus récemment, des réalisations grandioses de la ville de Luxembourg (clamée au patrimoine de l'UNESCO) en Grès d'Ernzen enrichissent le patrimoine luxembourgeois tel le Pont Adolphe, la gare, le siège de l'Arbed, etc.

Malheureusement, après plus de 100 ans d'exploitation, le gisement actuellement exploité par les Carrières Feidt rencontre un problème de fracturations qui limite la production rentable de gros blocs intacts. Le recours à l'achat de pierres provenant d'autres pays peut parfois se révéler intéressant tant au niveau du coût de revient que de la qualité, mais cette solution n'est pas acceptable car l'utilisation d'autres pierres altère en général le cachet original des édifices.

L'idée est donc de reconstituer le Grès d'Ernzen à partir d'un liant hydraulique, d'un sable de granulométrie définie provenant de la carrière originelle et éventuellement d'un pigment minéral colorant. Pour des raisons de rentabilité liées au matériel de coupe, le produit obtenu doit être de grande taille (60 à 80 cm d'épaisseur et plusieurs mètres carrés de surface). De plus, il doit présenter une esthétique proche de celle du grès et des caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques telles que son domaine d'utilisation soit identique à celui de la pierre naturelle.

Des études concernant la fabrication de pierres reconstituées ont déjà été menées, et l'on trouve aujourd'hui sur le marché des produits de qualités et d'esthétiques variables. Ils sont utilisés en fonction de leurs caractéristiques pour le dallage, le parement, l'encadrement ou le mobilier, en intérieur ou en extérieur. Comme tous les produits constitués d'un empilement de grains (mortiers, bétons...), une compacité optimale est, très souvent, gage d'un produit fini de qualité. Une mise en œuvre convenable, permettant de se rapprocher de cette compacité est nécessaire, et doit intégrer une étape de serrage mécanique intense. Cette opération repose sur l'évacuation d'un certain volume d'air et/ou d'eau excédentaire à l'aide d'une presse. Toutefois, l'appareillage nécessaire pour obtenir les gros blocs demandés est surdimensionné pour une PME. A l'heure actuelle, le carrier sous-traite donc des dalles de pierres reconstituées fabriquées à l'aide d'une presse de grande envergure par un industriel allemand. Or le produit ne répond pas à tous les critères, notamment par son épaisseur qui ne dépasse pas 17 cm. De plus, bien que son apparence soit quasi irréprochable après traitement de surface, des défauts de type faïençage, microfissures et hétérogénéités surgissent parfois et en altèrent l'esthétique.

On a donc imaginé un nouveau procédé de fabrication de pierres reconstituées à base de liant hydraulique nécessitant un appareillage modeste et pouvant être mis en place facilement

dans les locaux de la carrière. Ce procédé comporte deux étapes ; la première consiste à évacuer les bulles d'air apparentes contenues dans le mélange par l'établissement d'une dépression (de 8 000 Pa) et d'une vibration. La seconde consiste à retirer du mélange encore frais, une partie de l'eau ayant servi à la mise en place et à l'évacuation des bulles d'air. Cette eau excédentaire est évacuée par une technique qui s'apparente à l'essorage du béton. Ce procédé dit par désaéragage-essorage, a fait l'objet d'un brevet international (n° WO/ 00 50356).

Le cahier des charges concernant la fabrication du Grès d'Ernzen reconstitué est présenté en Partie II. Il prend appui sur le comportement général des produits à base de liant hydraulique et de leur application aux étapes du procédé. On verra, par exemple, que le mortier de pierre à l'état frais doit présenter des caractéristiques rhéologiques (seuil de cisaillement et viscosité plastique) particulières pour que les plus petites bulles d'air jugées inesthétiques soient évacuées lors de l'étape de désaéragage dans un laps de temps donné. La formulation des mélanges, basée sur la recherche d'une forte compacité, est rendue possible, en amont des essais, par l'utilisation d'un modèle d'ensemble (modèle issu du logiciel BétonlabPro2, [de Larrard, 2000]) qui permet de prévoir notamment la compacité et la stabilité des mélanges granulaires. Les principaux fondements de ce modèle sont présentés dans la partie II et en partie IV. Enfin, les matériaux à disposition sont présentés et caractérisés au regard des normes AFNOR et des méthodes recommandées pour l'utilisation du logiciel BétonlabPro2.

La Partie III de ce mémoire concerne les expérimentations effectuées en grande partie à échelle semi-industrielle dans les locaux de la carrière. La mise en place de ce procédé a nécessité la prise en main de tout un ensemble d'appareillage technique (pompe à vide, vibreur, etc.) au travers d'un certain nombre d'essais. Parallèlement, on s'est appliqué à optimiser la formulation des mélanges, à l'aide notamment de simulations réalisées par l'utilisation d'un programme informatique écrit par A. Lecomte (basé sur les fondements théoriques de BétonlabPro2, non commercialisé alors) de manière à obtenir une compacité élevée, gage d'un produit fini de qualité. Les essais de fabrication, ainsi que les simulations, ont permis de constater que la recherche d'une forte compacité n'était pas le seul critère à considérer pour obtenir un produit fini à la fois de qualité et similaire au grès d'Ernzen. La consistance du mélange granulaire à l'issue du malaxage, ainsi que l'aptitude de celui-ci à la ségrégation constituent deux autres critères essentiels à prendre en compte tant ils déterminent à la fois le bon déroulement de chacune des deux étapes du procédé, et, par voie de conséquence, l'esthétique et les propriétés physiques du bloc dans sa masse. La proportion optimale des constituants a donc été recherchée de façon à ce que le mélange soit le moins

propice à ségréger et soit le plus facilement et le plus rapidement traité avant prise, grâce à une consistance optimale. On a ainsi établi le « diagramme de remplissage » des formules, en choisissant préférentiellement le plus uniforme. Enfin, plusieurs séries d'essais ont été réalisées pour atteindre des objectifs précis (formules pour augmenter la compacité, pour réduire la tendance à la ségrégation, pour diminuer les phénomènes de retrait de dessiccation, pour augmenter la résistance au gel en présence de sels, ...). Ces essais ont été modélisés, ce qui a permis d'attribuer à chacune des étapes une valeur d'indice de serrage K pouvant être utilisée à la fois comme une échelle de consistance pour le mélange avant désaéragage et comme indicateur de la quantité d'eau à évacuer lors de l'étape d'essorage. Des mesures sur les mélanges frais ont été effectuées sur place lors des essais de fabrication de pierres avec pour objectif le contrôle de plusieurs paramètres (consistance, température, teneur en air et vitesse d'essorage). En laboratoire, des essais ont permis de constater que l'évacuation des bulles d'air lors de l'étape de désaéragage peut entraîner la formation de filets de laitance, inesthétiques au sein du bloc après durcissement, dues au passage des bulles d'air. On a également effectué des essais de rhéologie pour déterminer les valeurs du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique des mortiers habituellement fabriqués afin de les corrélérer aux relations traduisant la remontée des bulles d'air au sein d'un mélange granulaire établies en partie II. Ces mesures n'ont pas rigoureusement abouti à cette comparaison en raison de l'inadaptation des appareils utilisés.

Les propriétés des blocs fabriqués sont présentées en Partie IV. On constate, au travers des mesures de masses volumiques, de porosité et de résistances mécaniques que la plupart des blocs présentent une hétérogénéité de composition dans la hauteur. Celle-ci est d'autant plus importante que l'étape qui consiste à extraire l'eau excédentaire du mélange est rendue difficile par l'existence d'une ségrégation au sein du mélange. Cette ségrégation se produit le plus souvent lors de la fabrication de blocs de grande épaisseur pendant la vibration du mélange frais. En outre, une longue série de mesures de retrait total a été entreprise. Les résultats montrent que le retrait développé est essentiellement dû à la dessiccation des éprouvettes dès lors que celles-ci sont exposées à l'air sans protection. La dessiccation du matériau engendre, en effet, des phénomènes de retrait important, qui peuvent parfois causer des fissures. L'usage de fibres en polypropylène semble être un palliatif intéressant à ces phénomènes. De même, un adjuvant anti-retrait rend le retrait de dessiccation nettement inférieur, même au bout de plusieurs mois. Une étude plus fine des résultats rend indispensable l'utilisation de modèles tirés de la littérature [de Larrard, 2000], [Le Roy, 1996] et l'analyse des proportions et constituants de chaque lot d'éprouvettes. Cette étude est rendue

possible par le dépouillement des porosités et masses volumiques de celles-ci. Elle est ici simplement abordée, et constitue une publication en cours de rédaction.

Enfin, des mesures de résistances au gel montrent que le matériau résiste parfaitement au gel simple, mais est particulièrement sensible aux sels de déverglaçages. Ce comportement est dû à la fois à une action chimique engendrée par la présence de sels (NaCl utilisé à hauteur de 3 %) et à une action physique. Des observations au Microscopie Electronique à Transmission et de lames minces, et des essais de porosimétrie mercure aident à comprendre cette action conjointe.

PARTIE I

LA PIERRE NATURELLE D'ERNZEN

QUELQUES TECHNIQUES DE FABRICATION DE PIERRES RECONSTITUEES

PRESENTATION DU PROCEDE DE FABRICATION INVENTE

OBJET DU BREVET INTERNATIONAL N°WO 00/50356

CHAPITRE I

LA PIERRE NATURELLE D'ERNZEN

I.1. INTRODUCTION

La formation du Grès du Luxembourg est d'âge Hettangien Supérieur (de 213 à 206 millions d'années). Elle représente une lentille de grande amplitude qui s'étale de Arlon (en Belgique) à Hettange (en France) en prenant toute son ampleur au Luxembourg. La puissance de cette formation est d'une centaine de mètres par endroits. A la carrière d'Ernzen, au Luxembourg, elle est de 50 à 60 m.

La carrière d'Ernzen, située à 20 kilomètres au nord de la capitale exploite depuis plus de cent cinquante ans le Grès du Luxembourg (Figures I.1 et I.2).

Sa couleur varie entre le beige, l'ocre clair, et le rose. Sa texture est fine : les plus gros grains qui la constituent ont une taille maximale de 1,2 mm (Figure I.3). C'est un grès à ciment calcitique.

L'esthétique remarquable et les qualités de ce grès, propice à l'utilisation en tant que pierre de taille, ont permis la construction des plus beaux édifices luxembourgeois contemporains tels que le Pont Adolphe (Figure I.4), la gare de Luxembourg-Ville, le siège de l'ARBED....

Malheureusement, à l'heure actuelle, l'exploitation rentable en pierre de taille n'est plus possible. De nombreuses diaclases parcourent la carrière d'Ernzen. Ces diaclases sont orthogonales entre elles, de sorte que la pierre se débite en parallélépipèdes réguliers. Ces fractures peuvent être soit distantes les unes des autres permettant ainsi l'exploitation de gros blocs, soit en réseau serré découpant la roche en menus fragments inexploitable pour la pierre de taille [Lucius, 1953]. Quand bien même il est possible d'extraire quelques rares pièces, les moyens techniques et humains nécessaires et les écarts produits rendent l'opération trop coûteuse pour une commercialisation rentable.

Pour permettre l'édification de nouvelles constructions et la restauration du bâti luxembourgeois, la fabrication d'une pierre artificielle est un recours intéressant dans la mesure où elle est semblable au Grès d'Ernzen pour une substitution parfaite à la pierre originelle.

I.2. PROPRIETES DU GRES D'ERNZEN

L'évaluation des propriétés du Grès d'Ernzen est périodiquement effectuée au Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Luxembourg (LEMPC) à Bertrange, et elle a pour objectif le contrôle des qualités du produit. Les normes fréquemment utilisées au Luxembourg sont soit allemandes (normes DIN) soit issues de la RILEM¹. On a choisis de présenter deux séries de résultats issues d'essais effectués à 10 ans d'intervalle sur près de 30 échantillons. Les principaux résultats obtenus sont synthétisés sous la forme d'un tableau récapitulatif (tableau I.1).

L'**analyse minéralogique** du grès d'Ernzen révèle une composition majoritaire en silice de 72 %. Le complément correspond en quasi-totalité au carbonate de calcium CaCO_3 issu de la matrice cimentaire. L'analyse annonce, en effet, 15 % de CaO et 12 % de perte au feu (eau dissociée du carbonate de calcium). On note la présence d'une très faible proportion en aluminates (1%).

L'étude des propriétés physiques du grès au LEMPC révèle une **masse volumique apparente** qui se situe dans une fourchette de 2,10 à 2,15 T/m^3 . Cette variation de 0,05 T/m^3 est élevée, mais ne traduit toutefois pas de défauts notables. En effet, les essais ayant dix ans d'intervalle, les bancs exploités sont distincts et variables. Les écarts sont donc dus à l'hétérogénéité naturelle du faciès.

La **masse volumique absolue**, qui tient compte exclusivement des constituants solides, est de 2,66 T/m^3 . Cette valeur est en accord avec la composition minéralogique du grès car elle correspond approximativement à la moyenne pondérée des masses volumiques de la silice (2,652 T/m^3) et du carbonate de calcium (2,715 T/m^3).

L'**absorption volumique d'eau sous vide** est évaluée à 20 % par les essais de 1982. C'est une valeur de porosité relativement élevée qui suggère que le matériau retient beaucoup d'eau nuisible à son vieillissement : salissures, formation d'algues et de mousses...

Les mesures de **capillarité**, réalisées en 1982 annoncent un coefficient de 5,3 ce qui traduit une absorption d'eau par remontée capillaire élevée et rapide. En comparaison, on peut

¹ RILEM : Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais et de recherches sur les Matériaux

citer les coefficients de capillarité obtenus pour des bétons dosés à 340 kg/m³ qui sont compris entre 1,5 et 1,8 [Caré et Al, 2000].

En ce qui concerne les **propriétés mécaniques**, le grès d'Ernzen enregistre en moyenne de 45 MPa de résistance à la compression sur cube d'arêtes 15 cm et 5 à 6 MPa à la traction en flexion sur éprouvettes 4 x 4 x 16 cm. Ces résistances sont relativement faibles pour une pierre.

Tableau I.1 : Propriétés de la pierre naturelle

Propriétés	Unités	Essais 1982	Essais 1992
MINERALOGIE			
SiO ₂	%		72,35
Al ₂ O ₃	%		0,72
CaO	%		14,47
Perte au feu	%		11,73
PROPRIETES PHYSIQUES			
Masse volumique apparente	T/m ³	2,10	2,15
Masse volumique absolue	T/m ³	2,66	nd
Porosité mesurée sous vide	% volumique	20,0	
Coefficient de capillarité		5,3	
PROPRIETES MECANIQUES			
Résistance à la compression	MPa	45	44
Résistance en flexion	MPa	5,0	6,0
Usure	mm		8,06
Abrasion (DIN52108) éch.sec	mm	13	
Module élastique	MPa		6500
DURABILITE			
Essais de gel Avec et sans sels (NaCl à 3 %)	Après 25 cycles gel-dégel		Pas d'altérations

Le **module élastique**, quant à lui, est faible : 6500 MPa. Cette faible valeur de module élastique sous-entend un comportement plutôt élastique face aux contraintes appliquées, ce qui confère à la pierre un faible risque de fissures. En comparaison, un matériau hydraulique (par exemple un béton) dont la résistance en compression est de 45 MPa présente un module supérieur à 30 000 MPa.

Notons des **valeurs d'abrasion et d'usure** relativement élevées. Elles suggèrent qu'une utilisation en tant que dallage, par exemple, est risquée.

Enfin, des essais de **résistance au gel** ont été effectués par le LEMPC. La pierre d'Ernzen ne présente aucune dégradations au bout des 25 cycles gel-dégel selon les recommandations de la RILEM en 1977 (avec et sans sels de déverglaçage, NaCl dosé à 3 %), elle est donc ingélive. En 1982, les cycles ont été poursuivis jusqu'à la détérioration des échantillons. Celle-ci n'est apparue qu'au terme de 168 cycles.

Au vu de l'analyse des résultats exposés dans le tableau I.1, il s'avère que le grès présente des propriétés physiques qui diffèrent parfois alors que les modes opératoires sont identiques. Le matériau présente donc une certaine hétérogénéité, sans conséquences pour le bâti et ce pour trois raisons :

-1- Les essais sont espacés de 10 ans et ont donc été effectués sur des échantillons provenant de bancs distants. Les écarts révélés traduisent le caractère naturel de la roche.

-2- Les écarts ne se répercutent peu ou pas sur les valeurs de résistances en compression, ce qui prouve leur importance mineure.

-3- Enfin, le Grès d'Ernzen est utilisé dans le bâti luxembourgeois depuis plusieurs siècles sans avoir jamais présenté de défaillances particulières.

Notons que les essais réalisés dans le cadre de ce présent programme de recherche confirment la plupart de ces données (résistances mécaniques et essais de gel). Le détail de ces essais est donné en Partie IV de ce mémoire. On peut toutefois noter d'ores et déjà quelques divergences quant aux valeurs de porosité (17% contre 20 % en 1982), de masses volumiques apparentes (2,20 T/m³ contre 2,10 et 2,15 en 1982 et 1992) qui sont dues vraisemblablement à la fois aux différences qui existent entre les modes opératoires (durée et qualité du vide, durée d'immersion dans l'eau...) et à l'hétérogénéité naturelle de la pierre.

I.3. DOMAINE D'UTILISATION

Le Grès d'Ernzen présente un comportement propice à une utilisation variée dans la construction [Hoffman, 1982] : Couronnement, assise de rejaillissement, bandeau, élévation sous saillie, balcon, soubassement, socle, sont autant d'usages possibles (Figure I.5).

Hoffman, [Hoffman, 1982], émet toutefois quelques réserves quant à l'utilisation de la pierre d'Ernzen dans le bâti. Le grès d'Ernzen (dit de Larochette dans le rapport original) ne doit pas être utilisé dans les réalisations suivantes :

- Dallage extérieur,
- Confection de bassin de retenue d'eau.

Le dallage extérieur est effectivement une utilisation risquée du grès en raison des valeurs obtenues aux essais d'usure et d'abrasion. En outre, l'absorption rapide de l'eau, favorise la formation de lichen et de mousse inesthétique, qui est d'autant plus rapide que la pièce est soumise aux intempéries.

La confection de bassin de retenue d'eau n'est pas recommandée, et ceci en raison de son comportement vis à vis de l'eau (capillarité, porosité, perméabilité...).

De plus, pour le bâti, l'auteur énonce quelques recommandations :

- Isoler la pierre, par des moyens appropriés tels que les membranes imperméables, des remontées capillaires provenant du sol et pouvant être chargées de sels minéraux.
- Protéger les parties exposées à l'air libre, la pluie, les projections de sels de déverglaçages et utiliser des traitements aux produits hydrofuges pour éviter la formation d'algues et de mousse.

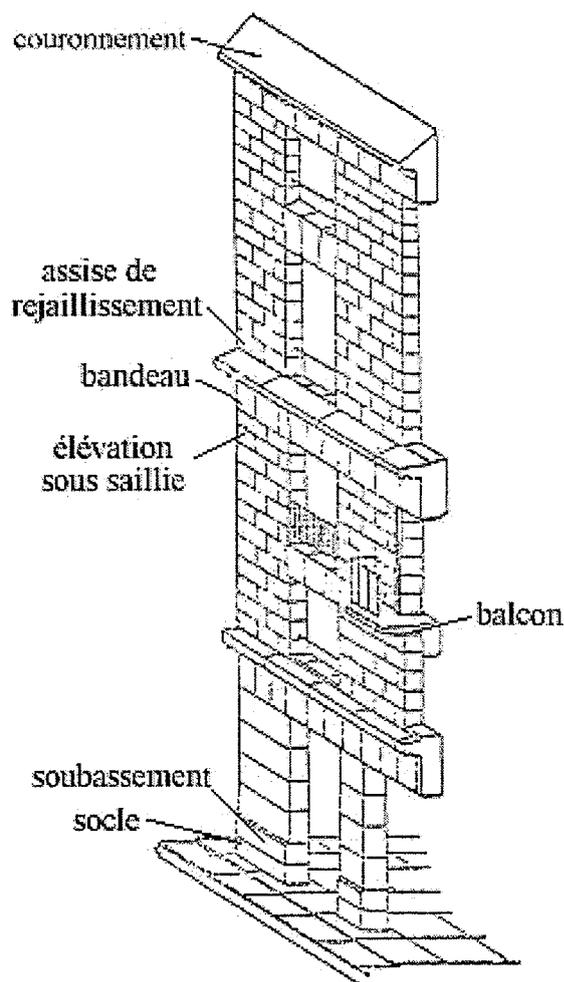


Figure I.5 Domaine d'utilisation de la pierre d'Ernzen

I.4. CRITERES A RESPECTER POUR LA PIERRE RECONSTITUEE

L'objectif de la reconstitution du grès d'Ernzen est de substituer celle-ci dans le domaine de la construction car l'extraction du grès est aujourd'hui quasi-impossible en raison d'une importante fracturation. La réfection des bâtiments anciens et la construction de nouveaux bâtiments nécessitent donc l'utilisation d'une pierre similaire au grès tant d'un point de vue de l'esthétique, que de la mécanique et de la durabilité. Enfin, il est bien évident que le coût de fabrication de la pierre artificielle doit être le plus réduit possible.

I.4.1. Esthétique

La teinte des constituants doit être choisie de sorte que le produit soit d'une apparence égale à la pierre naturelle : le liant, les granulats et autres additions minérales éventuelles doivent donc présenter une teinte claire. De même, la texture du produit après ultime traitement (acidage des surfaces apparentes après sciage, par exemple) doit correspondre à celle du grès d'Ernzen. Pour cela, la taille des grains ne doit pas dépasser 1,2 mm.

En outre, une certaine homogénéité est requise. Quand bien même une pierre naturelle peut présenter des variations de teintes (fines veines ou dégradés par exemple), ces défauts au sein de la pierre reconstituée ne peuvent être admis au risque d'être inesthétiques.

I.4.2. Qualité

Les performances mécaniques et la durabilité de la pierre reconstituée doivent être proches de celles du grès d'Ernzen pour lui assurer un domaine d'utilisation similaire. Ses qualités physiques doivent, idéalement, se retrouver de façon homogène dans toute la masse.

Il s'agit donc de retrouver, voire de dépasser des résistances en compression de 45 MPa, et en traction de 6 MPa, tout en limitant la valeur du module élastique, dans la mesure du possible, pour éviter les risques de fissuration pour les petites déformations.

Enfin, d'un point de vue durabilité, la pierre reconstituée doit être ingélive, y compris en présence de sels de déverglaçages, comme la pierre d'Ernzen, de sorte de ne pas limiter son domaine d'utilisation. Notons, toutefois qu'il s'agit d'un critère très sévère, généralement non imposé aux pierres naturelles (calcaires, marbres et même granites) pour lesquelles l'usage recommandé est d'éviter tout contact avec les sels de déverglaçages (c'est ce qu'annonce par exemple Hoffman [Hoffman, 1982] dans son rapport pour le Grès d'Ernzen).

I.4.3. Faible coût

La pierre reconstituée doit être fabriquée sous la forme de blocs de grandes dimensions identiques à ceux traités habituellement par le carrier. Ainsi, le matériel de coupe peut être parfaitement rentabilisé et la manutention réduite. Les pierres artificielles produites doivent idéalement être de grandes tailles : 60 à 80 cm d'épaisseur et 2 à 3 m² de surface.

En outre, le choix des constituants doit être fait en tenant compte, par exemple, du lieu de production pour limiter les coûts de transport.

Enfin, le matériel de malaxage, coulage et manutention ne doit pas représenter un investissement trop important, au risque d'être difficilement rentabilisé.

CHAPITRE II

QUELQUES TECHNIQUES DE FABRICATION DE PIERRES RECONSTITUEES A BASE DE LIANTS HYDRAULIQUES

II.1 INTRODUCTION

Un matériau à matrice liante hydraulique, type mortier ou béton, comprend un ou plusieurs granulats de granulométrie définie, mélangé à une pâte liante. Celle-ci est constituée de ciment en poudre, d'eau, d'air et éventuellement d'ajouts minéraux.

La quantité d'eau nécessaire aux réactions d'hydratation du ciment, indispensable à la prise et au développement de résistances du produit fini, est connue [Czernin, 1956], [Folliot, 1982], [Baroughel-Bouny, 1994] : elle est estimée aux alentours de 20 % à 25 % de la masse du ciment (la fourchette de variation étant due au type de ciment utilisé).

Il est cependant quasi-impossible de n'utiliser que cette faible quantité d'eau dans une pâte ou plus généralement dans un béton :

-1- En pratique, elle est nettement insuffisante pour conférer la moindre ouvrabilité au mélange, ce qui empêche le coulage et le remplissage optimal des coffrages car il se forme des poches d'air difficiles à évacuer. Le mélange présente des défauts qui nuisent à la compacité du matériau. Celle-ci, est définie comme le rapport du volume solide au volume total et correspond au complément de la porosité. Le produit fini présente alors une forte porosité qui confère au matériau [Dupain et al, 1995], [Neville, 1995] :

- des résistances mécaniques faibles,
- une durabilité médiocre par l'attaque facile des constituants,
- une tendance à la salissure et à la formation de mousses et d'algues.

-2- L'hydratation du ciment n'est pas complète, et sera même compromise, en cas d'évaporation ou absorption d'eau par les granulats. La résistance espérée du matériau n'est

pas atteinte, puisque les grains de ciment ne contribuent pas complètement au développement de résistances.

Les mêmes conséquences sur le produit fini sont à craindre avec un mélange constitué d'une trop grande quantité d'eau. D'une part, dispersés dans le milieu aqueux, les grains ne sont plus en contact les uns des autres et le degré de remplissage des espaces vides entre les grains n'est pas optimal. Cette suspension est alors synonyme d'une faible compacité et les propriétés finales d'un tel produit sont celles précédemment décrites. D'autre part, elle peut entraîner la ségrégation des constituants, c'est-à-dire leur séparation. Des conséquences fâcheuses sont alors à craindre au sein du produit :

- les propriétés mécaniques ne sont pas uniformes en raison de la séparation des constituants.
- l'esthétique n'est pas assurée, car la ségrégation étendue ou localisée peut être visible, soit par des nuances de couleurs ou de texture, soit par des attaques chimiques (carbonatation par exemple) ou des formations d'algues ou de mousses.

De plus, cet excès d'eau, qui n'est pas utile pour les réactions d'hydratation, se trouve libre de s'évaporer. La dessiccation qui en résulte engendre alors des problèmes tel qu'un retrait de dessiccation qui peut provoquer des fissures [Neville, 1995].

Un compromis sur la teneur en eau doit donc être trouvé pour que le mélange hydraulique frais soit suffisamment fluide tout en gardant une forte compacité, et une stabilité optimale.

Le recours à des adjuvants organiques type fluidifiants est aujourd'hui courant. Par une action défloculante sur les grains de ciment, ils permettent d'améliorer la fluidité des mortiers et bétons sans avoir recours à un excès d'eau important. Pourtant, même si leur efficacité n'est plus à démontrer, les adjuvants fluidifiants ne permettent pas (sauf pour le cas des bétons auto-plaçants à usage très spécifique) de s'affranchir d'une étape de serrage.

II.2 TECHNIQUES DE SERRAGE

Les techniques de serrage ont pour but d'augmenter la compacité du mélange afin que le produit fini atteigne les propriétés désirées. Le principe consiste à augmenter l'importance relative du volume solide en éliminant au maximum les poches ou les bulles d'air et éventuellement une partie de l'eau excédentaire contenue dans la préparation après coulage. Le volume occupé par l'air et par l'eau, ainsi expulsé, se trouve compensé par de la matière

solide, d'où l'augmentation de compacité du mélange. Plusieurs techniques de serrage peuvent être citées ; certaines n'agissent que sur les bulles d'air, d'autres que sur l'eau. D'autres encore agissent simultanément sur l'air et l'eau.

II.2.1. Techniques permettant l'évacuation de l'air

a) La vibration

La mise en vibration est la technique la plus ancienne et la plus couramment mise en pratique. Elle peut être utilisée comme unique technique de mise en place (en chantier par exemple) ou être associée à d'autres techniques dans le domaine de la préfabrication.

Au cours d'une vibration, les grains sont soumis à des amplitudes et des accélérations qui provoquent leurs mouvements relatifs les uns par rapport aux autres. Les forces d'adhérence et de frottement diminuent, la préparation semble, tout d'un coup plus fluide. Un certain volume d'air s'échappe, volume qui est aussitôt comblé par de la matière (la compacité augmente donc par définition). Sur chantier, une vibration interne (aiguille vibrante) ou de surface (dame ou règle ou truelle vibrante) est quasi suffisante. Dans le domaine de la préfabrication, on a recours soit à des vibreurs externes que l'on fixe directement sur le moule ou sur la table supportant le moule, soit à des tables à chocs. La vitesse et la fréquence de vibration sont des paramètres importants. En général, les basses fréquences agissent sur la mise en mouvement des gros granulats, et les fréquences plus élevées sur les grains plus fins [Collin, 1976], [Legrand, 1982], [Bresson, 1995]. Cependant, l'opération de vibration peut entraîner une séparation des grains au sein du mélange (ségrégation) dont les conséquences sont préjudiciables pour la qualité du produit fini. Pour limiter ces risques, il est possible d'intervenir au niveau de la formulation, en faisant varier par exemple les proportions des constituants [de Larrard, 2000], ainsi qu'en adaptant la vibration de façon à réduire le temps de vibration [Bresson, 1995].

b) Le désaérage

Cette autre technique nécessite l'emploi d'une pompe à vide et d'une cuve hermétique dans laquelle est placée la préparation à désaérer. Elle est exclusivement mise en œuvre dans le domaine de la préfabrication pour des raisons pratiques évidentes. En réalisant le vide au sein du mélange, le volume de chaque bulle d'air augmente selon les principes de la thermodynamique. Elles enregistrent alors une augmentation de la poussée d'Archimède, ce qui favorise leur migration vers la surface. En général, le matériau est soumis à une vibration

simultanée pour diminuer la résistance au cisaillement (abaissement du seuil de cisaillement) qui bloque la bulle et l'empêche d'initier son ascension [Toncelli, 1997].

c) La compression

Elle est, en général, réalisée à la surface d'un mélange relativement sec. La contrainte exercée à la surface du mélange est telle que les bulles ou les poches d'air sont pulvérisées et dispersées sous la forme de microbulles au sein du matériau. Les presses sont nombreuses et adaptées aux types et aux dimensions des produits [Bresson, 1998]. Pour la production de blocs (type parpaings), par exemple, l'utilisation d'une *presse vibrante*, assure le compactage par l'effet combiné d'une vibration et d'une compression. Il en existe une grande variété suivant leur mode de fonctionnement et leur capacité de production. Les presses dites *européennes* comportent une table vibrante fixe qui transmet les vibrations au moule par l'intermédiaire d'un support. D'autres machines dites *américaines* diffèrent des premières par le fait que la vibration est appliquée directement au moule. On utilise, quelquefois, des machines dites *pondeuses* pour lesquelles les produits sont démoulés au sol. Le principal avantage de ces techniques est un rendement important lors de la fabrication, ce qui peut amortir le coût élevé de leur installation. Toutefois, cette méthode n'est pas adaptée à la fabrication de pierres reconstituées dont l'esthétique doit être irréprochable, en raison de la difficulté à disperser convenablement les constituants au sein d'un mélange sec.

II.2.2. Techniques permettant l'évacuation d'une partie de l'eau de gâchage

a) L'essorage

L'opération d'essorage [Wenander, 1975], [Geoffray, 1996], est un procédé qui peut être mis en place en usine comme en chantier, du moment que la surface est plane et horizontale. Ce procédé consiste à retirer une partie de l'eau excédentaire contenue dans le mélange, ce qui abaisse automatiquement son rapport Eau/Ciment (E/C). Le matériau présente alors une meilleure compacité et une résistance accrue, notamment en surface.

L'eau est aspirée en réalisant une dépression, de sorte que la pression atmosphérique agisse à la surface. Cette dépression est obtenue en posant, à la surface du béton, un tapis d'aspiration qui est relié à une pompe à vide. Cette technique, fréquemment mise en œuvre dans les pays scandinaves et germaniques, a constitué une source d'inspiration pour le procédé inventé, et une description plus détaillée sera présentée en partie II.

b) La centrifugation

La centrifugation est un procédé permettant la fabrication de tuyaux, conduits ou poteaux creux en béton de grande longueur [Bresson, 1995]. Le mélange, de consistance fluide, est mis en place dans un moule en rotation pendant 10 à 20 minutes ; sous l'effet de la force centrifuge, le béton perd une partie de son eau de gâchage qui s'évacue par débordement. Cette technique est très spécifique et n'est applicable qu'à la production d'éléments cylindriques et creux.

II.2.3. Technique permettant l'évacuation simultanée d'air et d'eau : la technique par compression-essorage

L'opération de compression-essorage s'apparente à la compression. Mais ici, le mélange est gâché avec une grande quantité d'eau, puis coulé dans un moule spécialement percé et muni d'un filtre, pour qu'une partie de l'eau excédentaire puisse être évacuée [Bresson, 1995]. Elle est utilisée pour la fabrication de dalles.

Ce procédé, utilisé pour la reconstitution du grès d'Ernzen en Allemagne, est détaillé au paragraphe II.3.3.

II.4. EXEMPLES DE FABRICATION DE PIERRES RECONSTITUEES

II.3.1. Fabrication de dalles bi-couches

a) Description

La fabrication de dalles bi-couches nécessite l'emploi de deux couches de bétons (ou mortier) de consistances différentes. L'une est en excès d'eau, l'autre en déficit. Le rééquilibrage des teneurs en eau, dans la totalité du moule, est alors assuré par l'emploi d'une presse vibrante hermétique dont le principe de compactage repose sur le pressage haute pression. Les moules, constitués par des cadres interchangeables (correspondant aux différents formats de dalles), sont bridés sur des fonds rigides revêtus d'un élastomère pour assurer une parfaite étanchéité.

Chaque carreau est produit selon une méthode qui peut être décrite par les étapes suivantes [Toncelli, 1997] [Bresson, 1998] :

-1- Un premier mortier constitué de granulats et de ciment (avec éventuellement un pigment colorant) est gâché avec une quantité d'eau largement en excès pour que la consistance de la préparation soit très fluide. Une couche de ce mélange est alors disposée au

fond d'un moule et soumise à une légère vibration pendant plusieurs secondes. Elle constitue la belle face du carreau.

-2- Un second mortier est préparé avec une très faible quantité d'eau. Une couche de ce mélange est déposée sur la première. C'est le béton de semelle.

-3- Une pression est appliquée sur cette dernière de façon à forcer l'eau excédentaire présente dans la première couche à remonter vers la couche supérieure.

-4- Le produit est extrait du moule puis conservé jusqu'à la fin de l'étape de durcissement (généralement 28 jours) dans une ambiance humide.

b) Avantages et inconvénients

Ce procédé peut être utilisé pour la fabrication de dalles (jusqu'à 60 x 80 cm de surface) d'épaisseur de 5 cm, grâce à l'emploi de moules de tailles prédéfinies fixées à des « tables rotatives » et de presses de grandes envergures (figures I.6 et I.7). L'investissement relativement conséquent pour l'achat de ces chaînes de production est compensé par un rendement très important [Bresson, 1998].

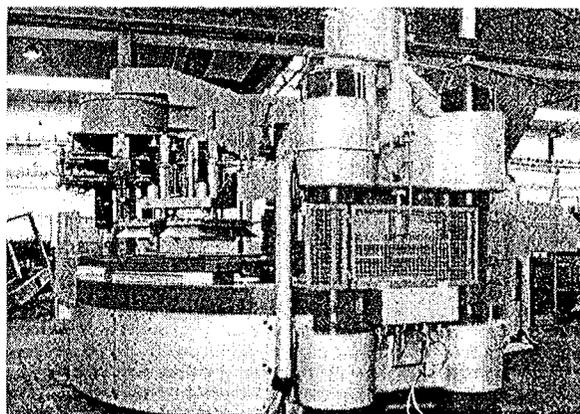
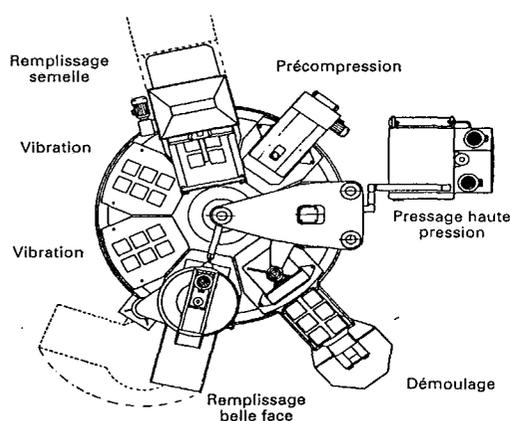


Figure I.6 : Organisation des différents postes sur une machines à dalles à table rotative.

Figure I.7 : Exemple d'une presse hermétique de 8000 kN

Cependant, l'esthétique de ces produits laisse à désirer ; les carreaux ressemblent plus à du béton coloré qu'à de la pierre. La fabrication d'un produit qui puisse substituer la pierre d'Ernzen n'est donc pas possible par ce procédé.

II.3.2. Fabrication de dalles dite par vibrocompaction sous vide

a) Description

Cette méthode de fabrication doit sa particularité au fait que l'opération de compactage est assurée par la combinaison d'une vibration et d'une mise sous vide du mélange.

Les étapes de production sont les suivantes [Toncelli, 1997] :

-1- Un granulat est choisi en fonction de sa teinte et de sa granulométrie.

-2- Du ciment est gâché avec une quantité d'eau relativement faible et un adjuvant fluidifiant. Une certaine quantité de cette pâte de ciment est malaxée avec le mélange de granulats, pour combler les vides formés par les grains.

-3- Une brève opération de désaération sous un vide intense est appliquée au mélange. Le moule et son contenu sont alors soumis à une vibration sous un vide plus modéré.

-4- La prise et le durcissement s'effectuent dans une ambiance à humidité relative élevée pour empêcher l'évaporation, et à température comprise entre 25°C et 35°C. Cette cure se prolonge au moins pendant 7 jours.

b) Avantages et inconvénients

Les produits fabriqués se présentent sous la forme de dalles dont l'épaisseur varie entre 1,7 et 5 cm. Leur qualité, autant d'un point de vue esthétique que physique, est remarquable. En outre, la société détentrice du brevet propose à la vente non seulement les dalles produites, mais également tout le dispositif technique pour la mise en place de la chaîne de fabrication (figure I.8).

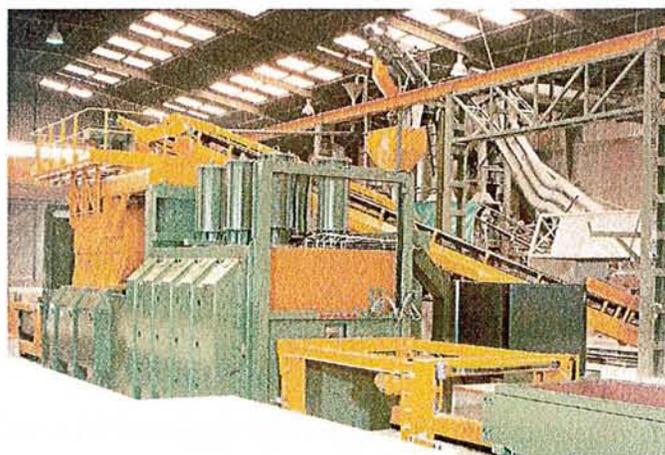


Figure I.8 : Chaîne de fabrication de pierres reconstituée par vibrocompaction sous vide Bretonstone® system

L'inconvénient majeur est l'investissement nécessaire à l'achat de la chaîne de fabrication. Un tel coût est surdimensionné par rapport aux projets de l'industriel qui se verrait obligé d'étendre son marché au-delà des frontières du Luxembourg pour amortir le coût. L'achat des dalles déjà fabriquées n'est pas non plus une solution envisageable pour des raisons de coût de transport. Ajoutons, d'autre part que ce procédé est transposable, aux dire des inventeurs, à la production de blocs, d'épaisseur 70 à 75 cm, à la condition que les opérations de malaxage et de coulage s'effectuent sous vide. Cependant, pour des raisons non avouées (mais qui semblent être liées à des problèmes de durabilité), les fabricants misent aujourd'hui sur des produits à base de résine.

II.3.3. Fabrication de dalles par compression – essorage : le Grès reconstitué

A l'heure actuelle, le grès d'Ernzen est reconstitué sous la forme de dalles dont l'épaisseur varie entre 3 et 17 cm. Elles sont produites près de Stuttgart, en Allemagne, par un industriel qui possède une installation spécifique à la fabrication de dalles en pierres artificielles.

a) Description

Les presses utilisées sont des presses à essorage de grande envergure (Figure I.9). Un système d'essorage assure l'évacuation de l'eau excédentaire par le fond du moule (perforé) et permet donc d'utiliser un mélange granulaire très fluide contenant une quantité d'eau largement en excès [Bresson, 1998].

La mise en œuvre (par l'industriel allemand) peut être résumée ainsi :

-1- Les granulats et le ciment sont mélangés dans un malaxeur de grande capacité, avec une quantité d'eau en excès (en général le rapport eau/ciment $> 0,7$). Aucun adjuvant type fluidifiant n'est utilisé.

-2- Le mélange est déversé dans un moule résistant dont le fond est constitué d'une plaque métallique perforée supportant un tissu filtrant. Le mélange n'est pas vibré, mais juste remué par un manutentionnaire pour assurer une bonne répartition du mélange dans tout le moule.

-3- Une force de plusieurs centaines de KN est appliquée à la surface du béton pendant 3 à 4 minutes à l'aide d'un pilon muni lui aussi d'un système filtrant. Cette compression provoque l'évacuation de l'eau excédentaire au travers des filtres. Le rapport Eau/Ciment chute à moins de 0,5.

-4- Les dalles immédiatement démoulées par renversement à la sortie de ces machines sont déposées sur des supports rigides stockés dans des râteliers.

-5- Le durcissement s'effectue dans une ambiance contrôlée en température (30 à 40 °C), et en hygrométrie (H.R. 95 %), pendant 1 ou 2 jours, puis les dalles sont palettisées pour être transportées à destination du négociant.

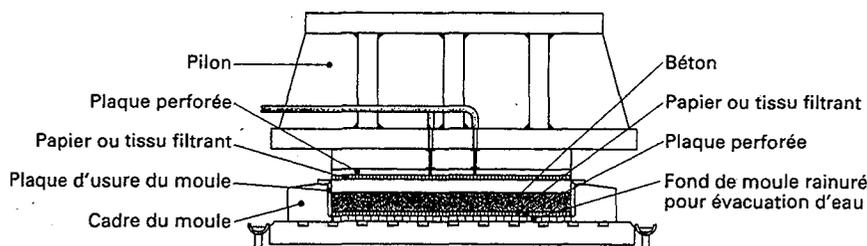


Figure I.9 : Exemple d'une presse à essorage

b) Composition

La composition du produit n'est pas connue précisément pour des raisons évidentes de confidentialité. On présente toutefois une formule approximative dans le tableau I.2.

Tableau I.2 : Composition des dalles de grès reconstituées par compression : composition fraîche

Constituants	Ciment	Sables		Pigment	Fibres	Eau
		Sable 1	Sable 2			
Nature	CEM I 52.5	70/30 SiO ₂ /CaCO ₃	100% SiO ₂	Couleur ocre	Synthétiques	-
Provenance	Dyckerhoff	Ernzen	Rhin	Bayer	Fortafibre	-
Quantité	580 kg	450 kg	450 kg	1 % par rapport au ciment	1 kg par m ³ de gâchée	465 kg

Le sable 1 correspond au sable provenant du concassage et du tamisage des écarts de la carrière d'Ernzen. Le sable 2 est un sable alluvionnaire provenant de la région de Strasbourg. Tous deux entrent également dans la composition de la pierre reconstituée par le procédé inventé. A ce titre, ils font l'objet d'une caractérisation détaillée en Partie II, Chapitre III.

Du ciment type CEM I 52,5 de couleur blanche est fréquemment utilisé, mais peut être parfois remplacé par du CEM II 42,5. Le dosage est ici annoncé à 580 kg/m³, bien qu'il ai

parfois atteint 630 kg/m^3 . Le pigment est de couleur ocre et provient de la société allemande Bayer ; il entre également dans la composition de la pierre artificielle produite à Ernzen. Des fibres synthétiques n'ont pas systématiquement été utilisées et ont pour but de rendre homogène le mélange à l'état frais et de limiter les fissurations dues au retrait de dessiccation. Des fillers entrent parfois dans la composition de la pierre.

A la suite du traitement de compression-essorage, le rapport Eau/Ciment est diminué. Il passe approximativement de 0,77 à 0,40 (chiffres fournis par l'industriel allemand).

c) Caractéristiques

Les propriétés physiques et mécaniques du produit sont régulièrement contrôlées par le Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Luxembourg. En outre, l'évaluation des qualités de la pierre reconstituée par le procédé inventé amène naturellement à confronter ses performances à celles du produit dont il est question ici, ainsi qu'à celles du grès d'Ernzen.

On présente (tableau I.3) les propriétés physiques dont les valeurs sont issues des essais réalisés à Nancy et les propriétés mécaniques réalisés au LEMPC, sur des éprouvettes cubiques de dimension $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}$.

La porosité du produit (16,2 %) est inférieure à celle de la pierre naturelle (17,4 % ou 20 % par les normes allemandes DIN).

Les résistances mécaniques sont largement supérieures à celles du grès (79 et 14,5 MPa au lieu de 45 MPa et 5 MPa pour les résistances en compression et traction du Grès) en raison de l'utilisation d'un ciment type CEM I de classe vraie élevée (52,5).

Les échantillons soumis aux essais de gel (recommandations par la RILEM CDC2 1977) au Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Luxembourg n'ont présenté aucun dommage à la suite de 25 cycles gel-dégel avec ou sans présence de sels de déverglaçages.

Le module élastique est de $35\,000 \text{ MPa}$. Mesuré suivant le protocole de la norme DIN 1048, il entre dans la fourchette de valeur généralement rencontrée pour les produits hydrauliques.

Les dalles fabriquées par ce procédé ont une dimension de $150 \times 220 \text{ cm}$, mais ne présentent qu'une épaisseur de 3 à 17 cm. Arrivées à la carrière, l'industriel les débite à sa guise grâce aux scies à diamants dont il dispose pour sa production de grès naturel. Un traitement à l'acide chlorhydrique lui permet d'obtenir une surface rugueuse (le ciment est

dissous en surface et les grains de sables sont mis en relief) qui s'apparente à celle de la pierre naturelle.

Tableau I.3 : Propriétés du grès d'Ernzen reconstitué en Allemagne par compression-essorage

Propriétés		Unités	Valeurs
PROPRIETES PHYSIQUES			
Masse volumique apparente		T/m ³	2,18
Masse volumique absolue		T/m ³	2,60
Porosité		% volumique	16,2
Coefficient de capillarité		Sans unité	2
PROPRIETES MECANIQUES			
Résistances à la compression	(Cubes 15 x 15 x15 cm)	MPa	79
Résistances en flexion	(Prismes 4 x 4 x 16 cm)	MPa	14,5
Module élastique		MPa	35 000
DURABILITE			
Essais de gel avec et sans sel		Sans dommages après 25 cycles	

d) Avantages

Le procédé est connu depuis de nombreuses années. Il est utilisé par l'industriel pour la fabrication de dalles de grès d'Ernzen reconstitué depuis 1999. Quelques calages rapides liés à la couleur et à la texture ont été nécessaires et des dalles de qualités satisfaisantes ont rapidement été disponibles et prêtes à être commercialisées. Cette disponibilité constitue le principal avantage de cette technique.

L'apparence, à la suite du traitement à l'acide, est proche de celle du grès, en texture notamment. La demande est relativement forte car le produit plaît aux clients. En outre, les caractéristiques mécaniques de ces produits, et plus particulièrement leur résistance au gel avec et sans sels de déverglaçages leur confèrent un domaine d'utilisation relativement vaste. Ils sont utilisés en tant que parement, en couvre-murs extérieurs et tablettes de fenêtre, et parfois en marche d'escaliers indifféremment en intérieur ou en extérieur.

e) Inconvénients

Cependant, la dimension de ces produits ne correspond pas tout à fait ni aux attentes du carrier ni à la demande des architectes qui se fournissent à Ernzen. D'une part, l'épaisseur des dalles ne peut dépasser 17 cm, pour des raisons vraisemblablement d'ordre technique liées à l'envergure de la presse et à la résistance des joues du coffrage. Ceci limite le domaine d'utilisation et donc la qualité de l'offre. D'autre part, on rappelle que le carrier désire être

fourni en blocs de grande épaisseur (60 à 80 cm) afin d'utiliser à plein rendement les scies et autres matériels de découpe dont il dispose.

Enfin, la durabilité de ces produits n'est pas optimale et suscite quelques problèmes.

On signale des défauts de type faïençage qui se voient notamment par temps de pluie. L'humidité s'infiltré dans ces défauts ce qui les assombrit par une augmentation de l'absorption de la lumière. Ces faïençages peuvent provenir d'une hétérogénéité due à une ségrégation importante lors du coulage et à des problèmes de dessiccation [Bresson, 1995].

Notons en outre l'apparition de microfissures qui peuvent parfois se prolonger sur une épaisseur de 5 cm et une longueur de 10 à 20 cm. Le matériau, de module élastique élevé ne peut se déformer si une contrainte importante lui est appliquée. Si les contraintes sont supérieures aux résistances mécaniques qu'il développe, une fissure se crée et peut s'agrandir petit à petit.

Les contraintes dont il s'agit sont celles causées par la dessiccation du matériau (partie IV). Pour limiter les risques de fissures, une cure de 15 à 28 jours dans l'eau est aujourd'hui systématique afin que la dessiccation n'intervienne que lorsque le matériau atteint le maximum de ses résistances. Les dalles arrivent housées dans du film plastique pour limiter l'évaporation lors du transport et sont aussitôt immergées dans l'eau à Ernzen.

Au vu des problèmes de fissurations, l'utilisation de fibres synthétiques très fines a été un recours. Celles-ci utilisées à hauteur de 1 kg par m³ de mortier ont permis à la fois de réduire le retrait et de limiter le phénomène de faïençage. Leur présence permet, en effet, d'assurer un certain maillage qui assure une homogénéité au sein du matériau à l'état frais et durci. A l'heure actuelle, ces nouvelles dalles fibrées sont malheureusement sujettes à la formation rapide de lichen, ce qui nuit à leur esthétique.

II.4. CONCLUSION

Les techniques de fabrication de produits manufacturés en béton, d'esthétique recherchée ou non, nécessitent un appareillage de grande envergure. Pour rentabiliser le coût et assurer une productivité importante, il est souvent indispensable d'intégrer ces appareils dans une chaîne de production standardisée. En conséquence, le marché ciblé doit forcément être de taille importante. La fabrication de pierres reconstituées par les méthodes actuelles est donc une activité qui demande un investissement lourd voire surdimensionné pour une société spécialisée dans la taille de pierres et dont les limites géographiques des marchés visés sont restreintes.

Le recours à l'achat de dalles produites par compression-essorage en Allemagne est une solution d'attente pour l'industriel. Le principal avantage se situe au niveau de leur disponibilité due à la maîtrise du procédé.

En effet, l'apparence remarquable de ces produits à la sortie de la coupe et de son traitement à l'acide est trompeur, car la pérennité n'est pas satisfaisante : faïençage, microfissures, ou lichen sont autant de défauts qui peuvent devenir inacceptables pour le client en particulier s'ils apparaissent dans les premiers mois qui suivent l'achat.

En outre, le rôle de substitution du grès d'Ernzen n'est pas entièrement rempli car il apparaît impossible de réaliser des pièces d'épaisseur supérieure à 17 cm par cette méthode.

L'élaboration d'un nouveau procédé de fabrication pour l'imitation du Grès d'Ernzen, nécessitant un investissement modeste et permettant la réalisation de pièces de grande épaisseur est donc apparu, aux yeux de l'industriel, comme une évidente nécessité.

CHAPITRE III

PRESENTATION DU PROCEDE DE FABRICATION INVENTE

OBJET DU BREVET INTERNATIONAL N°WO 00/50356

III.1. INTRODUCTION

La réflexion qui a mené à l'élaboration de ce procédé est celle qui est couramment faite par tous les industriels du béton : fabriquer un produit hydraulique de qualité et à faible coût. Dans le cas de pierres artificielles, un critère d'ordre esthétique, dont le respect est primordial, vient se greffer au cahier des charges.

Il est jugé que la présence de bulles d'air, même de faible diamètre, au sein d'un produit de teinte claire et dont la taille maximale des grains ne dépasse pas 1,2 mm, peut nuire à l'apparence. Une étape de désaéragage pour l'évacuation de ces bulles d'air est donc apparue nécessaire. Pour l'évacuation optimale et rapide de ces bulles, le mortier doit présenter une consistance fluide qui n'empêche pas leur ascension vers la surface. Un excès d'eau peut être utilisé pour obtenir cette consistance fluide, sans risquer de nuire aux propriétés de la pierre, dans la mesure où elle en sera expulsée. La technique utilisée pour l'évacuation de cet excès d'eau s'apparente à celle de l'essorage du béton. Au décoffrage, environ 24 heures après la fabrication, le produit est immergé dans l'eau pendant 28 jours afin que le matériau soit au maximum de ses performances avant l'apparition des phénomènes de retrait.

Ce procédé a fait l'objet d'un brevet international dont la copie se situe en annexe 1.

III.2. MALAXAGE ET COULAGE

Le malaxage des constituants est une étape importante du procédé. Il permet la dispersion et l'homogénéisation des constituants, gage de la qualité esthétique finale du produit.

Les constituants sont donc pesés et introduits dans un malaxeur de capacité volumique en accord avec le volume du bloc de pierre.

La préparation est ensuite coulée dans des coffrages de formes parallélépipédiques régulières. Ces coffrages étanches sont en acier et conçus pour de nombreuses utilisations et des démoulages faciles. Leur structure est rigide et ils comportent des attaches pour assurer le levage et les manutentions.

Lorsque le volume de la pierre à reconstituer dépasse la capacité du malaxeur, le malaxage et le coulage sont réalisés en plusieurs fois, dans l'intervalle de temps le plus bref possible.

III.3. PREMIERE ETAPE : LE DESAERAGE PAR MISE SOUS VIDE ET

VIBRATION

La plus grande partie de l'air introduit au moment du malaxage est évacuée du mortier frais, afin que le matériau reconstitué ait l'apparence de la pierre naturelle. Le seuil dimensionnel des plus petites bulles tolérées, est estimé à 0,5 mm de diamètre (Partie II, Chapitre I).

Le désaéragage est réalisé en combinant une pompe à vide et un vibreur.

Il est basé sur le principe d'Archimède. Au sein du mortier de consistance fluide, chaque bulle subit une poussée, de bas en haut, fonction de son volume et de la densité du mortier. A cette force, le mortier oppose une force fonction de sa viscosité plastique et de son seuil de cisaillement :

-1- en réalisant le vide au sein du matériau, le volume de chaque bulle augmente selon les principes de la thermodynamique. Elles enregistrent alors une augmentation de la poussée d'Archimède, ce qui favorise leur migration vers la surface.

-2- parallèlement, l'application d'une vibration permet d'abaisser le seuil de cisaillement du mélange fluide et, donc, de diminuer la résistance qui s'oppose à l'ascension de la bulle.

La combinaison de ces deux effets conditionne l'évacuation optimale des bulles, en particulier des plus fines. La durée d'application dépend de l'épaisseur de la pierre, c'est-à-dire de la longueur de parcours des bulles les plus profondes, et des propriétés rhéologiques du mélange.

III.4. DEUXIEME ETAPE : L'ESSORAGE

L'excédent d'eau qui a permis le mélange intime des constituants, puis l'élimination de l'air piégé, est enfin évacuée.

Cette étape consiste à aspirer l'eau excédentaire grâce à deux membranes absorbantes situées en partie supérieure et en partie inférieure du coffrage contenant le mortier. Cette aspiration est effectuée par une pompe à vide. La figure I.10 représente un exemple de montage du système d'aspiration. Il correspond au montage réalisé pour les essais de fabrication de blocs de pierres artificielles d'Ernzen.

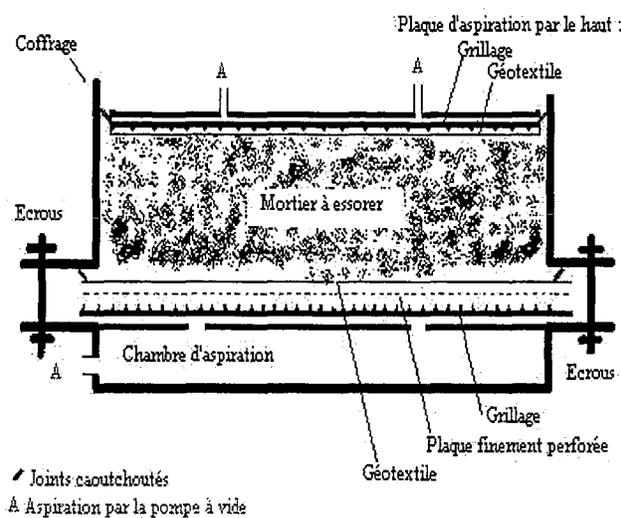


Figure I.10 : Schématisation du système d'aspiration, par le haut et par le bas

Le système d'aspiration permet de drainer l'eau verticalement vers les parties absorbantes. Cette eau est ensuite évacuée par dépression.

Par ce traitement, la compacité de la pierre augmente et les particules minérales se rapprochent les unes des autres jusqu'à atteindre l'empilement prévu par la formulation, établie de sorte que le produit fini soit esthétiquement proche de la pierre naturelle, et que ses propriétés lui permettent d'être utilisé dans les mêmes domaines.

La porosité finale de la pierre et les propriétés qui en découlent sont donc grandement conditionnées par la qualité de ce traitement, de même que les performances mécaniques et de durabilité qui dépendent notamment du rapport Eau/Ciment final.

III.5. CURE ET TRAITEMENT

Pour assurer une prise hydraulique optimale, il est d'usage, en laboratoire et dans les usines de préfabrication, de disposer les matériaux dans des locaux au sein d'une ambiance à fort taux d'humidité ou plus radicalement de les placer dans l'eau pendant les 28 premiers jours. En ce qui concerne les pierres reconstituées, on recommande une immersion dans l'eau pendant au moins 15 jours.

La pierre peut être ensuite ouvrée comme la pierre naturelle (taille, etc.). Toutefois, ce travail nécessite parfois des outils plus résistants, en particulier si la pierre reconstituée contient une proportion élevée de liant. Elle réclame, pour retrouver la texture ou le touché de la roche originelle, un traitement chimique à l'acide chlorhydrique, en particulier pour les formules richement dosées en ciment. Ce traitement permet de dissoudre en surface la pâte de ciment enrobant les grains de sable, ce qui a pour effet de les mettre en relief, comme pour la pierre naturelle.

CONCLUSION DE LA PARTIE I

Dans cette partie introductive, on a présenté tout d'abord, les caractéristiques essentielles de la pierre naturelle d'Ernzen de manière à souligner les principaux critères à retenir pour sa reconstitution. La teinte, la texture et les performances mécaniques sont des propriétés qu'il est nécessaire de retrouver dans la pierre artificielle. Dans la mesure du possible, il faut également que le produit fabriqué présente un faible risque de fissures et une bonne résistance vis à vis du gel en l'absence ou en présence de sels de déverglaçage, bien qu'en général, on évite même aux matériaux naturels l'exposition au gel en présence de sels.

L'objectif étant de reconstituer la pierre d'Ernzen par l'utilisation de liants hydrauliques, on a référencé plusieurs techniques de fabrication de pierres artificielles à base de ciment, de granulats et d'eau, en présentant tout d'abord les techniques de serrage qu'on utilise généralement pour assurer au produit fini de bonnes qualités. Parmi les techniques de fabrication de pierres artificielles, l'une est d'ores et déjà utilisée par un industriel Allemand pour la reconstitution du Grès. Cette technique, par compression, permet la fabrication de dalles d'épaisseur maximale n'excédant pas 17 cm. Cette limitation ainsi que certains défauts ont poussé le carrier à investir dans un nouveau procédé qui a fait l'objet d'un brevet international.

Ce procédé, par désaéragement-essorage, comporte deux principales étapes consistant d'une part, à évacuer les bulles d'air susceptibles d'être apparentes et inesthétiques au sein du produit fini par un désaéragement sous vide, et d'autre part à évacuer l'eau excédentaire introduite pour un désaéragement rapide, par une technique qui s'apparente à l'essorage du béton.

Le principe de ce procédé ainsi que les connaissances générales concernant l'utilisation des liants hydrauliques type ciments, la présentation des modèles utilisés pour répondre au mieux au cahier des charges et enfin, la caractérisation des matériaux à disposition font l'objet de la seconde partie.

PARTIE II

SPECIFICATIONS ET ETABLISSEMENT DU CAHIER DES CHARGES

OUTILS POUR LA FORMULATION ET L'ETUDE DES PIERRES ARTIFICIELLES

MATERIAUX A DISPOSITION

CHAPITRE I

SPECIFICATIONS ET ETABLISSEMENT DU CAHIER DES CHARGES

On présente ici tout d'abord les spécifications qui sont liées à l'utilisation d'un liant hydraulique tel que le ciment pour la fabrication de pierres reconstituées. Les réactions d'hydratation du ciment étant succinctement rappelées en annexe 2, on signale les désagréments qui peuvent survenir (retraits conduisant au risque de fissuration, dommages causés par le gel) et les précautions à prendre pour les éviter ou tout du moins les limiter.

Dans une seconde sous-partie, on étudiera les fondements physiques des étapes du procédé (particulièrement l'étape du désaérage du mortier frais) pour en souligner les spécifications. On pourra alors établir le cahier des charges concernant la fabrication du grès reconstitué.

I.1. SPECIFICATIONS RELATIVES AUX PRODUITS HYDRAULIQUES

I.1.1. Propriétés mécaniques

a) Les résistances mécaniques en compression et en traction

Elles sont considérées comme les propriétés les plus importantes des matériaux de construction car elles reflètent leurs qualités globales. Elles constituent l'élément clé pour la conception des structures en béton et occupent en général une place importante dans le cahier des charges. Il est souvent admis que des résistances mécaniques élevées assurent une durabilité importante, car un béton est d'autant plus durable qu'il a une faible porosité [Dupain et al, 1995].

Les résistances mécaniques sont fonction d'un grand nombre de paramètres. Parmi ceux ci, on peut citer les plus importants, à savoir, le volume de vide du matériau (et donc son complément, la compacité), et le rapport Eau/Ciment (E/C). Ces deux paramètres sont liés

entre eux puisque le rapport E/C détermine la porosité du matériau hydraulique à n'importe quel stade de l'hydratation [Neville, 1995]. Le rapport E/C et le degré de serrage affectent tous deux le volume des vides dans un béton. Feret, [Feret, 1892], établit la relation qui relie la résistance en compression (f_c) d'un béton au dosage volumique en ciment (c) et à la quantité volumique d'eau et d'air (respectivement e et a) :

$$f_c = K \left(\frac{c}{(c + e + a)} \right)^2 \quad (\text{II.1})$$

Où K est une constante fonction de la classe vraie du ciment utilisé (performance à 28 jours d'une éprouvette normalisée).

Les résistances mécaniques, en compression et en traction, augmentent avec le temps et avec le degré d'hydratation du ciment. Celui-ci peut être amélioré, par une cure appropriée de sorte que le matériau puisse « mûrir » et acquérir des résistances mécaniques optimales. Le conditionnement du matériau à 20 °C sous eau pendant 28 jours constitue une cure de référence dans la plupart des protocoles normatifs.

Dans le cas du grès reconstitué, les résistances mécaniques doivent être telles que le domaine d'utilisation soit identique à celui du grès d'Ernzen. On estime que le produit fabriqué doit donc posséder des résistances supérieures ou égales à ce dernier, c'est-à-dire, 45 MPa en compression et 6 MPa en traction par flexion (valeurs en compression obtenues sur éprouvettes cubiques de 15 cm d'arête et résistance en traction par flexion obtenues sur éprouvettes 4 x 4 x 16 cm).

b) Le module élastique

Lorsqu'un matériau est soumis à une contrainte, il subit des déformations qui peuvent être représentées dans un repère contrainte-déformation. La courbe établie en figure II.1 présente un maximum qui correspond à la contrainte de rupture f_c puis une branche descendante correspondant à la décharge du matériau. La courbure de la première partie est fonction de la vitesse à laquelle le chargement est appliqué. La seconde partie informe sur le comportement élastique du matériau, à savoir si le matériau est plutôt fragile ou élastique.

Le comportement d'un matériau sous contrainte peut être caractérisé par son module élastique ainsi que par son fluage. Le module élastique concerne la déformation sous chargement, tandis que le fluage représente la déformation à contrainte constante.

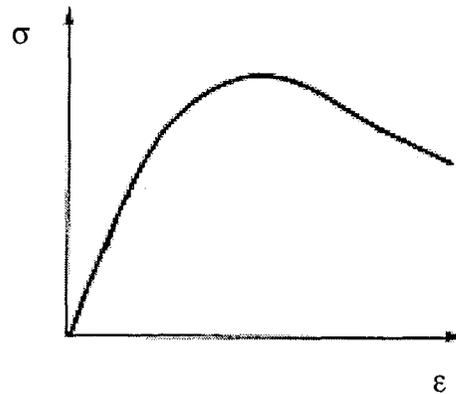


Figure II.1 : Exemple de courbe contrainte-déformation

Il existe plusieurs modules élastiques, et l'on détermine, en général, le module élastique sécant qui correspond à une contrainte donnée. La norme internationale ASTM 469-94 recommande de la calculer sous une contrainte correspondant à 40 % de la charge de rupture. La norme allemande DIN 1048 (utilisée par le LEMPC) propose de le calculer à 1/3 de la charge de rupture. On voit dans la figure II.1 que le module élastique augmente avec la résistance du matériau. Notons que plus le module élastique est élevé, plus le matériau est fragile.

On peut déterminer la valeur d'un module élastique dit dynamique (E_d) par la vitesse de propagation d'ondes ultrasonores (V en m/s) au travers d'un matériau suivant la relation :

$$V^2 = \frac{E_d(1-\mu)}{\rho(1+\mu)(1-2\mu)} \quad (\text{II.2})$$

Où μ correspond au coefficient de Poisson, auquel on a accès par la propagation des ondes. Cette méthode a l'avantage d'être non destructive, contrairement à l'essai pour la détermination du module sécant, mais le module élastique dynamique est difficilement relié à la résistance mécanique.

Un matériau hydraulique type béton présente en général un module élastique compris entre 30 000 et 55 000 GPa à partir de 28 jours. On peut donc s'attendre à des valeurs élevées proches de celles des bétons et donc très éloignées du module élastique du grès naturel (6500 MPa). Le produit fabriqué absorbera donc moins facilement les déformations que ne le fait le grès naturel. Sans entrer dans les calculs de résistance des matériaux, on peut expliquer que

vis à vis des contraintes appliquées, les matériaux dont le module élastique est élevé réagissent par leur résistance en traction essentiellement. Si les contraintes sont supérieures à la résistance en traction du matériau, il y a risque de fissuration. Pour le grès reconstitué d'Ernzen, dont le module élastique sera forcément supérieur à 6500 MPa, il s'agit d'obtenir une résistance en traction élevée, dans la mesure du possible, de sorte qu'il puisse résister aux contraintes sans risquer de fissurer.

Parmi les contraintes pouvant agir sur le matériau, on distingue les contraintes externes, engendrées par la structure du bâti qui doivent être prévues par un calcul de résistance des matériaux (on doit les limiter par une mise en œuvre et un appareillage adéquat comme pour les pièces naturelles), et les contraintes propres aux déformations internes du produit hydraulique.

I.1.2. Les déformations

Les matériaux hydrauliques subissent des contraintes internes de diverses natures qui peuvent parfois engendrer des fissures inesthétiques et parfois destructrices. La plupart des déformations qui se produisent sont des retraits. On présente ici leur origine et les précautions à prendre pour limiter leur apparition.

a) Le retrait thermique

Les phénomènes d'hydratation du ciment sont des réactions exothermiques dont l'élévation de température est fonction d'un certain nombre de paramètres comme la composition du ciment, le dosage au mètre cube, et la taille de l'élément. Cette élévation de température peut engendrer la formation de fissures en raison des contraintes thermiques dues à la différence de température qui existe entre le cœur du matériau et sa surface (ΔT). Plus l'élément est de taille importante plus cette différence est grande.

La norme européenne ENV 196 recommande que cette différence ΔT soit inférieure à 20°C, sachant qu'au-delà, des fissures peuvent se produire.

Pour limiter ces phénomènes, il est recommandé de choisir un ciment dont l'hydratation dégage le moins de chaleur possible. Un ciment Portland type (CEM I), composé uniquement de clinker, est constitué de quatre phases principales qui dégagent chacune une quantité de chaleur différente (mesurée en conditions adiabatiques) lors de leur hydratation (tableau II.1).

Tableau II.1 : Composition minéralogique moyenne et chaleur d'hydratation des phases du clinker (valeur des chaleurs d'hydratation mesurées en conditions adiabatiques [Waller, 1999])

Formule chimique	Nom	Notation cimentière	Pourcentage en masse	Chaleur d'hydratation (kJ/kg)
3 CaO, SiO ₂	silicate tricalcique	C ₃ S	62	510
2 CaO, SiO ₂	silicate bicalcique	C ₂ S	22	260
3 CaO, Al ₂ O ₃	aluminat tricalcique	C ₃ A	8	1100
4 CaO, Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃	aluminoferrite tétracalcique	C ₄ AF	8	410

On voit qu'un ciment dégage d'autant plus de chaleur qu'il comporte des teneurs élevées en C₃A et en C₃S. Il peut donc être judicieux de choisir un ciment dont les teneurs en C₃A et en C₃S sont faibles. Dans le même objectif, les ciments composés ont une hydratation plus lente et dégagent une moindre quantité de chaleur (en raison de la substitution d'une partie du clinker par un composé minéral).

Enfin, pour limiter les risques de fissuration par retrait thermique, il est recommandé de produire des éléments de petite taille.

On peut également tenter de diffuser la chaleur le plus uniformément possible sachant, toutefois, que les matériaux hydrauliques ont une faible diffusivité thermique. On peut contrôler, par exemple, la température ambiante, de manière à ce qu'elle permette le refroidissement progressif de l'élément [Neville, 1995]. Une autre possibilité, certainement plus efficace, est de réduire le dosage en ciment au mètre cube. Ce dernier recours est un choix délicat puisqu'il implique nécessairement une baisse des résistances mécaniques.

Les solutions pour le cas de la pierre reconstituée d'Ernzen ne sont pas nombreuses. Une des spécifications étant de produire des blocs de pierres reconstituées de taille importante, on peut tenter de limiter l'élévation de température en choisissant un ciment constitué d'une faible proportion de C₃A. On peut également permettre la libération de la quantité de chaleur emmagasinée au cœur du bloc, en l'immergeant par exemple dans l'eau. L'utilisation d'une eau de gâchage et des autres constituants à basse température (cas des essais de fabrication à Ernzen) est, enfin, un moyen qui peut permettre d'étaler dans le temps les réactions d'hydratation et donc, de limiter les trop forts dégagements de chaleur.

b) Le retrait endogène

Le retrait endogène est la conséquence de la contraction Le Chatelier qui se produit lors de l'hydratation du ciment [Le Chatelier, 1900]. Il y a diminution du volume absolu du matériau qui se situe entre 8 et 12 % du volume total initial.

L'eau contenue dans les espaces interstitiels (capillaires) est consommée par les réactions d'hydratation qui se poursuivent après la prise, ce qui provoque une dessiccation interne progressive des capillaires. Cette dépression capillaire peut être expliquée sur les bases des lois de Kelvin et de Laplace [Leroy, 1996] et [Baroughel-Bouny, 1994].

Davis, [Davis, 1940], mesure un retrait endogène compris dans une fourchette de 40.10^{-6} à 100.10^{-6} sur éprouvettes de béton âgées de 1 mois à 5 ans. Des travaux plus récents sur éprouvettes de bétons ordinaires montrent que le retrait est inférieur à 60.10^{-6} [Granger, 1995]. Ces valeurs sont relativement faibles si bien que le retrait endogène provoque rarement des fissures [Neville, 1995].

Le retrait endogène augmente avec la température, et avec le dosage en ciment et sa teneur en C_3A . Il est très important pour les faibles rapports E/C. Il est, en outre, plus important dans les structures massives.

Il est donc possible de limiter le retrait endogène, le cas échéant, en choisissant un ciment à faible teneur en C_3A et en diminuant son dosage. On constate que ces précautions rejoignent celles citées pour réduire l'élévation de température lors de l'hydratation.

c) Le retrait de dessiccation

Le retrait de dessiccation est engendré par la perte d'eau qui se produit lorsque le matériau hydraulique durci est placé dans une ambiance dont l'humidité relative est inférieure à celle en son cœur. Le phénomène de séchage qui se produit est très lent et peut se prolonger pendant plusieurs années. On déduit la valeur du retrait de dessiccation en déterminant le retrait endogène que l'on soustrait au retrait total mesuré.

Les mécanismes mis en cause pour le retrait causé par le séchage du matériau peuvent être appliqués au retrait endogène puisqu'il résulte lui aussi d'une dessiccation. En fonction du taux d'humidité dans lequel le matériau est conservé, plusieurs théories peuvent être avancées.

Une variation de la dépression capillaire se produit lorsque le matériau sèche progressivement. Elle se traduit par une différence de pression entre la phase liquide et la phase gazeuse présente dans les capillaires. L'équilibre ne peut alors être rétabli que par une

contraction du solide [Freyssinet, 1929]. Ce phénomène est d'autant plus important que l'humidité relative est comprise entre 45 et 90 % [Taylor, 1990].

Lorsque l'humidité relative est inférieure à 45 %, le retrait est essentiellement dû à la variation de la tension superficielle du solide, fonction de sa surface spécifique [Wittman, 1968]. Pour les humidités relatives supérieures à 40 %, une variation de la pression dite de disjonction peut être à l'origine du retrait. Cette pression étant due à l'absorption d'eau dans un très faible espace confiné.

Il existe un rapport de proportionnalité entre la perte d'eau du matériau et l'évolution du retrait, pour un échantillon de dimension donnée. Cette perte d'eau est en général plus rapide en surface de l'échantillon qu'en son cœur [Mamillan, 1973] ; la différence de degré hygrométrique au sein du matériau engendre alors un gradient de contrainte qui peut générer des fissures de peau [Bazant, 1982].

Le séchage, et donc, l'évolution du retrait au cours du temps, est fonction de la taille de l'échantillon. On montre ainsi, qu'une structure en béton ordinaire de 20 cm d'épaisseur, dont deux des faces sont exposées au séchage prend 93 ans pour atteindre 98 % de son retrait potentiel, ce qui correspond à 15 ans de mesures sur une éprouvette de 16 cm de diamètre [Leroy, 1996].

Le retrait de dessiccation est fonction du rapport E/C. Plus ce rapport est élevé, plus la quantité d'eau évaporable est importante. Il n'existe pourtant pas de relations simples entre le rapport E/C et l'amplitude du retrait. D'après Neville, [Neville, 1995], une cure appropriée des produits hydrauliques peut retarder le début du retrait mais n'a pas d'influence significative sur son amplitude totale.

Dans le cas de la pierre reconstituée, le retrait est diminué par le procédé de fabrication qui prévoit une étape d'essorage pour l'évacuation d'une partie de l'eau excédentaire. En effet, le rapport E/C étant abaissé, on peut penser, que l'amplitude du retrait aussi. En outre, on peut protéger le produit contre la dessiccation en l'immergeant dans l'eau pendant les 28 premiers jours ce qui assure une hydratation et une montée en résistances optimales. Les phénomènes de retrait sont retardés et les risques de fissures sont donc diminués. Enfin, on peut tenter d'utiliser un agent anti-retrait dont le principe est de modifier la tension superficielle de l'eau pour diminuer les pressions capillaires induites par la dessiccation du matériau.

I.1.3. La résistance au gel

Lorsqu'un matériau hydraulique est soumis à des températures négatives, l'eau contenue dans les pores capillaires est transformée en glace et donne lieu à une expansion. Au fur et à mesure que le matériau est soumis à des cycles de gel et de dégel, il subit des détériorations qui se traduisent par la destruction dans le cas d'un gel simple, et d'un écaillage en présence de sels de déverglaçage. Plusieurs mécanismes peuvent expliquer ce phénomène.

L'eau cristallise sous différentes formes selon les conditions de pression et de température. A pression atmosphérique et à une température inférieure ou égale à 0°C, par exemple, l'eau pure en gelant, subit une dilatation volumique qui entraîne une augmentation de volume de l'ordre de 9 % (elle passe d'une densité d'eau liquide de 1 à une densité d'eau solide de 0,906). Bertrouille [Bertrouille, 1979] calcule en fonction des caractéristiques mécaniques de la glace et de la roche et en utilisant la loi de Hooke sur l'élasticité, des contraintes de l'ordre de 700 MPa. Pourtant, cette valeur n'est jamais atteinte en conditions naturelles pour deux raisons principales :

-1- Les connexions entre les pores permettent l'écoulement de l'eau en phase liquide. L'eau contenue dans un pore gèle progressivement à partir d'un germe, si bien que les contraintes développées par la dilatation volumique sont dissipées par l'écoulement de l'eau non encore gelée.

-2- D'après Mellor [Mellor 1983], sous une pression de 225 MPa, on obtient une autre forme allotropique de la glace, de densité 1,03. Ce type de glace entraîne une contraction de volume et bloque la montée en contrainte.

La plupart des modèles théoriques explicatifs du mécanisme de gel ne tiennent pas compte de la dilatation volumique pour expliquer la rupture au gel. C'est principalement des phénomènes hydrauliques et capillaires qui sont en cause.

Introduite à l'origine par Powers [Powers, 1949], la théorie des **pressions hydrauliques** met en cause les déplacements d'eau. Lorsque l'eau commence à geler dans les pores capillaires, l'augmentation de volume accompagnant cette formation de glace cause le déplacement de l'eau vers les seuls espaces disponibles que sont les bulles d'air. La pression hydraulique résultant de ce déplacement augmente avec la distance que doit parcourir l'eau pour atteindre ces exutoires. La fissuration se produit lorsque les pressions dues aux déplacements de l'eau sont supérieures à la résistance à la traction de la pâte ou lorsque la vitesse à laquelle la température diminue est trop élevée (taux de gel en °C/h). La notion de facteur d'espacement ou de distance critique, détermine la distance maximale que l'eau doit

parcourir pour atteindre une bulle d'air et est à la base des théories sur la résistance au gel. L'utilisation d'entraîneur d'air pour éviter les dommages causés par le gel découle de cette notion.

En outre, la croissance de la glace implique la consommation d'eau et donc l'assèchement de la pâte de ciment environnante par un mécanisme de diffusion de surface [Litvan, 1978]. Ces pressions, dites de cristallisation peuvent également être à l'origine des fissures, et confirment la nécessité d'un réseau de bulles d'air pour diminuer les risques d'endommagement. L'efficacité du réseau de bulles d'air est directement reliée à l'espacement des bulles d'air, car celui-ci correspond à la distance maximale que l'eau susceptible de geler doit parcourir pour atteindre un exutoire. Ce facteur d'espacement (L_{crit}) doit être compris en général entre 200 et 300 μm [Pleau 1998].

Les dommages causés par les sels de déverglaçage sont essentiellement dus à des mécanismes physiques [Verberk, 1957]. Plusieurs théories peuvent expliquer l'écaillage de surface survenant lorsque les cycles de gel sont effectués en présence de sels.

La théorie des **pressions osmotiques** [Powers et Helmuth, 1953] met en cause des déplacements d'eau dans le sens contraire à la théorie des pressions hydrauliques : l'eau se déplace des capillaires non gelés vers le front de glace. La formation de glace dans un pore commence en son centre et crée une zone périphérique d'eau non encore gelée de concentration saline plus élevée que la concentration initiale par le phénomène d'autopurification (la glace a une certaine tendance à rejeter les corps étrangers lors de sa formation [Lliboutry 1964]). La différence de concentration qui existe alors au niveau de la zone froide et de la zone non encore gelée crée une pression osmotique qui se manifeste par un déplacement d'eau de la zone la plus concentrée (là où la glace se forme) vers la zone la moins concentrée.

La théorie des **pressions capillaires** développée par Aguirre-Puente et Bernard [Aguirre-Puente et Bernard, 1978], sur la base des travaux d'Everett [Everett, 1961], met en évidence le phénomène de succion cryogénique qui se manifeste par un déplacement d'eau vers la zone de formation de la glace. Cet appel d'eau est essentiellement engendré par des phénomènes de succion. L'eau aspirée vers le front de gel par capillarité forme des lentilles de glace qui provoquent le détachement d'écailles à la périphérie du matériau. L'épaisseur des écailles est fonction de la vitesse de pénétration du front de gel dans le matériau. Plus l'avance est rapide, plus les écailles sont fines. Si la vitesse est trop importante ou que le degré de saturation critique [Fagerlund 1971] est atteint, la succion cryogénique ne peut se développer et il y a

explosion de la roche. La formation d'écaillés lors de l'attaque par les sels en conditions de gel résulte de ces phénomènes.

Enfin, la présence de sels de déverglaçage abaisse le point de congélation de l'eau douce, augmente la saturation, et accélère donc le processus de détérioration par les cycles de gel [Neville, 1995].

On signale, en outre, que les solutions salines, type CaCl_2 , MgCl_2 ou NaCl attaquent les ciments Portland (et plus particulièrement les aluminates) pour former un nouvel hydrate répondant à la formule $\text{C}_3\text{A} \cdot \text{CaCl}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (sels de Friedel). Ces hydrates sont expansifs et contribuent à l'écaillage de surface par le sel [Taylor, 1990]. Les travaux de Sollevold [Sollevold, 1991] montrent toutefois que, d'une manière générale, plus la solution est concentrée, moins l'écaillage est important. Le dosage critique étant autour de 3 % de NaCl en pourcentage massique. En présence ou non de sels de déverglaçage, remarquons que les paramètres liés aux conditions d'essais ont une grande importance (degré de saturation de l'échantillon, humidité relative de l'atmosphère, courbe de montée et de descente en température [Casbonne-Renaud, 1998] et influent sur l'ampleur des dommages. En général, la présence d'un réseau de bulles d'air apparaît comme un facteur de protection vis-à-vis des mécanismes de gel simple. Dans le cas de gel avec sels de déverglaçage, la quantité d'air piégé selon une géométrie précise est une condition nécessaire mais non suffisante pour la prévention de l'écaillage de surface [Pleau 1998].

Dans le cas de la pierre reconstituée, deux recours sont envisageables :

-1- augmenter la compacité afin d'augmenter la résistance du matériau et contrer les pressions engendrées par les mouvements de l'eau lors du gel.

-2- utiliser un entraîneur d'air pour créer un réseau de bulles d'air au sein du matériau. Bien qu'à priori incompatible avec le procédé inventé (qui prévoit l'expulsion sous vide des bulles d'air supérieures à 0,5 mm), l'essai a été tenté, et ce avec succès.

I.1.4. Conclusion

Ce sous-chapitre, dédié aux spécifications concernant les produits hydrauliques, a permis de souligner les précautions à prendre pour limiter les inconvénients liés à l'utilisation de produits hydrauliques. Le matériau doit avoir des résistances mécaniques supérieures ou tout du moins identiques à celles de la pierre naturelle. Le module élastique et la résistance en traction doivent être tels que les risques de fissures soient minimisés. Pour cela, la résistance en traction doit être relativement élevée, dans la mesure du possible pour un matériau

hydraulique, car le module élastique d'un matériau hydraulique est généralement supérieur à 30 000 MPa. Il est préférable de choisir un ciment contenant une faible teneur en C_3A pour limiter une élévation de température trop importante, ainsi que d'utiliser un faible dosage en ciment. Le retrait de dessiccation peut être limité par une cure appropriée en conditions humides pendant le durcissement du matériau les 28 premiers jours. Un rapport Eau/Ciment faible est également recommandé. Enfin, pour limiter les risques causés par le gel avec et sans sels de déverglaçage, on peut tenter d'augmenter la compacité pour que le matériau présente une faible porosité, et/ou utiliser un agent entraîneur d'air afin de créer un réseau de bulles d'air, au sein du matériau, faisant office d'exutoire pour l'eau lors du gel.

I.2. SPECIFICATIONS RELATIVES AU PROCÉDE

I.2.1. Le malaxage

Pour assurer une dispersion optimale des constituants, il est nécessaire d'avoir recours à un malaxeur de grande capacité. La durée du malaxage est fonction de la puissance de l'appareil et de la consistance du mortier. En usine, la durée de malaxage des constituants doit être de courte durée, pour assurer une cadence de production élevée.

L'action de mélanger le composite avec de l'eau (dans des conditions thermodynamiques normales) conduit toujours à introduire dans la préparation une part non négligeable d'air piégé qui varie en fonction des proportions et des propriétés de la formule à l'état frais. L'étape de désaéragage permet d'évacuer cette quantité d'air nuisible à l'esthétique de la pierre.

I.2.2. Le désaéragage

Le désaéragage est une étape du procédé qui doit permettre l'évacuation des bulles d'air susceptibles d'être apparentes au sein du produit fini. Pour se convaincre de la nécessité d'une étape de désaéragage, on présente deux clichés photographiques (figure II.2 et II.3) représentant l'aspect d'un mortier (de composition proche de celle des pierres artificielles) mis en place par une aiguille vibrante, et non désaéré. Quel que soit le type de surface (plane ou brute), la présence de bulles d'air rend le matériau inesthétique. Le diamètre critique en deçà duquel les bulles sont tolérées peut être estimé à 0,5 mm (soit 0,25 mm de rayon).

Le caractère subjectif de ce jugement peut être argumenté par le fait que les bulles d'air de cette taille se confondent avec la majorité des grains du produit dont la taille maximale est de 1,2 mm.

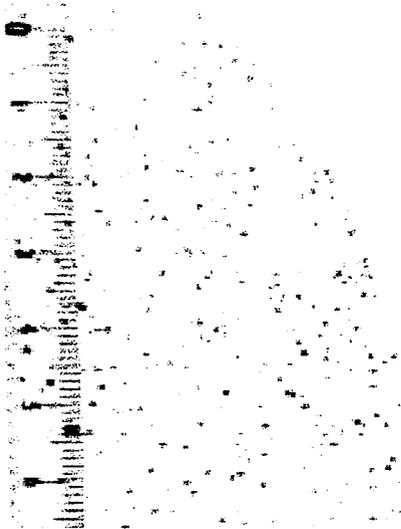


Figure II.2 : Bulles d'air au sein d'une pierre vue sur une surface plane

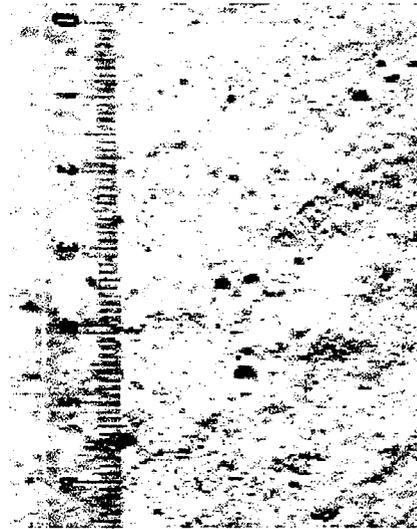


Figure II.3 : Bulles d'air au sein d'une pierre vue sur une surface brute

Pour des raisons de rentabilité liée à la cadence de production, la durée maximale de cette étape ne doit pas être supérieure à 15 minutes. En outre, il paraît évident que le traitement est efficace dans la mesure où le mélange est à l'état frais et que la prise n'a pas encore eu lieu. Il doit donc être rapidement mis en place juste à l'issue du coulage et ne doit pas se prolonger d'autant que le traitement suivant (l'essorage) n'est possible, lui aussi, qu'appliqué à un mortier frais.

Cette étape est grandement conditionnée par les propriétés rhéologiques du milieu. On propose donc, dans ce chapitre, d'exposer quelques rappels de rhéologie et d'établir les relations concernant la vitesse de remontée d'une bulle d'air. On se réfère ici au pessimisme en considérant la remontée des plus petites bulles d'air perceptibles à l'œil nu (diamètre 0,5 mm), sachant que les bulles de diamètres supérieurs seront d'autant plus faciles à évacuer.

Les relations obtenues permettront d'expliquer la nécessité d'une part, de la mise en dépression et de la vibration du milieu, et d'autre part, pour le mortier, d'avoir une consistance fluide, c'est-à-dire caractérisée par un seuil de cisaillement τ_0 et une viscosité plastique μ faibles.

On démontre ici que le traitement influence efficacement le débullage, et on discute sur la façon d'obtenir une consistance fluide qui n'engendre pas la ségrégation des constituants susceptible de nuire au bon déroulement de l'étape suivante et aux propriétés du produit fini.

a) Principe de l'étape de désaéragé

Le désaéragé est basé sur le principe d'Archimède. Chaque bulle subit une poussée de bas en haut, fonction de son volume et de la densité du mortier dans lequel elle se trouve :

$$F = mg = \rho gV \quad (\text{II.3})$$

F représente la poussée d'Archimède en Newton,

m, ρ , et V respectivement la masse en kg, la masse volumique en kg/m^3 et le volume de mortier déplacé en m^3 ,

et g, l'accélération en m.s^{-2} .

Pour que les bulles d'air puissent effectivement remonter à la surface du mortier, il faut cisailier la pâte. Le cisaillement de la pâte est fonction des caractéristiques rhéologiques du mortier, qui sont le seuil de cisaillement τ_0 et la viscosité μ . Avant d'établir les relations permettant de modéliser la remontée d'une bulle d'air, on propose quelques rappels rhéologiques.

b) Rappels rhéologiques

Les mélanges dans lesquels plusieurs phases sont dispersées sous la forme de particules ou de bulles dans une phase liquide continue, présentent en général une contrainte seuil en deçà de laquelle le matériau ne peut s'écouler [Mekhatria A. 2001]. Les bétons ou mortiers suivent cette règle et présentent une valeur de seuil de cisaillement $\tau_0 \neq 0$. Ils peuvent suivre une loi de comportement type Herschel-Bulkley donnée par les relations (II.4) et (II.5) :

$$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n \quad \text{Si } \tau \geq \tau_0 \quad (\text{II.4})$$

$$\dot{\gamma} = 0 \quad \text{Si } \tau < \tau_0 \quad (\text{II.5})$$

Où τ et τ_0 sont respectivement la contrainte de cisaillement dans le volume et la contrainte seuil de cisaillement en Pa, K est la consistance du fluide, $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement (gradient de vitesse) en s^{-1} , et n l'indice d'écoulement.

Ils peuvent également suivre une loi de comportement type Bingham, dont la relation est un cas particulier de cette formule et correspond à un indice d'écoulement égal à l'unité ($n=1$).

La consistance du fluide K, est très souvent reliée à la viscosité de celui-ci par une loi de puissance :

$$\mu = K\dot{\gamma}^{n-1} \quad (\text{II.6})$$

Enfin, un milieu pour lequel il y a linéarité entre la contrainte appliquée et le taux de cisaillement est dit Newtonien ; le seuil de cisaillement est nul :

$$\tau = \mu\dot{\gamma} \quad (\text{II.7})$$

La détermination de ces paramètres est effectuée par l'utilisation d'un rhéomètre. Il existe une grande variété de rhéomètres qui diffèrent en fonction des caractéristiques des milieux à étudier. Le plus courant est le viscosimètre de Couette basé sur le mouvement de deux cylindres coaxiaux qui entraînent et cisailent le fluide à étudier. Le viscosimètre à mobile tournant (utilisé pour la caractérisation des paramètres du mortier de pierre, chapitre II, Partie III) est basé sur le principe de Couette. La chute d'une bille au travers d'un fluide peut également permettre d'identifier les caractéristiques d'un fluide.

Plusieurs auteurs ont étudié la rhéologie des pâtes de ciment [Krieger et Dougherty, 1959 ; Farris 1968 ; Hu et al, 1995 ; Ferraris et de Larrard, 1998, Mansoutre, 2000]. L'équation de Einstein est une référence pour le cas des pâtes de ciment. Elle relie la viscosité η d'une suspension à sa concentration en solide Γ :

$$\eta = \eta_0 \cdot (1 + 2,5)\Gamma \quad (\text{II.8})$$

Où η_0 est la viscosité du liquide seul.

[Hu, 1995] et [Ferraris et de Larrard, 1998] proposent une modélisation des paramètres τ_0 et μ de mélanges de particules polydispersées (tels que mortiers et bétons) à partir des résultats expérimentaux. Les relations qu'ils obtiennent sont des fonctions exponentielles qui dépendent respectivement pour μ de la concentration solide relative Φ/Φ^* (avec Φ le volume solide, et Φ^* la concentration solide maximale), et pour τ_0 , du niveau de serrage de chaque constituant et de la taille des grains. Leur modélisation est pertinente lorsqu'elle est appliquée au cas des bétons dont le seuil est souvent supérieur à 1000 Pa et la viscosité à 300 Pa.s. Relativement au cas des mortiers fins comme ceux utilisés ici (τ_0 d'environ 70 Pa et μ de 7 Pa.s, Chapitre II, Partie III), il n'est pas judicieux d'utiliser cette modélisation.

c) La remontée d'une bulle d'air

Bien que l'on ait conscience que les bulles d'air peuvent être plus ou moins allongées ou sous la forme de tube, on considère ici, par soucis de simplification qu'elles sont exclusivement sous forme sphérique.

La remontée d'une bulle d'air peut alors s'apparenter au principe de mesure du viscosimètre à chute de bille. Au lieu d'être une bille de masse M qui sédimente, le cas qui nous intéresse concerne une bulle d'air qui remonte à la surface du mortier dans lequel la bulle d'air se situe. On considère la bulle d'air comme étant une sphère de rayon R et de masse volumique négligeable (Figure II.3).

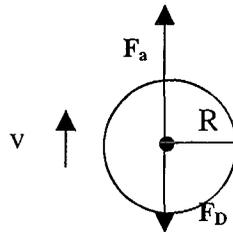


Figure II.3 : Forces agissant sur une bulle d'air contenue dans un mortier

Elle est soumise :

-1- A la poussée d'Archimède (avec ρ , la masse volumique du mortier en kg/m^3) :

$$F_a = \frac{4}{3} \pi R^3 \rho g \quad (\text{II.9})$$

-2- A la force de cisaillement F_D provoquée par le milieu de viscosité μ sur la surface de la sphère et de seuil de cisaillement τ_0 . L'expression de cette force est fonction de la loi comportementale du milieu.

Chacune de ces forces s'exerce verticalement et est comptée positivement ou négativement selon sa direction. En appliquant le principe fondamental de la dynamique, et en considérant qu'aucun déplacement n'a lieu, on a :

$$F_a - F_D = 0 \quad (\text{II.10})$$

Alors on a $F_D = F_a$

Il s'avère théoriquement, lorsqu'il s'agit de la sédimentation de sphères dans un milieu viscoélastique (c'est-à-dire présentant un seuil de cisaillement τ_0 non nul), que cette égalité n'est jamais vérifiée. On introduit donc un nombre adimensionnel Y_G qui traduit l'influence du seuil d'écoulement et de la force de gravité (bien qu'ici, cette dernière est nulle, car la masse de la bulle d'air est négligeable). Chhabra [Chhabra, 1993], propose, pour ce paramètre, la relation suivante :

$$Y_G = \frac{\tau_0}{g2R\Delta\rho} \quad (\text{II.11})$$

Où g est l'accélération de la pesanteur en m.s^{-2} , R le rayon de la sphère considérée en m et $\Delta\rho$ la différence de densité entre le milieu et la sphère en kg/m^3 .

Le maximum de Y_G , ($Y_{G, \max}$) correspond au rapport de ces deux forces et représente la valeur au-dessus de laquelle, la sphère ne se déplace pas. [Andres, 1961] propose une valeur de 0,212 en écrivant qu'il y a équilibre entre la poussée d'Archimède et la contrainte seuil. On a choisis cette valeur comme applicable au cas des bulles d'air contenues au sein du mortier sachant qu'elle représente le pessimum puisque depuis, des valeurs inférieures ont été calculées (valeurs comprises entre 0,04 et 0,2 [Chhabra, 1993] obtenues avec des milieux types gels de polymères, des sphères lisses ou rugueuses et de différentes natures et plusieurs méthodes expérimentales différentes).

Quelle valeur de seuil de cisaillement doit présenter le mortier pour que la plus petite bulle d'air jugée inesthétique (0,25 mm de rayon) entre en mouvement ?

L'application numérique de la relation (II.11) donne une valeur de seuil, τ_0 de 2,2 Pa, avec une masse volumique du milieu égale à 2100 kg/m^3 (valeur moyenne obtenue expérimentalement).

On note que pour des mortiers dont la taille maximale des granulats n'excède pas 5 mm, les plus faibles valeurs de seuil obtenues sans adjuvants sont de l'ordre de 800 à 1000 Pa [Ferraris et de Larrard, 1998] (avec adjuvants types fluidifiants leur seuil peut descendre à 100 Pa).

Pour mettre en mouvement les bulles d'air, il faut donc agir sur les paramètres de la relation (II.11), soit en abaissant τ_0 , soit en augmentant le diamètre des bulles d'air.

Si l'on reprend la relation (II.11) dans le cas d'un fluide newtonien (donc $\tau_0 = 0$). La sphère est donc en mouvement et l'expression de la force F_D a été donnée par Stokes en 1851 :

$$F_D = 6\pi\mu Rv \quad (\text{II.12})$$

Avec v , la vitesse d'ascension de la bulle en m/s.

Cette vitesse n'est pas rigoureusement constante, car, au fur et à mesure de son ascension, la bulle augmente de volume en raison de la diminution de la masse de mortier qui s'exerce sur sa surface. La pression qui s'exerce sur elle, en effet, correspond à celle de la pression atmosphérique augmentée de celle induite par la masse mortier :

$$P_b = 101325 + \rho gh \quad (\text{II.13})$$

Un simple produit en croix permet d'estimer le volume (et donc le rayon) d'une bulle d'air de 0,25 mm de rayon à pression atmosphérique soumise à cette nouvelle pression P_b .

Dans ces conditions une bulle d'air de 0,25 mm de rayon à la surface présente un rayon de 0,24 mm sous 60 cm de mortier ($\rho=2100\text{kg/m}^3$). L'augmentation du volume est donc négligeable et l'on peut considérer que la vitesse est constante. On a alors :

$$v = \frac{2}{9} R^2 g \frac{\rho}{\mu} \quad (\text{II.14})$$

Et donc,

$$\mu = 2R^2 g \rho \frac{t}{9h} \quad (\text{II.15})$$

Cette relation montre que pour évacuer une bulle d'air de 0,25 mm de rayon en 15 minutes, située au fond du coffrage à 60 cm de la surface, le milieu doit présenter une viscosité μ de 0,4 Pa.s. Pour des mortiers sans fluidifiants, Ferraris et de Larrard, [Ferraris et de Larrard, 1998], obtiennent des valeurs minimales de 30 Pa.s, (avec fluidifiants, les viscosités obtenues sont généralement supérieures à 100 Pa.s).

L'application numérique avec une valeur de μ de 30 Pa.s montre que les bulles d'air inférieures à 1 cm ne peuvent pas être évacuées théoriquement. Ce qui est évidemment inacceptable pour l'esthétique.

Au vu des relations (II.11) et (II.13) et des exemples de seuil et de viscosité pour des milieux types mortiers, il apparaît clairement que pour mettre en mouvement les plus petites bulles d'air de 0,25 mm de rayon (sachant que les plus grosses seront également évacuées par le fait) et augmenter leur vitesse d'ascension, il est nécessaire d'agir sur plusieurs paramètres :

-1- Le rayon (R) des bulles d'air. Il faut l'augmenter pour diminuer le terme Y_G et pour réduire la durée de l'étape en augmentant la vitesse d'ascension.

-2- Le seuil de cisaillement τ_0 et la viscosité μ du mortier. En diminuant ces deux termes on favorise la mise en mouvement de la bulle, et on accélère la vitesse d'ascension.

Pour ce faire, il est possible d'intervenir à la fois en adaptant le procédé (mise en dépression pour augmenter R et vibration pour diminuer τ_0) et en adaptant la formule du mortier (consistance plus fluide qui entraîne une baisse des paramètres rhéologiques).

d) Aide au désaéragage par la mise en dépression

Une dépression de 60 mmHg (8 000 Pa) peut être établie en quelques minutes dans l'enceinte à vide. Il a été jugé qu'une dépression plus faible peut engendrer des problèmes thermodynamiques (baisse du point de congélation par exemple) sans réels bénéfices pour le bon déroulement du procédé.

Cette dépression engendre une augmentation de la taille des bulles d'air contenues dans le mortier. Pour évaluer l'augmentation de volume d'une bulle de 0,25 mm de rayon au sein du mortier sous vide, on applique les principes de la thermodynamique en négligeant la variation de température.

Alors, on peut appliquer la loi de Gay-Lussac :

$$P_1 \cdot V_1 = P_2 \cdot V_2 \quad (\text{II.16})$$

L'application numérique montre qu'une bulle d'air de rayon 0,25 mm à pression atmosphérique augmente de volume jusqu'à atteindre un rayon de plus de 1 mm à 8000 Pa.

L'augmentation de volume des bulles d'air au sein du mortier facilite leur mise en mouvement (relation (I.12)). Pour s'en assurer, les figures II.4 et II.5 représentent l'effet du diamètre sur le paramètre Y_G . Deux valeurs de seuils de cisaillement sont considérées (70 et 10 Pa). Y_G est calculé respectivement avec les diamètres des bulles d'air à pression atmosphérique et à 8000 Pa.

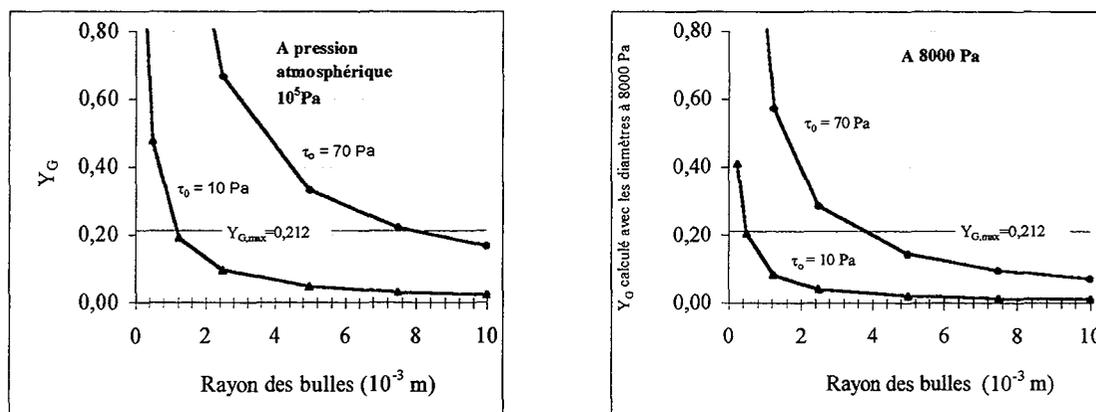


Figure II.4 et II.5 : Y_G en fonction du diamètre de la bulle d'air considéré respectivement à pression atmosphérique et à 8000 Pa

On voit, par exemple, que dans un mortier dont le seuil de cisaillement est de 70 Pa, les bulles de rayon inférieur à 8 mm à pression atmosphérique ne peuvent entrer en mouvement, alors que ce rayon critique est abaissé à 4 mm lorsque le mortier est soumis à une dépression de 8000 Pa. On voit, en outre, qu'il est nécessaire que le seuil de cisaillement du mortier soit inférieur à 10 Pa, pour que les bulles de rayon 0,25 mm entrent en mouvement au sein du mortier soumis à une dépression de 8000 Pa.

En ce qui concerne la vitesse d'ascension des bulles, elle diminue effectivement suite à l'augmentation de leur volume. Les figures II.6 et II.7 illustrent ce fait. La première concerne le temps de parcours à pression atmosphérique et la seconde à 8000 Pa. A pression atmosphérique, une viscosité d'environ 0,5 Pa.s était nécessaire pour faire remonter (sur 60 cm) une bulle d'air de 0,25 mm de rayon en 15 minutes, à 8000 Pa, ce temps est raccourci à 3 minutes.

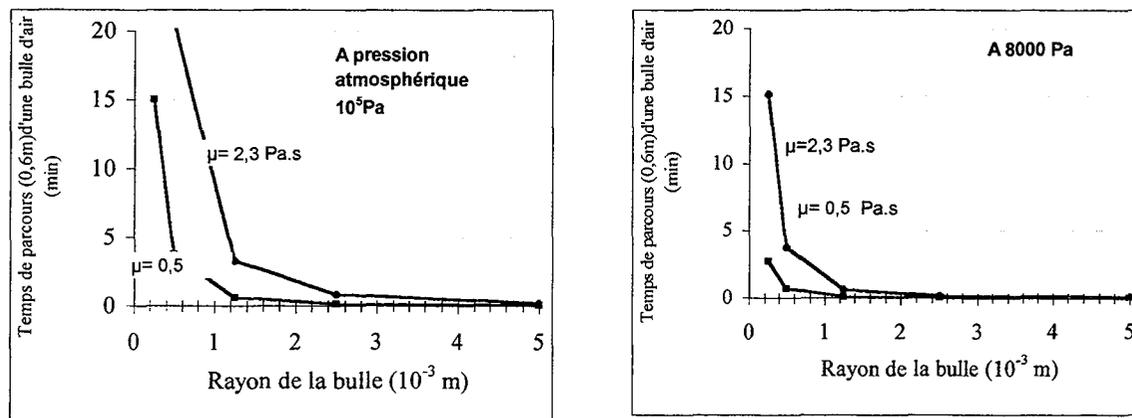


Figure II.6 et II.7 : Effet de la dépression sur la durée de leur ascension à la surface.

Par conséquent, en appliquant la relation II.16, on trouve que pour évacuer les bulles d'air 0,25 mm de rayon en 15 minutes à 8000 Pa, le mortier doit présenter une viscosité μ de 2,3 Pa.s et un seuil de 10 Pa.

e) Aide au désaéragage par la mise en vibration du mortier

Il est largement admis que l'action de la vibration sur un mélange granulaire type béton peut s'apparenter à celui d'une augmentation de leur teneur en eau, sans les inconvénients liés à celle-ci (augmentation de la porosité et réduction de performances) [Legrand, 1982 ; Bresson, 1995 ; 1998 ; 1999 ; Cimbéton, 1998]. Cette modification de la rhéologie du matériau, obtenue par la mise en mouvement du mélange permet :

- d'assurer un remplissage optimal des moules,
- de réaliser le compactage du mélange en facilitant l'élimination des bulles d'air.

Legrand, [Legrand, 1982], a synthétisé la bibliographie concernant les effets de la vibration sur des pâtes de ciment et annonce que si la vibration est efficace en répondant à certaines caractéristiques précises, le seuil de cisaillement d'une pâte de ciment est supprimé, ce qui rend le mélange exclusivement visqueux (comportement Newtonien). Lorsque des granulats sont additionnés à cette pâte pour former un mortier ou un béton, le système est rendu plus complexe et les caractéristiques de la vibration pour le cas d'une pâte ne sont plus adaptées. Dans ce cas, le seuil de cisaillement n'est pas forcément annulé, mais largement diminué.

L'action de la vibration sur un béton, peut être décomposée en trois phases, (chacune régie par un paramètre particulier), sachant que l'ensemble de ces trois phases s'applique au

cas des bétons sec, et seuls les deux dernières concernent les mélanges fluides [Bresson 1996].

-1- La première phase ne dure que quelques secondes pendant lesquelles, les gros grains sont soumis à une forte agitation qui réduit les frottements, ce qui permet un premier tassement rapide du béton. Le paramètre principal est l'amplitude.

-2- Lors de la deuxième phase de vibration, le béton devient une masse visqueuse dont les paramètres rhéologiques sont notablement abaissés. Le déplacement des grains est facilité, ce qui permet de combler les vides et d'augmenter la compacité. Le paramètre principal est la vitesse V en m/s (qui, dans le cas d'une vibration harmonique répond à la relation $V = 0,16 a/F$, avec a l'accélération en $m.s^{-2}$, et F la fréquence de vibration en Hz) : plus elle est élevée, plus le béton se fluidifie.

-3- Le béton est quasiment liquéfié lors de la troisième phase. La compacité continue de s'accroître grâce à l'échappement progressif des bulles d'air vers la surface. Le paramètre principal est ici l'accélération.

L'auteur souligne que cette 3^{ème} phase peut être néfaste si l'efficacité de la vibration n'est pas adaptée : les bulles d'air risquent de se regrouper dans la masse ou à la surface des parois si l'efficacité de la vibration est insuffisante compte tenu de la consistance du béton, tandis que des phénomènes de ségrégation peuvent apparaître si la vibration est trop puissante.

On note, en effet, que si la baisse du seuil de cisaillement favorise la mise en mouvement des bulles d'air, elle favorise également celle des grains. Une ségrégation importante peut donc se produire, et en général, elle s'observe expérimentalement, lorsque la vibration est de longue durée. On peut logiquement penser qu'une vibration continue favorise la séparation des grains en facilitant et en accélérant leur vitesse par la diminution du paramètre μ . Il importe donc de vibrer efficacement et brièvement, uniquement dans le but de diminuer τ_0 , pour « débloquer » les bulles d'air et leur donner une vitesse. Quand bien même les grains ont eux aussi acquis une certaine vitesse, l'arrêt de la vibration redonne à μ sa valeur initiale qui limite la vitesse des grains en mouvement, sans forcément limiter celle des bulles d'air.

Il s'agit donc, dans le cas de la fabrication de la pierre reconstituée, de choisir un vibreur adapté pour l'évacuation optimale des bulles d'air. Ce choix sera discuté en partie III.

f) Aide au désaéragé par la fluidification du mortier

Diminuer les paramètres rhéologiques τ_0 et μ du mortier pour aider à sa désaération (relations (I.12) et (I.14)) revient à le fluidifier. Cette fluidification peut être obtenue par ajout d'eau (augmentation du rapport Eau/Ciment), et par l'utilisation d'un fluidifiant. Chacun de ces recours présente des avantages et des inconvénients qui peuvent se compenser s'ils sont utilisés conjointement.

→Dilution par ajout d'eau

La dilution par l'adjonction d'eau permet de façon évidente de diminuer la viscosité et le seuil de cisaillement d'un mélange. Cependant, cette action entraîne des inconvénients qui nuisent aux propriétés du mortier tant à l'état frais qu'à l'état durci.

Il est largement admis que l'augmentation du rapport E/C entraîne une diminution des résistances mécaniques et de durabilité par l'augmentation de la porosité du matériau. Dans le cas du procédé mis en place qui comprend une étape d'essorage au terme du débullage, ces conséquences ne sont plus à craindre, car l'eau excédentaire est retirée du mélange par le principe du béton essoré dans un laps de temps plus ou moins long qui dépend du volume d'eau à évacuer.

C'est à l'état frais que des problèmes gênants pour l'homogénéité du produit peuvent survenir. L'augmentation du rapport E/C desserre l'empilement et peut créer une ségrégation [de Larrard, 2000]. Celle-ci est alors nuisible à la fois à l'esthétique et aux propriétés du matériau.

Expérimentalement une ségrégation localisée et visible au sein de la pierre se produit parfois. Il s'agit de filets de laitances (particules fines et eau) très fins qui zèbrent régulièrement et ponctuellement la pierre dans sa masse dans le sens de l'ascension des bulles d'air. A l'heure actuelle, ces filets semblent être associés à l'utilisation d'une quantité trop élevée d'eau lors du gâchage (Partie III, Chapitre II).

C'est pourquoi, il n'est pas judicieux de n'avoir recours qu'à la dilution pour obtenir une consistance fluide, caractérisée par des paramètres rhéologiques en accord avec la remontée des bulles d'air.

Cependant, on constate expérimentalement qu'il est indispensable d'utiliser une certaine quantité d'eau en excès pour que le désaéragé ne se prolonge pas. C'est donc la viscosité μ qui est en cause, paramètre influençant la vitesse d'ascension (relation (II.14)), et qui ne peut être véritablement abaissé que par ajout d'eau.

En effet, on a vu que la vibration n'avait d'effets notables que sur le seuil de cisaillement et on va voir qu'il en est de même pour les d'adjuvants types fluidifiants - réducteurs d'eau.

→ Utilisation d'adjuvants type fluidifiants – réducteurs d'eau

L'utilisation d'agents organiques types fluidifiants-réducteurs d'eau permet de réduire la quantité d'eau nécessaire à l'obtention d'une fluidité donnée ou permet de fluidifier le mélange à quantité d'eau fixe. La figure II.8 illustre ce fait de façon explicite.

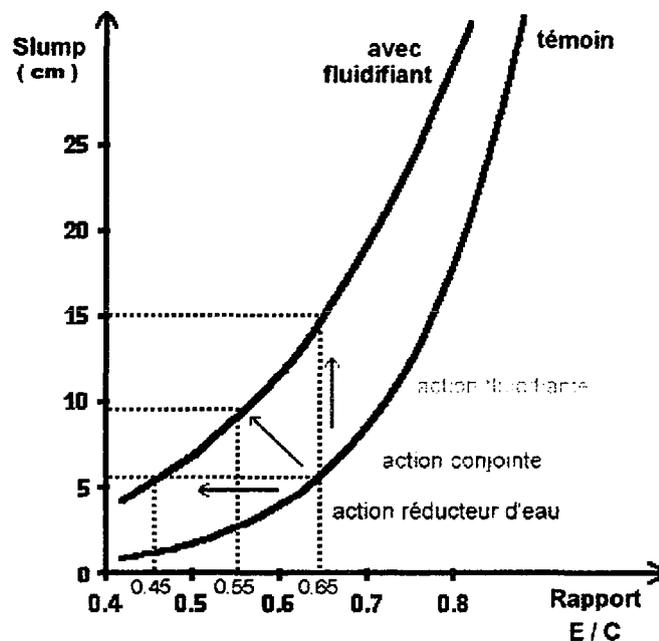


Figure II.8 : Action des fluidifiants (d'après Venuat, 1984)

Ils agissent en déflocculant les fines particules de deux manières :

- par répulsion électrostatique,
- par encombrement stérique, ce qui empêche les particules de s'approcher les unes des autres.

Au niveau rhéologique, ils baissent fortement le seuil de cisaillement des pâtes de ciment (fluides newtoniens) et diminuent plus modérément la viscosité μ , à quantité d'eau de gâchage constante. La figure II.9 [Okumura 1997] illustre ce fait en montrant que la fluidité est accrue par l'action de superfluidifiants sans diminution notable de la viscosité du mélange, contrairement à l'addition d'eau qui a un effet à la fois sur la fluidité et sur la viscosité.

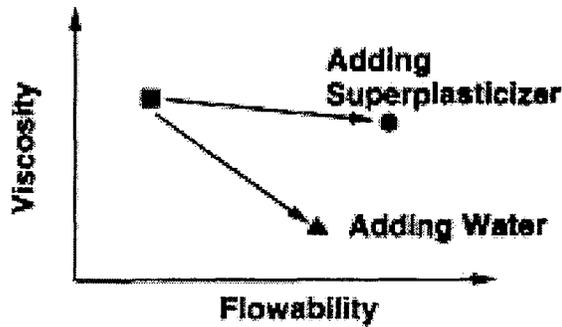


Figure II.9 : Action des superfluidifiants sur la viscosité (Okumura 1997)

En ce qui concerne les bétons ou les mortiers, l'effet rhéologique est différent (ce ne sont pas des fluides Newtoniens). Ils entraînent une baisse effective du seuil de cisaillement, mais on déplore parfois une augmentation de la viscosité [F. de Larrard, 2000] du mélange. Expérimentalement, on constate effectivement que l'utilisation de certains fluidifiants rend le mortier quasi « collant », ce qui peut prolonger le désaéragé. C'est pourquoi, l'utilisation de ce type de fluidifiants doit être effectuée suivant leur action conjointe (figure II.8) pour diminuer μ . La difficulté est de trouver la quantité d'eau juste nécessaire pour répondre à cet objectif ; une trop faible quantité d'eau ne facilite pas le désaéragé car la vibration peut être inefficace tandis qu'une trop grande quantité d'eau peut entraîner une ségrégation localisée (filets de laitances) ou non et prolonger l'étape d'essorage.

g) Conclusions sur l'étape de désaéragé

On vient de voir que l'évacuation optimale des bulles d'air ne pouvait avoir lieu que dans un mortier dont les paramètres rhéologiques, viscosité et seuil de cisaillement, sont faibles.

Sans vibration ni mise en dépression, le mortier doit présenter un seuil inférieur à 2,2 Pa pour que les bulles d'air entrent en mouvement, et une viscosité inférieure à 0,4 Pa.s pour que les plus petites bulles d'air situées à 60 cm de la surface soient évacuée en 15 minutes.

En appliquant une dépression de 8000 Pa, le seuil de cisaillement nécessaire est de 10 Pa et une viscosité plastique de 2,3 Pa.s.

Pour atteindre ces valeurs, on peut appliquer une vibration efficace au mélange rendu fluide par l'action conjointe d'un excès d'eau et d'un fluidifiant.

I.2.3. L'essorage

a) Principe de l'étape d'essorage

La mise en place de cette étape a été fortement inspirée par le principe de l'essorage du béton. Fréquemment pratiquée dans les pays scandinaves et germaniques, celui-ci est un procédé qui est mis en œuvre (sur une surface plane, en général) pour abaisser le rapport e/c des bétons lors de gros travaux de constructions intérieurs ou extérieurs.

Cette méthode consiste à évacuer l'eau jugée excédentaire du béton après sa mise en place à l'aide d'un système de dépression, laquelle est établie par une pompe à vide.

On dispose à la surface du béton, après la mise en place, un tapis finement percé qui évite que les éléments fins du béton soient également extraits avec l'eau. Ce tapis est alvéolé pour assurer un réseau espaceur permettant la circulation de l'eau essorée. On applique sur ce tapis, une bâche ou un cadre rigide qui dépasse du tapis de plusieurs centimètres de tous les côtés et forme ainsi une « chambre à vide » étanche. La bâche est reliée à une pompe à vide qui crée une dépression. La pression atmosphérique agit alors sur le béton avec une force pouvant atteindre 8 à 10 T/m², fonction du degré du vide généralement atteint (figures II.10 et II.11). Le béton est comprimé et l'eau excédentaire est chassée et aspirée par une pompe à vide.

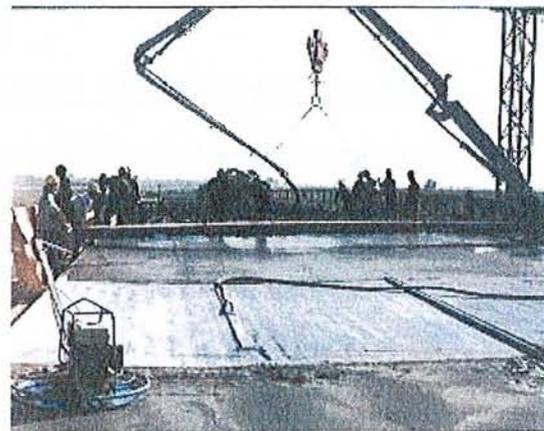


Figure II.10 et II.11 : Mise en place des tapis permettant l'essorage du béton, exemple d'un tablier d'ouvrage d'art

Après vibration et mise en place du béton, une bâche (jaune) percée et alvéolée est appliquée à la surface du béton. Sur celle-ci, on applique une autre bâche (bleue) de sorte qu'elle recouvre la première de plus de 20 cm de toute part. Une pompe à vide est reliée à cette bâche et engendre une dépression qui permet l'aspiration de l'eau excédentaire contenue dans le béton. Après traitement (jusqu'à 30 minutes) on retire les bâches et on taloche la surface durcie grâce à une talocheuse mécanique.

Lorsque la pompe est en fonctionnement, l'eau qui est aspirée du béton passe à travers le filtre. Puis, elle circule vers la bouche d'aspiration et est évacuée vers la pompe à vide. Le squelette du béton est resserré sous l'effet de la dépression.

Ce procédé imite donc l'effet de la compression obtenue par une presse, sans les inconvénients d'un matériel de grande envergure. De ce fait, il permet de pulvériser les bulles d'air qui n'ont pu être évacuées lors de l'étape de désaéragé.

Par cette méthode, on annonce que 15 à 20 % de l'eau totale est extraite [Wenander, 1975]. Il n'y a aucun risque que le vide puisse extraire l'eau utile à l'hydratation du ciment car l'espace régnant entre les grains décroît en même temps que le rapport E/C. Cette contraction commence en surface et se déplace en profondeur.

Si le béton contient une quantité importante de fines, sa perméabilité s'en trouve logiquement baissée. La circulation de l'eau est rendue plus difficile et il est recommandé d'établir un vide moins intense de sorte que l'espace entre les grains ne se ferme pas prématurément et empêchent la circulation de l'eau [Wenander, 1975]. Si ces précautions sont prises, ce même auteur annonce que le procédé peut être efficace sur une profondeur de 80 cm.

On signale, en outre [Wenander, 1975], [Neville, 1995], que la quantité d'eau essorée est supérieure à la diminution de volume du mélange, ce qui semble être du à la formation d'air. Les expériences réalisés dans le cadre de la reconstitution du grès n'ont cependant pas démontré ce fait.

b) Paramètres influençant l'essorage

Les paramètres qui influencent l'essorage ont pu être déterminés suites aux constatations faites lors de l'expérimentation et de l'analyse des résultats des mesures de porosité (Partie IV, chapitre I).

→Dépression

La qualité de la dépression est primordiale pour l'aspiration de l'eau. Elle est surtout tributaire de l'étanchéité de la « chambre à vide ». Sur une dalle de plusieurs mètres carrés, il est courant de l'assurer en recouvrant de plusieurs centimètres de toute part le premier tapis espaceur par le second tapis relié à la pompe à vide. Par ce système, l'étanchéité n'est pas parfaite et de plus, les extrémités de la dalle ne sont pas essorées. Pour une surface de moins d'un mètre carré (cas des blocs de pierres artificielles fabriqués lors des essais), il est nécessaire de réduire ces problèmes aux limites. La recherche d'un système d'étanchéité optimal est un problème exclusivement d'ordre technique. Il implique l'utilisation de joints caoutchoutés usinés sur mesures et parfaitement fixés.

→ Perméabilité uniforme

La perméabilité du mélange frais à essorer doit effectivement, comme l'annonce Wenander [Wenander, 1975] être propice à la circulation de l'eau. Mais l'expérience montre qu'il importe surtout, pour une profondeur d'action optimale, une continuité de la perméabilité dans le mélange pendant toute la durée de l'étape. Le mortier ne doit pas présenter de ségrégation. La stabilité du mélange doit donc être maîtrisée dès la formulation par le choix des constituants (solide et liquide) et de leur proportion, et pendant l'étape de désaéragage (avec une vibration efficace et brève). S'il y a ségrégation des constituants avec séparation des petits et des gros grains, l'essorage se limite lui-même en raison d'une fermeture localisée des espaces entre les grains.

→ Gradient de pression

Il a déjà été signalé que ce procédé agit grâce à la pression atmosphérique telle une presse de grande envergure à la surface du mortier. La profondeur d'action de l'essorage se limite donc si un gradient de pression se crée.

Dans le cas d'un liquide ou d'une suspension de grains, la dépression appliquée s'installe instantanément et de façon uniforme dans le milieu pris dans son ensemble. Au fur et à mesure que l'eau est retirée du mélange granulaire, le squelette se resserre ce qui rend le milieu tel que la dépression ne peut plus être diffusée uniformément. Un gradient de pression s'installe et le traitement se bloque de lui-même. La dépression appliquée à la surface diminue avec la profondeur.

Ce phénomène est d'autant plus marqué dans le cas des mélanges ayant ségrégués. La ségrégation, due à une composition inappropriée ou à une vibration inadaptée et/ou prolongée, entraîne un resserrement localisé du squelette qui bloque la circulation de l'eau. Des mesures de porosités par tranches effectuées dans les blocs ayant présenté une ségrégation révèlent effectivement une porosité plus élevée au centre des blocs que proche des surfaces absorbantes, ce qui traduit que l'eau excédentaire n'a pas été uniformément évacuée (Partie III).

Pour pallier cette limitation, outre les efforts faits pour assurer l'uniformité de la perméabilité par la stabilité des mélanges, il a été fait le choix de retirer l'excédent d'eau également par le bas du coffrage. Toutefois, on s'aperçoit rapidement que la plus radicale des solutions est la plus efficace : limiter l'épaisseur des blocs à environ 40 ou 50 cm.

→Prise hydraulique

En toute logique, le traitement est limité par la prise du mortier. On ne peut espérer retirer l'eau excédentaire contenue dans le mélange lorsque la prise hydraulique a lieu car celle-ci entraîne la fermeture des capillaires par la formation des premiers hydrates. Il est donc évident que l'essorage doit rapidement être mis en place au terme du désaéragage, car la prise hydraulique a généralement lieu 2 heures après le gâchage. La durée de l'étape est donc limitée dans le temps.

c) Conclusion sur l'étape d'essorage

L'étape d'essorage est très importante dans le procédé de fabrication inventé car son efficacité est gage des propriétés finales du matériau durci. En effet, son efficacité permet de retirer du mortier frais une partie ou toute l'eau jugée excédentaire et ce, de façon homogène. De plus, on peut penser que l'application de la pression atmosphérique à la surface écrase les bulles d'air qui n'ont pu être évacuées par l'étape de désaéragage.

Outre l'étanchéité du système et la nécessité d'essorer un mélange pour lequel la prise hydraulique n'a pas encore eu lieu, l'efficacité de ce traitement est largement tributaire de l'homogénéité du mélange et de la continuité de sa perméabilité. La ségrégation localisée ou non des constituants entraîne, en effet, une perméabilité discontinue qui peut freiner le passage de l'eau et/ou créer une baisse de charge qui nuise à l'aspiration de celle-ci. Ces phénomènes risquent alors de donner au produit fini des propriétés non uniformes.

Pour pallier ce problème, un système d'essorage par le bas, simultanément à celui par le haut, est mis en place ce qui tend à compenser les éventuelles hétérogénéités de composition (et donc de propriétés) de la pierre.

I.3. TABLEAU RECAPITULATIF DES SPECIFICATIONS

On présente, sous la forme d'un tableau (Tableau II.2), les spécifications concernant la fabrication de pierres reconstituées. Chaque étape de fabrication est caractérisée par des paramètres particuliers qui doivent être maîtrisés à l'aide des moyens technologiques à disposition. Notons que l'esthétique est ici réduite à l'apparence du produit, au faible risque de fissures et à la tenue au gel. Cependant, des phénomènes de carbonatations ou d'efflorescences peuvent surgir et altérer le cachet de la pierre reconstituée. Ces phénomènes ne se sont pas manifestés en réalité, ni à la surface des échantillons provenant des blocs, ni à la surface des dalles produites en Allemagne, ils n'ont donc pas été abordés dans ce travail.

Tableau II.2 : Cahier des charges pour la reconstitution du grès d'Ernzen

		PARAMETRES	SPECIFICATIONS	MOYENS TECHNOLOGIQUES
ETAT FRAIS	MALAXAGE	Puissance et capacité du malaxeur	Temps de malaxage écourté pour une production cadencée	Malaxeur de grande capacité pour une homogénéisation efficace des constituants
	DESAERAGE	Durée Dépression : P et Air : A Viscosité : μ Seuil de cisaillement : τ Stabilité	Max 15 minutes $P = 8000 \text{ Pa}$ $A \approx 0 \%$ $\mu \leq 3 \text{ Pa.s}$ $\tau \leq 10 \text{ Pa}$ minimum de ségrégation	Qualité du vide Quantité d'eau, présence d'adjuvants fluidifiants, vibration appropriée, formulation
	ESSORAGE	Epaisseur du bloc Durée Perméabilité continue Délai de prise	60 cm et plus Max 1heure Stabilité du mélange Prise à $t_{gachée} + 2h$	Choix des constituants, formulation, vibration appropriée, qualité du vide et du système d'étanchéité,
ETAT DURCI	JEUNE AGE	Retrait thermique Retrait endogène : ϵ_{re}	Elévation de température modérée $\leq 20 \text{ }^\circ\text{C}$ Retrait endogène faible	Composition du ciment (Taux de C_3A) et dosage, température ambiante, immersion du bloc dans l'eau
	MATURITE	Compression : R_c Traction : R_t Module élastique : E	R_c (28 jours) > 45 MPa R_t (28 jours) > 6 MPa E en rapport avec l'élément architectural	Formulation dosage en ciment, cure
	DANS LE TEMPS	Esthétique Faibles risques de fissures Tenue au gel	Apparence similaire au grès d'Ernzen Retrait total ϵ_{rt} faible grâce à un retrait de dessiccation faible Pas de dommage avec et sans sels de déverglaçages	Taille et couleur des grains des constituants Dosage en ciment, teneur en eau, résistance en traction du matériau Résistances mécaniques, air entraîné

CHAPITRE II

PRESENTATION DU PRINCIPE DE FORMULATION ET DE L'OUTIL DE MODELISATION UTILISE

On admet souvent que plus un produit hydraulique est de faible porosité, plus son domaine d'utilisation est étendu de part ses propriétés mécaniques et de durabilité. Le principe de formulation de la pierre reconstituée se base sur ce fait largement admis [Neville 1995, Dupain et al, 1995]. On s'est efforcé à chercher d'obtenir un mélange granulaire pour qu'après prise et durcissement, il atteigne une porosité proche, voire supérieure à celle du grès naturel. Les relations qui existent entre compacité et porosité constituent les fondements de la formulation de la pierre reconstituée et sont présentées dans un premier temps.

La prévision du comportement d'un mélange granulaire aussi bien à l'état frais qu'à l'état durci est basée sur la connaissance de sa compacité réelle. Depuis longtemps les chercheurs s'intéressent à l'optimisation des mélanges granulaires en proposant des courbes granulaires idéales [Féret, 1892]. Le Modèle d'Empilement Compressible (MEC), présenté ici, est un algorithme de calcul qui permet de modéliser la compacité réelle d'un empilement granulaire quelconque. Il a été utilisé pour la formulation et l'étude de la pierre reconstituée. Ses fondements théoriques sont rassemblés dans l'ouvrage de F. de Larrard traduit de l'anglais par A. Lecomte sous le titre «Structures granulaires et formulations des bétons». Un logiciel «BétonlabPro 2», issu de ces travaux a récemment été commercialisé à destination des industriels du béton [de Larrard, 2000].

II.1. PRINCIPE DE FORMULATION

II.1.1. De la compacité à la porosité du produit durci

A l'état frais, la porosité correspond aux interstices qui restent entre les grains de « matières anhydres », après désaéragage et essorage dans le cas de la pierre reconstituée. La porosité est le complément à 1 de la compacité Φ de l'empilement serré des grains :

$$n = 1 - \Phi \quad (\text{II.17})$$

Expérimentalement et par définition, la compacité Φ est égale au rapport du volume solide V_s ramené au volume total V_t .

$$\Phi = \frac{V_s}{V_t} \quad (\text{II.18})$$

Le volume solide V_s de la formule est déduit du dosage pondéral M_s et de la densité réelle ρ_r des n constituants solides :

$$V_s = \sum_{i=1}^n \frac{M_{si}}{\rho_{ri}} \quad (\text{II.19})$$

Le volume total V_t , pris égal à l'unité, est calculé en ajoutant à V_s le volume d'eau de fabrication (e_{fab}) et le volume d'air (a) :

$$V_t = V_s + e_{fab} + a = 1 \quad (\text{II.20})$$

et donc :

$$\Phi = V_s = 1 - e_{fab} - a \quad (\text{II.21})$$

Dans le cas d'une mise en place classique, une partie de l'eau de fabrication (e_{fab}), introduite lors du gâchage est utilisée par le ciment pour les réactions d'hydratation, tandis que l'autre constitue la porosité du matériau durci, si l'on admet que l'absorption des granulats est nulle.

L'utilisation de la technique d'essorage permet de retirer une partie de l'eau de fabrication, c'est l'eau d'essorage (e_{ess}). Ainsi, au terme de l'étape d'essorage, c'est (E) qui va servir à l'hydratation et à la formation de la porosité du matériau.

$$e_{fab} = E + e_{ess} \quad (\text{II.22})$$

En ce qui concerne l'hydratation, on estime, en première approximation que le ciment anhydre consomme environ 20 % de sa propre masse en eau. [Czernin, 1956, cité dans Baroughel-Bouny, 1994], sachant que cette valeur peut parfois varier en fonction du type de ciment étudié et des conditions d'hydratation.

$$e = 0,20C \quad (\text{II.23})$$

On note que le ciment n'est finalement jamais totalement hydraté en raison notamment de la barrière formée par les premiers hydrates situés sur le pourtour des grains de clinker

[Neville, 1995]. La diffusion de l'eau interstitielle au travers de cette couche pour l'hydratation du cœur du grain est alors difficile. Ceci est empiré pour les plus gros grains de ciment. En outre, pour les faibles rapport E/C, il y a un manque d'eau pour hydrater le volume initial de ciment.

Des récents travaux de recherche [Waller, 1999] ont permis de modéliser le degré final d'hydratation du ciment en fonction du rapport E/C, pour des pâtes, mortiers ou béton âgés de 400 jours. Le modèle empirique obtenu est d'équation :

$$h_c = 1 - \exp(-3,38.E/C - \delta) \quad (\text{II.24a})$$

$$\delta = \exp(1,63e/c) \frac{0,6.h_{FS}.fs}{c} \quad (\text{II.24b})$$

où E/C représente le rapport eau/ciment, δ un terme correspondant à la contribution des des fumées de silice lorsque celles-ci entrent dans la composition du mélange, h_c le dernier degré d'hydratation du ciment, h_{FS} le degré d'hydratation des fumées de silice (celles-ci consommant le $\text{Ca}(\text{OH})_2$ libéré par le ciment lors de son hydratation) et fs la proportion de fumées de silice contenue dans le mélange.

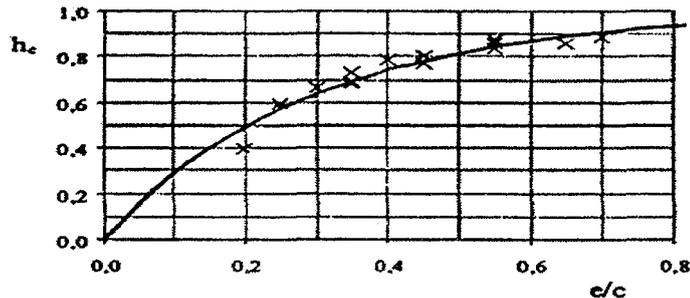


Figure II.12 : Modèle empirique pour le degré d'hydratation final (h_c) du ciment [Waller, 1999]. h_c est fonction du rapport Eau/Ciment.

Quand le rapport E/C diminue, la fonction (II.24a) baisse de façon progressive et continue (Figure II.12).

Un rapport E/C proche de 0,5, (valeur généralement atteinte par nos mélanges à l'issue du traitement) revient à un degré final d'hydratation h_c de 0,8.

Après durcissement et en négligeant la contraction Le Chatelier [Le Chatelier, 1900] et les autres variations volumiques (retrait thermique,...), on peut donc prétendre que la porosité finale, n , (tirée de la relation (II.17)) de la pierre durcie est alors :

$$n = 1 - \Phi - (0,2.C.h_c) \quad (\text{II.25})$$

On voit clairement que pour réduire n , il faut obtenir la compacité sèche la plus élevée possible. Pour la fabrication de la pierre reconstituée, les constituants suivants sont utilisés :

- deux sables (celui provenant du concassage du grès originel, et un sable roulé du Rhin),
- un ciment,
- et éventuellement une addition minérale.

Par exemple, pour une teneur en ciment C de 540 kg/m^3 , il faut une compacité sèche Φ de 0,74 pour atteindre la porosité finale, n , proche de celle de la pierre naturelle (17 %).

D'un point de vue pratique, pour prévoir la quantité d'eau à essorer (e_{ess}), il suffit, pour cela, de remplacer les relations (II.20), (II.21) et (II.22) dans la relation (II.25) en fixant la porosité désirée.

II.1.2. De la porosité du produit durci à la compacité

La démarche adoptée prend appui notamment sur plusieurs considérations dont la plupart ont déjà été mentionnées précédemment :

- 1- La masse d'eau consommée par le ciment est de l'ordre de 20 % (pourcentage variable puisque fonction du type de ciment) de la masse de ciment anhydre initiale.
- 2- L'hydratation entraîne une diminution du volume absolu total (contraction Le Chatelier, désigné par n_{Lch}) correspondant à environ 25 % du volume d'eau lié chimiquement.
- 3- Le ciment n'est jamais totalement hydraté [Waller, 1999] (équations (II.24a et b).
- 4- Un facteur temps, t , décrit l'avancement de l'hydratation au moment de la mesure de porosité ($t=0$ pour la préparation fraîche, $t=1$ pour un ciment Portland à 28 jours).

Les figures II.13 et II.14 schématisent la composition de la pierre avant et après hydratation. Elles permettent une meilleure compréhension de la démarche adoptée. Après hydratation, la pierre comprend un volume solide constitué de sables et de ciment hydraté par une partie de l'eau de gâchage, et une partie poreuse constituée de l'eau de capillarité (qui, par définition, est évaporable), les vides créés par la contraction Le Chatelier et l'air résiduel.

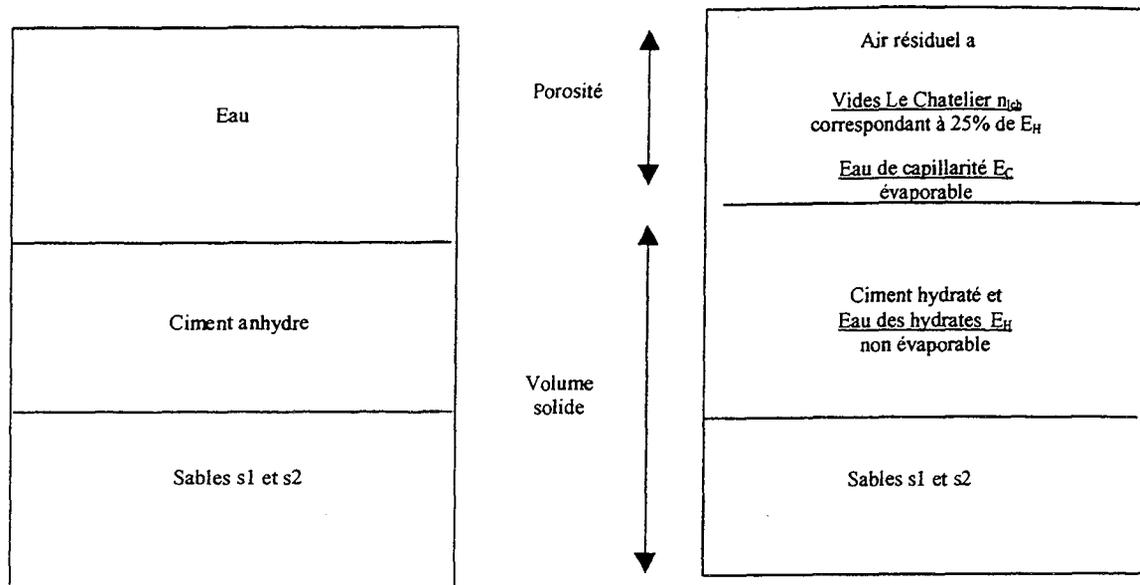


Figure II.13 et II.14 : Schématisation d'1 m³ de béton, avant et après hydratation

L'eau contenue dans le mortier frais (E), après essorage, se trouve en partie consommée par la formation d'hydrates (E_H), et telle quelle dans les capillaires (E_C) :

$$E = E_H + E_C \quad (\text{II.26})$$

L'eau des hydrates, E_H, correspond, comme signalé plus haut (-1-), à la quantité d'eau e utilisée par le ciment, pondérée par le terme h_c (taux d'hydratation), ainsi que par un facteur temps t :

$$E_H = t \cdot h_c \cdot e \quad (\text{II.27})$$

avec $e = 0,20C \quad (\text{II.28})$

L'eau des capillaires correspond au volume poreux ôté de l'air résiduel (a) et des vides créés par la contraction Le Chatelier n_{lch} (-2-) :

$$E_C = n - a - n_{lch} \quad (\text{II.29})$$

En remplaçant les équations (II.27) et (II.28), dans la relation initiale (II.26), la quantité d'eau introduite lors du gâchage est donc :

$$E = n + t.h_c.e - n_{ch} - a \quad (\text{II.30})$$

La résolution formelle de ce système pose certains problèmes, à cause notamment de la présence d'exponentielles, dans le terme h_c . On peut toutefois chercher une solution implicite (en faisant varier E) pour laquelle on retrouve la formule fraîche de volume unité avec les proportions de départ en constituants solides. Cette quantité d'eau (E) est celle qui sera mobilisée par les hydrates (dans les conditions exposées ci-avant) et participera à la porosité mesurée (n).

II.2. PRESENTATION DE L'OUTIL DE MODELISATION UTILISE

Le modèle de formulation et d'étude des propriétés d'un béton écrit par F. de Larrard prend appui sur un grand nombre de résultats expérimentaux issus du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées et d'une large bibliographie.

Le principe de formulation adopté est basé sur la connaissance de la compacité des mélanges granulaires qui peut être prévue par le Modèle d'Empilement Compressible. Toutefois, la recherche d'une forte compacité ne peut être le seul objectif, car on rencontre souvent des problèmes de ségrégation qui mettent en cause à la fois l'esthétique et les propriétés du produit fini. C'est pourquoi, le modèle de stabilité, qui découle des fondements théoriques du MEC, est d'un grand recours pour la formulation des mélanges servant à la fabrication de la pierre reconstituée. Enfin, l'auteur présente également dans son ouvrage, une modélisation des propriétés du matériau à l'état durci que l'on présentera en Partie IV (Chapitre II).

II.2.1. Modèle de compacité (Modèle d'Empilement Compressible ; MEC)

La compacité réelle Φ d'un granulat formé de n tranches élémentaires i est donnée par la relation implicite suivante :

$$K = \sum_{i=1}^n \frac{\frac{y_i}{\beta_i}}{\frac{1}{\Phi} - \frac{1}{\gamma_i}} \quad (\text{II.31})$$

Cette relation suppose la connaissance de plusieurs paramètres concernant chaque tranche

i :

- la proportion volumique y_i
- la compacité virtuelle β_i
- l'indice de serrage K_i ,
- la compacité virtuelle du mélange lorsque la classe i est dominante γ_i

La compacité virtuelle β_i correspond à la compacité maximale obtenue si les grains étaient arrangés uns à uns. Sa valeur est déduite pour chaque tranche par mesure expérimentales de la compacité réelle α_i (chapitre III). Sur les granulats, l'expérience consiste à mesurer, dans un récipient, la compacité de l'empilement sec soumis à une vibration et une contrainte de 10 kPa, et sur poudre minérale (taille des particules $d < 80 \mu\text{m}$) il s'agit de déterminer la quantité d'eau nécessaire à la formation, dans un malaxeur normalisé, d'une pâte lisse en présence de liant.

Chacune de ces mesures expérimentales suppose une mise en place particulière qui est caractérisée par un indice de serrage K . Les valeurs de K pour les mesures sur grains et sur poudre sont respectivement de 9 et 6,7.

La connaissance de β_i permet d'atteindre celle de la compacité virtuelle du mélange lorsque la classe i est dominante ; il s'agit de γ_i :

$$\gamma_i = \frac{\beta_i}{1 - \sum_{j=1}^{i-1} [1 - \beta_i + b_{ij} \beta_i (1 - 1/\beta_j)] y_j - \sum_{j=i+1}^n [1 - a_{ij} \beta_i / \beta_j] y_j} \quad (\text{II.32})$$

Où a_{ij} et b_{ij} désignent respectivement l'effet de desserrement exercé par le granulat j sur la classe i et l'effet de paroi subit par le granulat j de la part de la classe i .

Pour un mélange granulaire humide de type béton, l'indice de serrage K (ou compactabilité) est donné par la relation suivante :

$$K = \sum_{i=1}^n K_i = \sum_{i=1}^n \frac{\Phi_i}{1 - \frac{\Phi_i^*}{\Phi_i}} \quad (\text{II.33})$$

avec Φ_i la compacité réelle de la classe i et Φ_i^* la valeur maximale que peut prendre Φ_i lorsque la classe i est dominante, toutes les autres classes demeurant à volume constant (Φ_i^* est calculé par le MEC, pour une valeur K de référence). On note que le rapport Φ_i/Φ_i^*

est calculé par le MEC, pour une valeur K de référence). Le rapport Φ_i/Φ_i^* correspond à la concentration solide relative de chacune des classes de la suspension. Lorsque la compacité

$\Phi = \sum_{i=1}^n \Phi_i$ augmente (depuis zéro) pour atteindre la compacité virtuelle (γ), l'indice de serrage K passe de zéro à l'infini. Il existe alors une valeur unique de K pour chaque niveau de serrage d'un mélange granulaire quelconque (ce mélange atteint alors une certaine compacité Φ).

II.2.2. La ségréabilité des mélanges

La ségrégation est une application déduite de la connaissance de la structure granulaire donnée par le MEC. Elle a été modélisée à partir de nombreux constats expérimentaux [Power 1968], [Dreux et Gorisse 1970], [Popovics 1982], [Neville 1995] cités dans [de Larrard, 2000]. Les notions d'indice de ségrégation (S) et de diagramme de remplissage ($\Phi_i/\Phi_i^* = f$ (tranche des grains)), ont été définies à partir d'un mélange de grains polydispersés (dont les tailles évoluent suivant une suite géométrique de raison λ faible).

Le mélange considéré comprend deux classes de grains, dont l'une, la classe i , n'est pas dominante. Si celle-ci ségrège en se déplaçant vers le bas, on note par S la part ségrégée du volume qui aurait dû être occupée (Figure II.15) :

$$S_i = 1 - \frac{\Phi_i}{\Phi_i^*} \quad (\text{II.34})$$

Le rapport Φ_i/Φ_i^* correspond à la proportion de remplissage de la classe i . La valeur de ce rapport définit la proportion de la classe i qui remplit les vides logiquement réservés à cette classe, dans la porosité des plus gros grains. Plus cette valeur est élevée, et plus le mélange est bien proportionné et stable.

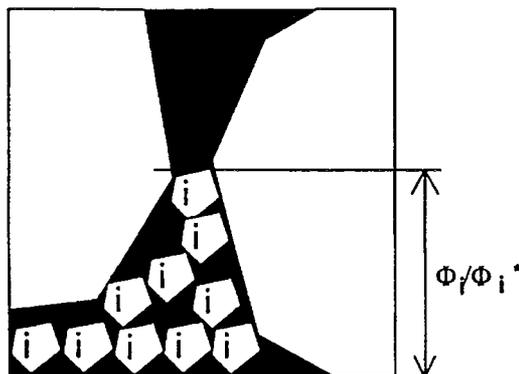


Figure II.15 : Ségrégation de la classe i dans un mélange binaire [de Larrard, 2000]

La tendance à la ségrégation est également influencée par le seuil de percolation défini comme étant la possibilité que possède un grain de taille d_i de se faufiler au travers d'un empilement de grain d_{i+1} . Les grains de taille d_i ne pourront pas ségréger si l'empilement granulaire est bloqué.

Ainsi, le risque de ségrégation des constituants d'un mélange est faible sous deux conditions :

-1- d'une part, on considère un mélange granulaire réel de sphères jointives et l'on note par λ^* le rapport de taille entre deux classes de grains adjacentes. Alors, il faut que la relation implicite (II.35) soit vérifiée pour que les grains de la plus petite classe ne puissent physiquement pas s'infiltrer au travers de l'empilement des grains de la plus grande.

$$\lambda^* = \frac{2}{\sqrt{3}} - \sqrt{\frac{K}{K+1 + \frac{\log(d/D)}{\log(\lambda^*)}}} \quad (\text{II.35})$$

λ^* équivaut à 0,38, lorsque $K=9$ et $d/D= 10^{-4}$.

-2- d'autre part l'empilement de grain est serré ; la compacité est forte grâce à un indice de serrage K élevé. Rappelons qu'un indice de serrage élevé correspond à un béton ferme, tandis qu'un indice faible se rapporte à un mélange fluide. L'indice K et la proportion de remplissage sont liés par la formule :

$$S = 1 - \text{Min}_{1 \leq i \leq n} \left(\frac{K_i}{1 + K_i} \right) \quad (\text{II.36})$$

Ces deux conditions traduisent l'empilement serré.

Le potentiel de ségrégation, S est défini par le plus grand volume ségrégé :

$$S = \text{Max} S_i \quad \text{Pour } 1 \leq i \leq n \quad (\text{II.37})$$

Plus la valeur de S est élevée, plus le volume qui risque de ségréger sera important. Toutefois, une valeur de S élevée n'implique pas forcément une forte ségrégation. Il importe surtout que les écarts de remplissage entre tranches successives soient le plus faible possible.

On peut alors établir le diagramme de remplissage (figure II.16) qui correspond au ratio de remplissage en fonction des tranches granulaires d'amplitude $1/\lambda^* \approx 2,5$.

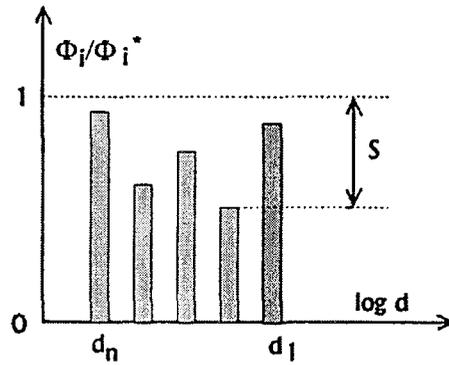


Figure II.16 : Diagramme de remplissage et potentiel de ségrégation [de Larrard, 2000]

II.2.3. Modèle de résistance et de déformation

La prévision des performances mécaniques d'un béton, à un temps t , compris entre 1 jour et 1 an, par le logiciel BétonlabPro 2 se réalise plusieurs étapes successives qui seront décrites en partie IV (Chapitre II):

II.3. CONCLUSION : APPLICATION AU GRES D'ERNZEN RECONSTITUE

On a présenté dans ce chapitre le principe de formulation adopté sur la base de la connaissance des produits à matrice liante hydraulique. En l'occurrence, il s'agit de rechercher une forte compacité dans le but d'obtenir un produit durci de qualité durable. Cette démarche est possible, en amont des essais, par l'utilisation du Modèle d'Empilement Compressible (MEC) et du modèle de stabilité des mélanges, établi par F. de Larrard et son équipe des Ponts et Chaussées. Les proportions optimales qui permettent de satisfaire au mieux les principales caractéristiques du matériau à l'état frais sont obtenues dans la mesure où les propriétés de chacun des constituants sont déterminées. C'est ce que l'on propose de traiter dans le chapitre suivant.

CHAPITRE III

MATERIAUX A DISPOSITION

III.1. CHOIX DES MATERIAUX ET CARACTERISTIQUES

L'expérience de la reconstitution par compression-essorage du grès d'Ernzen en Allemagne, ainsi que les disponibilités des matériaux ont fortement aiguillé le choix des constituants de la pierre artificielle. Un tri s'est imposé car il est bien évident que pour reconstituer le grès d'Ernzen l'esthétique et la similitude avec la pierre naturelle sont primordiales. Les constituants ont donc été choisis en conséquence.

III.1.1. Sables

Deux sables sont à disposition : il s'agit du sable d'Ernzen qui provient du concassage de la roche originelle (sable 1, S1) et d'un sable dit « correcteur » (sable 2, S2).

De par son origine, le premier possède une teinte évidemment identique à celle du grès. Son exploitation est locale et elle permet un recyclage non négligeable des écarts et autres chutes de coupes. Il est produit par concassage et tamisage de la pierre d'Ernzen et il présente donc une forme anguleuse.

Le second est un sable alluvionnaire, de forme arrondie, qui provient de la région de Strasbourg. Il a été sélectionné par l'industriel pour sa teinte rosée. En outre, il est également utilisé en partie, pour la fabrication de dalles de grès reconstitué en Allemagne, et ce avec succès au niveau textural.

III.1.2. Ciment

Pour les mêmes raisons d'ordre esthétique et de similitude avec le grès naturel, il est exclu d'utiliser un ciment courant de couleur grise. Seul un ciment blanc peut être utilisé.

Cependant, en raison des particularités de production qui impliquent un surcoût non négligeable au cimentier (élimination quasi totale des oxydes de fer, présents à hauteur de 2 à 5 % dans les ciments courants), ces ciments ne sont pas répandus. Une restriction de choix du ciment s'est donc naturellement imposée. Dans un rayon de 150 km de la carrière d'Ernzen,

seuls 5 ciments blancs sont produits : 3 en Belgique par CBR (un type CEM I et deux CEM II), et 2 CEM I en Allemagne par Dyckerhoff.

En France, Lafarge et Calcia produisent également ces ciments mais leurs sites de production sont trop éloignés du Luxembourg, pour envisager leur utilisation à un prix concurrentiel à celui des cinq ciments précédents. On donnera toutefois leur fiche de caractérisation.

III.1.3. Ajouts minéraux

L'amélioration des propriétés des produits fabriqués peut être obtenue par l'augmentation de la compacité. Les résistances mécaniques et de durabilité s'en trouvent aussitôt positivement influencées. C'est en particulier dans l'objectif d'assurer une durabilité optimale vis à vis du gel avec et sans sels de déverglaçages, et éventuellement pour limiter la formation de mousses et d'algues que plusieurs additions minérales ont été testées.

Trois additions minérales ont été sélectionnées : des fillers calcaires, des fillers siliceux et des fumées de silice non condensées.

Plusieurs auteurs [Regourd 1986], [Chloup-Bondant 1996], [Caré et Al, 2000] ont pu constater que les fillers (surtout de nature calcaires) possèdent un caractère de liant hydraulique par la formation de carbo-aluminates de calcium, un effet accélérateur de durcissement, ainsi qu'un effet stabilisateur par augmentation de la surface spécifique et diminution du ressuage. De plus, Caré et al [Caré et al, 2000] ont montré que les additions calcaires ou siliceuses ont un effet positif sur la perméabilité des mortiers durcis, et un effet négatif sur les propriétés de gel-dégel, de résistance à l'écaillage, ainsi que sur l'absorption par capillarité.

Il a toutefois semblé utile d'effectuer quelques essais avec ces fillers, afin de compacter le squelette granulaire, et ainsi diminuer la porosité du matériau pour permettre de limiter la pénétration des sels de déverglaçage lors des essais de gel et ainsi réduire l'écaillage.

Les fillers sont des poudres fines (grains inférieurs à 80 μm) de roches broyées, introduites à hauteur de 5 à 15 % par rapport à la masse du ciment. Il a été fait appel en grande partie à la société Piketty (Paris) qui a l'avantage de disposer d'une large gamme de produits.

Avec le même objectif d'augmentation de la compacité des mélanges, des fumées de silice non condensées ont été utilisées. Leur présence entraîne une amélioration des résistances mécaniques, de part leur nature amorphe qui les rend très réactives.

Les fumées de silice ou microsilices sont constituées de particules plus petites que les grains de ciment avec un diamètre moyen de l'ordre de $1/10^{\text{ème}}$ de micron. Elles peuvent être utilisées telles quelles sous une forme très pulvérulente, ou condensées. Ce sont des fumées de silice blanches non condensées qui ont été utilisées (Péchiney Electromécanique, Angleurfort).

En outre, un pigment minéral de couleur ocre de la société Bayer (Allemagne) a été utilisé pour approcher la teinte de la pierre naturelle.

III.1.4. Adjuvants

Le choix d'utiliser un adjuvant type fluidifiant-réducteur d'eau s'est imposé pratiquement dès les premiers essais car le procédé imaginé impose au mortier frais une consistance relativement fluide. Or, si cette fluidité n'est obtenue qu'avec de l'eau, il se produit une suspension des grains qui induit une certaine ségrégation. La propriété bien connue des plastifiants est de réduire la quantité d'eau nécessaire à l'obtention d'un mortier fluide. Par leur utilisation, il est alors possible de réduire la durée de l'étape d'essorage car l'eau excédentaire à extraire est plus faible. En outre, on constate expérimentalement qu'ils permettent de réduire les défauts engendrés par la remontée des bulles d'air (Partie III, Chapitre III). Ces adjuvants proviennent des sociétés Tillman (fournisseur habituel des centrales à bétons Feidt), Sika et Chryso.

D'autres adjuvants ont été testés : il s'agit d'un anti-retrait (Eclipse de Grace) pour freiner le développement d'un retrait de dessiccation trop important ainsi que d'un entraîneur d'air pour réduire les risques de dommages causés par le gel.

III.1.5. Fibres synthétiques

Des fibres synthétiques (Fortafibres) en polypropylène très fines et de longueur inférieure à 1 cm ont été utilisées pour la fabrication d'un bloc, afin de limiter les phénomènes de retrait dus à la dessiccation. Elles n'ont pas fait l'objet de caractérisations particulières et ont été introduites à hauteur de 1 kg/m^3 (dosage recommandé par le fabricant).

III.2. COMPOSITION ET PROPRIETES DES MATERIAUX

III.2.1. Sables

a) Teneur en carbonate de calcium

Le taux de CaCO₃ des sables a été mesuré par calcimétrie à l'aide du Calcimètre de Bernard.

Il consiste en une attaque de l'échantillon de sable par l'acide chlorhydrique 0,5 N.

La réaction chimique qui se produit est la suivante :



La mesure du volume de CO₂ dégagé permet de déterminer la teneur en CaCO₃ contenue dans l'échantillon. Chaque essai est renouvelé trois fois afin d'obtenir une moyenne représentative (tableau II.3).

b) Coefficient d'absorption d'eau

Le coefficient d'absorption d'eau des sables est un paramètre intéressant à connaître pour la formulation des mortiers. En effet, une partie de l'eau de gâchage est absorbée par les sables et se trouve alors indisponible à la fois pour les réactions d'hydratation, et pour la fluidification du mortier frais. Le coefficient d'absorption sert à quantifier cette eau, et donc à préciser la formulation du mortier.

L'essai (norme NF P18-555) consiste à soumettre l'échantillon de sable, préalablement saturé d'eau, à un flux d'air chaud (par exemple un sèche-cheveux) jusqu'à ce qu'il soit juste sec en surface, c'est-à-dire qu'il soit dans un état imbibé surface sèche. On considère que le sable est dans cet état d'humidité particulière lorsque le dôme de sable compacté que l'on forme à l'aide d'un moule conique s'affaisse lors du démoulage.

La relation permettant de calculer le coefficient d'absorption d'eau est la suivante :

$$Ab = 100 \frac{(M_a - M_s)}{M_s} \quad (\text{II.38})$$

Où M_a est la masse de l'échantillon imbibé surface sèche, et M_s la masse de l'échantillon sec.

c) Teneur en eau

La teneur en eau des constituants de la pierre et en particulier des sables est un paramètre important à considérer lors des essais. La quantité d'eau qu'ils contiennent, constitue un apport d'eau qui va jouer le même rôle que celui introduit lors du gâchage (si on fait abstraction de l'absorption d'eau des sables) : c'est-à-dire fluidifier la gâchée, hydrater le ciment ou participer à la porosité.

La teneur en eau des sables varie fortement en fonction des conditions climatiques lors du concassage et des conditions de stockage. En usine, les sables sont stockés dans des « big bag » d'1 tonne et leur teneur en eau peut varier fortement d'un big bag à l'autre et même très souvent à l'intérieur d'un même big bag, surtout s'ils ont été stockés à l'extérieur. A titre indicatif, au cours de ces trois années d'essais, la teneur en eau du sable d'Ernzen a varié de 0 à 15 %, parfois lors de la fabrication d'une même pierre. Ces variations influencent de façon significative la formule et peut engendrer des erreurs importantes dans les calculs de formules (Partie IV). Lors de la confection des pierres, les teneurs en eau sont évaluées sur place (au micro-onde), et un échantillon est prélevé pour vérification au laboratoire à Nancy.

La teneur en eau des sables est donnée par la relation suivante :

$$w = 100 \frac{(M - M_s)}{M_s} \quad (\text{II.39})$$

Où M_s est la masse sèche après étuvage à 105 °C, et M la masse de l'échantillon tel qu'il est utilisé pour les essais.

d) Masses volumiques

Il existe plusieurs types de masses volumiques : masse volumique absolue ρ_a , masse volumique réelle ρ_r , masse volumique imbibée ρ_{ri} , masse volumique en vrac, etc... . Elles diffèrent les unes des autres suivant que l'on tient compte des vides contenus dans, ou entre les grains. Pour nos essais, seules les masses volumiques absolue, réelle et en vrac ont été déterminées.

La masse volumique absolue est celle de la matière au sens strict, qui exclut donc toute forme de vides intra ou intergranulaire. Elle est obtenue à l'aide d'un pycnomètre, après avoir détruit la structure de la roche par broyage.

La densité absolue est donnée par la relation suivante :

$$\rho_a = \rho_{\text{eau}} \frac{M}{M_s + M_2 - M_1} \quad (\text{II.40})$$

Où M_s est la masse de l'échantillon séché ; M_1 , la masse du pycnomètre ; et M_2 , la masse du pycnomètre rempli d'eau.

La masse volumique réelle prend en compte le volume du matériau tel quel, c'est-à-dire, comprenant une porosité interne accessible ou non. Elle correspond au rapport de la masse sèche à son volume réel.

$$\rho_r = \frac{M_s}{(M_a - M'_a)} \quad (\text{II.41})$$

Où M_s , M_a et M'_a correspondent respectivement à la masse sèche, masse saturée d'eau et la masse en pesée hydrostatique de l'échantillon.

La masse volumique en vrac prend en compte le matériau en incluant la porosité interne et les espaces présents entre les grains. Elle est calculée en mesurant le volume qu'occupe une masse donnée de matériau mis en place avec une certaine intensité. Elle a été mesurée dans le cadre de l'essai de compacité (§ III.4) suivant le protocole proposé par [de Larrard, 2000].

e) Résultats

On a reporté les résultats dans le tableau II.3.

Tableau II.3 : Propriétés physiques des sables

Propriétés	Unités	Sable d'Ernzen S1	Sable correcteur S2
Teneur en CaCO_3	%	28	0
Coefficient d'absorption	%	1,49	0,21
Masse volumique absolue	T/m^3	2,65	2,68
Masse volumique réelle	T/m^3	2,55	2,63
Masse volumique en vrac	T/m^3	2,17	2,24

Le sable correcteur ne comporte pas de carbonate de calcium : il est intégralement siliceux. Le sable provenant du grès d'Ernzen, par contre, présente une teneur en carbonate de calcium de 28 %. Lors du concassage, les grains sont séparés les uns des autres mais gardent une gangue calcaire qui provient de la matrice cimentaire de la roche. En outre, on a remarqué que la partie fine comporte 50 % de carbonate de calcium.

L'absorption des sables est différente en raison de la nature même des granulats : le sable S1 présente un coefficient d'absorption relativement élevé (1,49) par rapport à S2 (0,21).

La masse volumique absolue révèle que le sable S2 est plus compact que le sable S1, ce qui rejoint les valeurs d'absorption d'eau.

La masse volumique réelle du sable d'Ernzen est de $2,55 \text{ kg/m}^3$, et celle du sable correcteur de $2,63 \text{ kg/m}^3$. En raison de la constitution minéralogique du sable d'Ernzen (70 % de silice –30 % de calcaire pour les gros grains et 50 % de silice –50 % de calcaire pour les grains plus fins), la valeur $2,55 \text{ kg/m}^3$ est une moyenne des masses volumiques de toutes les coupures granulaires du sable.

Enfin, la masse volumique en vrac du sable correcteur est supérieure à celle du sable d'Ernzen, ce qui suppose qu'il présente une compacité supérieure.

III.2.2. Ciments

Le tableau II.4 présente la composition, ainsi que les principales propriétés physiques (densité, surface spécifique Blaine) des ciments blancs choisis. Ces données ont été fournies par les producteurs.

Les différences entre les ciments provenant de la même société sont signalées par leur dénomination (CEM I ou II pour les ajouts minéraux ; 32.5, 42.5 ou 52.5 pour leur performance mécanique minimale à 28 jours).

On peut remarquer que d'une cimenterie à l'autre des écarts existent concernant notamment la teneur en C_3A . Les cimenteries CBR et Calcia produisent des ciments dont la teneur en C_3A est supérieure à 10 %, tandis que les ciments provenant de Lafarge présentent une teneur en C_3A aux alentours de 5%. Pour limiter les éventuelles élévations de température, on pourra avoir recours aux ciments blancs de Lafarge.

Tableau II.4 : Liste et composition des ciments blancs

Propriétés	Unités	CBR BENOR			DYCKERHOFF		LAFARGE			CALCIA	
		CEM I 42.5 LA	CEM I 52.5 R LA	CEM II /A-M 42.5	CEM I 42.5 dw	CEM I 52.5 sw	CEM I 42.5 PM CP2	CEM I 52.5 CP2	CEM II/B 32.5 R (L) CP2	CEM I 52.5 CP2 NF"SB "	CEM I 52.5 R NF "THRI " "SB"
Finesse	cm ² /g	3140	4900	4700	3680- 3700	3900- 4.060	3290	4540	4830	4000	4550
Masse volumique (réelle)	T/m ³	3.1		3	3.1	3.1	3.1	3.1	3.03	3.06	3.08
Perte au feu	%	3.1	2.6	8.6	3.1	2.5	1.69	1.84	10.19	2.6	1.7
Résidus insolubles	%	0.115	0.15	0.3	0.2	0.2	0.28	0.23	1.36	0.48	0.34
Chlorures	%	<0.1		<0.1	0	0.007	0.01	0.01	0.01	< 0.007	< 0.007
SiO ₂	%	22.1	22.3	18.6	21.8	22.05	23.7	23.6	20.04	22.02	22.05
Al ₂ O ₃	%	3.7	3.7	3	3.99	3.98	2.25	2.41	1.73	4.26	4.46
Fe ₂ O ₃	%	0.4	0.4	0.4	0.21	0.22	0.31	0.4	0.25	0.29	0.31
CaO	%	67.2	67.1	65.1	66.6	67.06	67.6	67.3	64.42	66.61	67.4
SO ₃	%	2.7	3	2.3	2.8	2.5	2.33	2.36	2.19	2.92	2.7
Na ₂ O équivalent	%	0.18	0.17	0.16	0.08	0.06	0.25	0.24	0.24	0.01	0.01
MgO	%	nd	nd	nd	0.66	1.6	0.48	0.5	0.46	0.65	0.69
K ₂ O	%	nd	nd	nd	0.57	0.27	0.72	0.71	0.6	0.09	0.07
C ₃ S	%	61.8	61.8	61.8	nd	nd	63.04	62.90	48.00	nd	nd
C ₂ S	%	23.4	23.4	23.4	nd	nd	19.81	20.15	17.13	nd	nd
C ₃ A	%	10.9	10.9	10.9	nd	nd	5.32	5.31	4.16	11.7	11.7
C ₄ AF	%	1.3	1.3	1.3	nd	nd	0.84	0.85	0.77	1	1
Additions		Oui	Oui	Oui	Non	Non	Non	Non	Oui	Non	Non
Nature		Craie	Craie	Craie					Calcaire		
Taux	%	4	4	20					22		
Finesse	cm ² /g	10 000	10 000	10 000					nd		
Masse volumique	T/m ³			2.65					nd		
R 2 jours	N/mm ²	26.1	38	30.4	23.5	35.4		30.5	20.7	36	46
R 3 jours	N/mm ²	33.2		36.9							
R 7 jours	N/mm ²	42	52	39	42.1	53.1	37.4	46	32.8	58.5	65
R 28 jours	N/mm ²	58.9	65	53.9	60.1	67.3	56.1	62.1	46.2	72	74

III.2.3. Ajouts minéraux

La densité de ces produits, ainsi que celle du pigment colorant, et les surfaces spécifiques Blaine sont des données qui ont été fournies par les fabricants et utilisées telles quelles dans les formulations (tableau II.5).

Tableau II.5 : Propriétés physiques des additions minérales

Provenance	Nature	Densité (T/m ³)	Surface spécifique (cm ² /g)
Piketty	Fillers calcaire A	2.70	2900
	Fillers calcaire B	2.70	2900
	Fillers calcaire C	2.70	2900
Feidt	Fillers siliceux	2.25	2900
Péchiney	Fumée de silice	2.25	34000
Bayer	Pigment minéral	4.10	Non communiqué

III.2.4. Adjuvants

a) Les plastifiants/superplastifiants

Les molécules qui constituent généralement les adjuvants type plastifiants/superplastifiants sont de quatre types :

- Lignosulfonate
- Naphtalène sulfonée formaldéhyde
- Mélanine sulfonée formaldéhyde
- Polyacrylate

Ces molécules s'accrochent aux fines particules de ciment (et éventuellement aux particules des ajouts minéraux tels que les fillers) et par répulsion électrostatique ou par encombrement stérique, les empêchent de s'agglomérer en floccs [Malhotra, 1979 ; Collepardi, 1980 ; Taylor, 1990]. Cette défloculation modifie les propriétés rhéologiques du produit à l'état frais, et permet de réduire la quantité d'eau de gâchage nécessaire à une consistance donnée. Ainsi, on constate en général une amélioration des performances mécaniques due à la réduction d'eau.

Le dosage de ces produits est délicat et des essais en laboratoire sont indispensables pour définir la dose de saturation. On peut également s'assurer de la compatibilité du produit avec le ciment utilisé en vérifiant qu'un raidissement du mélange granulaire ne survient pas brusquement ou si des effets secondaires tels que des retards de prises ne se manifestent pas.

En général, ces incompatibilités sont rares et les effets secondaires sont signalés par les fabricants. L'adjuvant le plus fréquemment utilisé est l'OFT3 de Tillman à base de lignosulfonate. L'Optima 100 de Chryso est un fluidifiant nouvelle génération à base de phosphonate modifié qui a également été testé. Deux autres fluidifiants ont été utilisés une seule fois, et n'ont pas subi d'essais préalables en laboratoire ; il s'agit de ONS 1000 de Tillman qui est un adjuvant autoplaçant et Viscocrete 3010 de Sika.

On s'est attaché à définir la dose de saturation des fluidifiants OFT3 (Tillman) et Optima 100 (Chryso) suivant le protocole expérimental proposée par F. de Larrard et Al [de Larrard et Al, 1996], pour la formulation des Bétons Hautes Performances. Effectuée sur coulis ou sur mortiers fins (0/2), cette méthode permet de déterminer la dose d'adjuvant qu'il est nécessaire d'utiliser pour obtenir une fluidité telle qu'un dosage plus important ne permet pas d'augmenter de façon significative.

Les mélanges ont pour formule un dosage en ciment de 540 kg/m^3 , un rapport sable d'Ernzen/sable correcteur (S1/S2) de 85/15 et un rapport S/C équivalent à 2,60. Cette composition granulaire s'apparente à celle retenue pour la fabrication des pierres reconstituée. Les 4 ciments choisis pour la fabrication des pierres ont été testés (CEM I et CEM II de CBR et CEM I 42.5 et CEM II 52.5 de Dyckerhoff) avec le fluidifiant. Seuls les ciments type CEM I ont été testés en présence de l'Optima 100.

Les résultats obtenus sont sous la forme de graphiques (figures II.17 et II.18) dont l'ordonnée représente le temps d'écoulement au cône de Marsh (ajutage à 10 mm), et l'abscisse le dosage en superplastifiant (en extrait sec) par rapport au ciment. La dose de saturation correspond à l'abscisse du point tangent à droite D (en rouge) de pente 2/5 (hypoténuse d'un triangle de base 1 % et de hauteur 0,4 unité logarithmique). Pour une lecture plus lisible, l'échelle logarithmique n'a pas été appliquée à l'ordonnée.

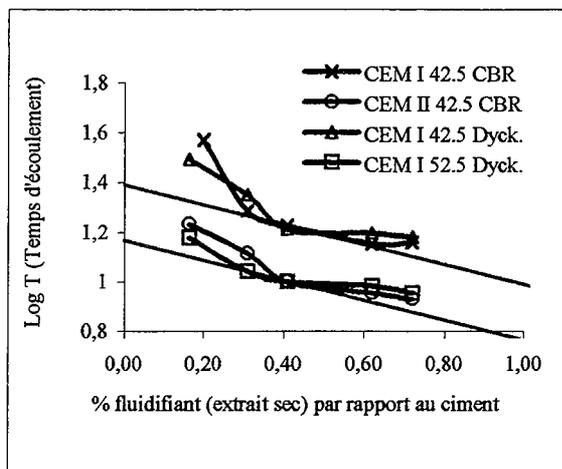


Figure II.17 : Dose de saturation de l'OFT3

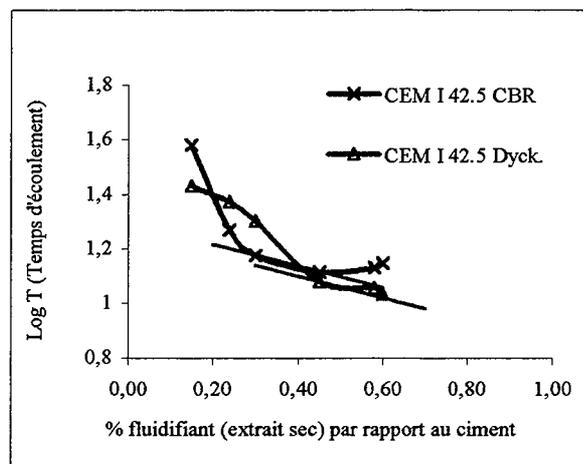


Figure II.18 : Dose de saturation de l'Optima 100

On voit que le dosage de saturation du fluidifiant OFT 3 est de 0,4 % d'extrait sec par rapport au ciment, et ce quel que soit le ciment utilisé. Le dosage de saturation de l'Optima 100 avec le CEM I 42,5 CBR est de 0,3 %. Avec le ciment CEM I 42,5 Dyckerhoff, le dosage de saturation est de 0,45 % d'extrait sec.

b) L'anti-retrait

Les adjuvants réducteurs de retrait (de dessiccation) font l'objet de recherches depuis 1980 au Japon et aux Etats Unis [Shah et Al, 1992 ; Weiss et Al., 1998a, 1998b, 1999 ; Gettu et Al., 1999]. L'Eclipse, de Grace Constructions Products, permet de réduire de façon notable le retrait de dessiccation des mortiers et bétons [Weiss et Al., 1998a, 1998b, 1999]. Il est constitué d'un polymère d'ester de propylène glycol et agit sur la tension superficielle de l'eau. En réduisant celle-ci, les tensions capillaires existant dans la structure poreuse du béton frais s'en trouvent réduites ainsi que les déformations dues au retrait.

Ce type de produit réduit le volume des macropores des pâtes de ciment, la perméabilité du béton et les fissures dues au retrait empêché. En outre, il entraîne un léger retard de prise, et semble avoir une action fluidifiante. Il entraîne, de plus, une diminution de la température adiabatique lors de l'hydratation ainsi qu'une diminution des résistances à 28 jours. Des éprouvettes de bétons adjuvantés par l'anti-retrait Eclipse à hauteur de 1,5 et 2 % développent un retrait plus faible de 40 % à 50 % que le témoin [Gettu et Al., 1999].

Au vu de ces résultats, on a choisi un dosage de 2 % par rapport au ciment.

c) L'entraîneur d'air

Ces adjuvants ont la propriété de former des bulles d'air dans le béton de diamètre maximal inférieur à 0,2 mm. Il est largement admis aujourd'hui que ce réseau de bulles d'air agit comme autant d'exutoires pour l'eau au moment de sa transformation en glace lors des cycles de gel. Le facteur d'espacement moyen (\bar{L}), qui représente la demi-distance moyenne entre la paroi de 2 bulles d'air, ne doit pas excéder une certaine valeur (en moyenne de 0,5 mm pour un béton courant) pour que le béton ne soit pas endommagé par les cycles de gel. En ce qui concerne l'écaillage de surface causé par les sels de déverglaçages rappelons que le facteur d'espacement est une condition nécessaire mais non suffisante pour garantir la durabilité [Pleau, 1998].

Le tableau II.6 rassemble les propriétés des adjuvants utilisés.

Tableau II.6 : Liste et propriétés des adjuvants utilisés

Provenance	Nom	Type d'adjuvant	Densité	Extrait sec %	Dosage conseillé en % par rapport au ciment		Dosage retenu en % d'extrait sec par rapport à la masse du ciment
					Tel quel	En extrait sec	
Tillman	OFT 3	Superplastifiant	1,19	40	0,4-2	0,18-0,91	0,4
	ONS 1000	Superplastifiant auto-compactant	1,06	39	1 -1,5	0,73-0,97	0,8
Chryso	Optima 100	Superplastifiant	1,06	30	0,3 - 5	0,14-2,43	0,3-0,45
	Chrysoair G100	Entraîneur d'air	1	3.5	0,04 - 0,6	0,02-0.3	0,2
Grace	Eclipse	Anti-retrait	1	0	1 - 2	0,02-0,4	2

III.3. GRANULOMETRIE

III.3.1. Sables

La granulométrie des sables d'Ernzen et correcteur a été déterminée par deux méthodes selon la taille des particules. La partie fine, en l'occurrence celle inférieure à 80 μm , a été analysée par sédimentométrie, tandis que la partie plus grenue par tamisage sous eau.

a) Granulométrie des grains supérieurs à 80 μm

Le tamisage a été réalisé avec des tamis à maille carrée, suivant la norme française P18-560, par voie humide dans un premier temps, puis à sec après passage à l'étuve des fractions.

L'eau du tamisage est récupérée, car elle contient les particules fines (inférieures à 80 μm). Les courbes granulométriques des sables sont présentées dans le graphique II.19.

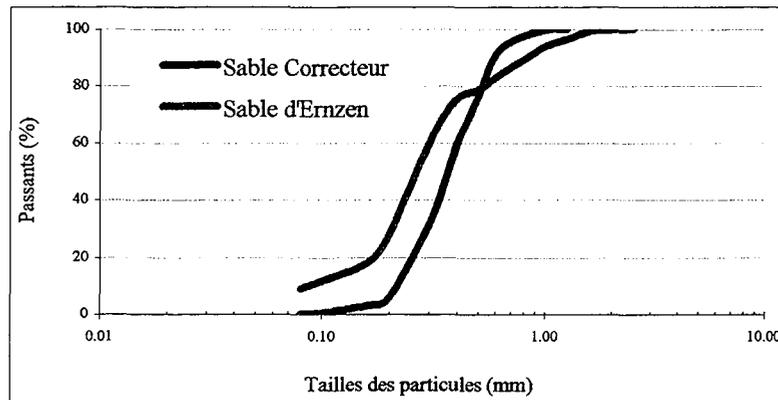


Figure II.19 : Courbes granulométriques des sables utilisés pour la fabrication de la pierre d'Ernzen

La courbe granulométrique du sable correcteur s'étale de 0,08 à 0,63 mm. Il ne contient pas de particules inférieures à 80 μm . Il est constitué essentiellement de grains de 0,4 mm. Son module de finesse est relativement faible, il est de 1,63.

Le sable d'Ernzen présente une courbe granulométrique un peu plus étalée que celle du sable correcteur. La taille des plus gros grains du sable d'Ernzen est de 1,25 mm, et sont présents à hauteur de 4 %. Il possède 9 % de particules fines. Le module de finesse plus faible encore que le sable correcteur, est de 1,23.

b) Granulométrie des particules inférieures à 80 μm ; la sédimentométrie

C'est une technique qui permet de dresser la courbe granulométrique des particules inférieures à 80 μm . Son principe repose sur la loi de Stokes qui décrit la vitesse de décantation des particules dans un liquide au repos, vitesse qui est directement fonction du diamètre des particules. Cette loi n'est plus valable sur des particules inférieures à 1 μm , car elle est faussée par le mouvement brownien.

L'essai a été réalisé uniquement sur les 9 % de particules inférieures à 80 μm que comporte le sable d'Ernzen. Le graphique II.20 superpose la courbe granulaire des particules fines du sable d'Ernzen avec et sans défloculant (hexamétaphosphate de sodium). Les floccs de la partie fine du sable d'Ernzen sont de taille supérieure à 15 μm . Ceux-ci se désagrègent sous l'action du défloculant. Il subsiste alors plus de 10% de particules inférieures à 1 μm .

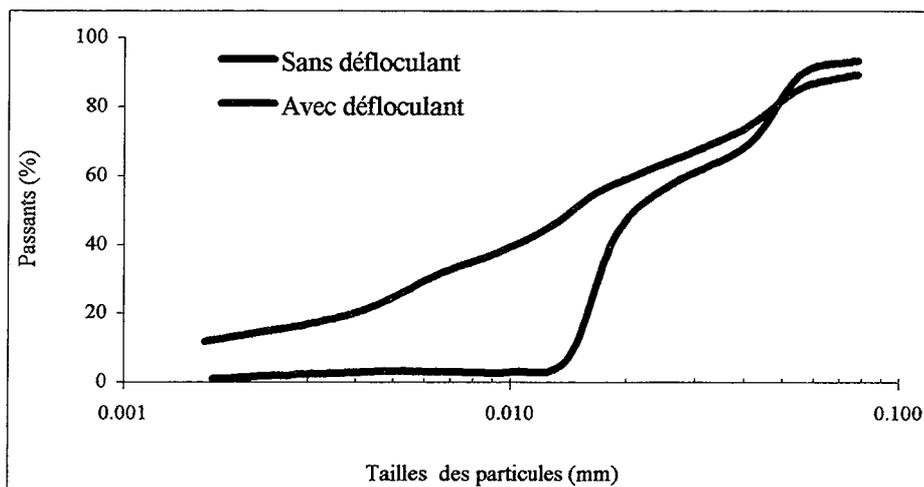


Figure II.20 : Granulométrie des particules fines du sable d'Ernzen

III.3.2. Ciments et ajouts minéraux

La granulométrie des ciments (figure II.21) et des fillers (figure II.22) ont été fournies par les producteurs et utilisées telles quelles lors des formulations, bien que la nature du milieu dans lequel ces particules sont dispersées ainsi que les caractéristiques des granulomètres LASER peuvent parfois entraîner des fluctuations.

Les ciments type CEM I ont une distribution granulométrique quasi identique quelque soit leurs provenances. On remarque, par contre, des différences notables en ce qui concerne les ciments type CEM II. De part leur composition qui intègre des fillers à hauteur d'environ 20 % (comme l'autorise la norme NFP 15-301), ces ciments sont composés de particules plus fines.

Les fillers calcaires présentent pratiquement la même distribution granulométrique ; les fillers siliceux se distinguent par une quantité plus importante de particules proches de 0,01 mm.

La courbe granulométrique des fumées de silice est difficile à évaluer de façon précise, et ce, en raison, des limites de mesure des granulomètres LASER. On a donc simulé la granulométrie en se basant sur leur surface spécifique (34 000 cm²/g, tableau II.5) [F. de Larrard, 1998].

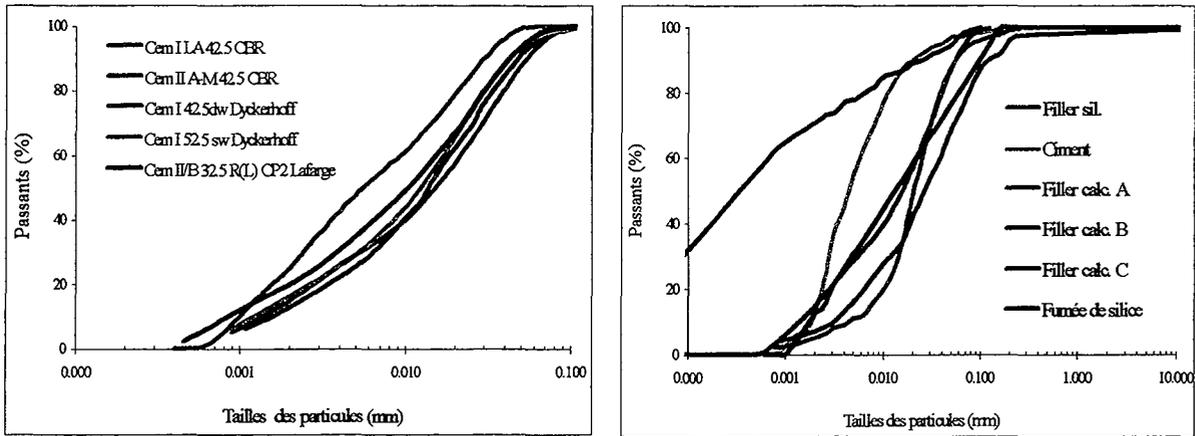


Figure II.21 et II.22 : Granulométrie des ciments des ajouts utilisés

III.4. COMPACTITE

La compacité d'un mélange granulaire peut être prévue par l'utilisation d'un modèle de compacité ou plus spécifiquement du Modèle d'Empilement Compressible (MEC). Rappelons que l'utilisation de ce modèle nécessite la connaissance de la granulométrie des constituants et des compacités virtuelles β_i de chaque tranche granulaire. Ces dernières sont déduites de la réelles α_i de chaque tranche déterminée par une mesure expérimentale qui dépend de la taille des particules (supérieures ou inférieures à 80 μm).

On établit alors une « fonction compacité propre » qui décrit la compacité réelle α_i en fonction de la taille des grains. Ces fonctions sont toutes d'équation :

$$\alpha_i = a \log(d_i) + b \quad (\text{II.42})$$

Connaissant la granulométrie et les valeurs des coefficients a et b, on déduit la compacité virtuelle β_i du mélange granulaire testé, par la relation implicite suivante :

$$\beta_i = \left(1 + \frac{1}{K} \right) \alpha_i \quad (\text{II.43})$$

Où K correspond à l'indice de serrage propre au protocole expérimental suivi.

a) Compacité des grains supérieurs à 80 μm : les sables

La mesure de compacité des grains supérieurs à 80 μm a été réalisée sur chaque coupure granulaire. Une certaine masse M_s d'une tranche granulaire du sable sec et de masse volumique réelle ρ_r est placée dans un cylindre de section S fixé sur une table vibrante. Celle-ci émet une vibration d'environ 60 Hz pendant deux minutes tandis qu'une pression de 10 kPa est appliquée sur la surface de l'échantillon à l'aide d'un piston. L'indice de serrage correspondant est égal à 9. Le volume solide des grains est déduit de la hauteur (h) finale de l'échantillon. La compacité réelle confinée est donnée par la relation suivante :

$$\alpha_i = \frac{M_s}{Sh\rho_r} \quad (\text{II.44})$$

Le volume solide du milieu «infini», est relié à α_i par un coefficient correcteur q_i qui prend en compte l'effet de paroi.

La figure II.23 présente la compacité réelle non confinée du sable d'Ernzen obtenue en considérant la masse volumique réelle obtenue par la norme NF 18 555 (tableau II.3). Une césure de compacité apparaît nettement aux alentours des grains de taille 0,4 mm. Conformément aux constatations de Lecomte et al [Lecomte et al.,1999] cette césure est expliquée en partie par une différence de densité et de morphologie des grains. La figure II.24 présente la compacité réelle non confinée du sable après correction des masses volumiques. Les gros grains supérieurs à 0,4 mm sont considérés comme du grès et sont donc affectés de la même masse volumique 2,20 kg/m^3 (tableau II.3). Les grains plus fins sont affectés d'une masse volumique de 2,66 kg/m^3 telle que la moyenne pondérée de toutes ces valeurs soit la masse volumique réelle du sable obtenue suivant les essais normalisés, c'est-à-dire 2,55 kg/m^3 .

Le sable correcteur ne présente pas cette particularité, la fonction est quasiment linéaire.

Les fines inférieures à 80 μm constituant le sable (9 %) ont été considérées comme ayant une compacité dont la fonction est le prolongement de la compacité des grains plus gros. On a considéré que cette approximation n'avait que peu de conséquences.

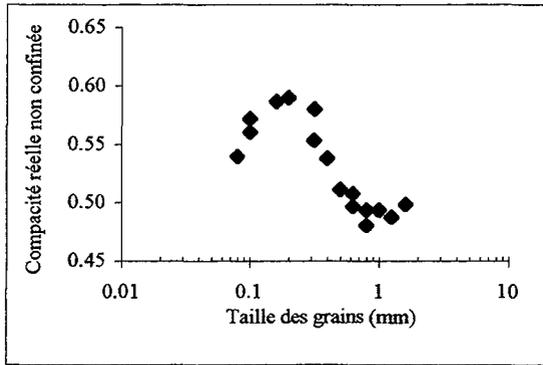


Figure II.23 : Compacité du sable d'Ernzen avant correction de la masse volumique

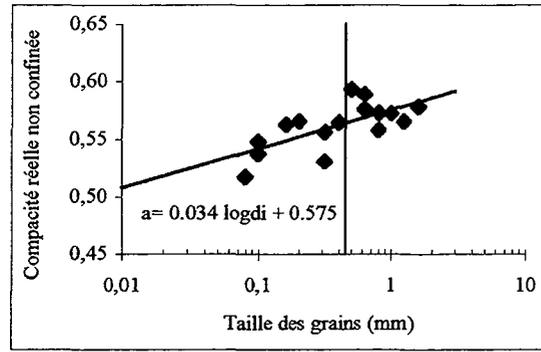


Figure II.24 : Compacité et fonction compacité propre du sable d'Ernzen, après correction de la masse volumique

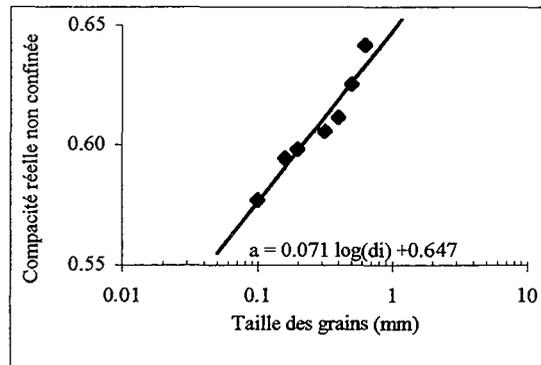


Figure II.25 : Compacité et fonction compacité propre du sable correcteur

b) Compacité des poudres : les ciments et les ajouts minéraux

La mesure de la compacité des ciments et autres matériaux constitués de particules inférieures à 80 μm est comparable à celle qui concerne les grains de tailles supérieures à 80 μm . Il s'agit de mesurer le volume solide Φ_m par une phase expérimentale qui doit être réalisée avec des fines compactées par une intensité connue. Comme il n'est pas facile de séparer les fines en tranches élémentaires, la mesure de la compacité se fait sur l'intégralité du produit, et les fonctions compacité propre sont alors considérées comme uniformes (la valeur de a est nulle, relation II.54).

Par convention, la compaction de référence est obtenue lorsque le mélange constitué d'une masse M_s (au moins 350 g) de produit sec et d'une masse E d'eau atteint par un malaxage à vitesse rapide (dans un malaxeur normalisé) l'état de « pâte lisse ».

Cet état correspond à l'instant où le mélange passe d'un état de terre humide à un état de pâte homogène. A ce moment, on admet que les interstices entre les grains sont juste emplis d'eau et que les particules commencent à être suspendues dans la phase aqueuse.

Dans ce cas, la compacité globale (ou le volume solide) de la poudre est déterminée par l'équation suivante :

$$\Phi_m = \frac{1}{1 + \rho_a \frac{W}{M_s}} \quad (\text{II.45})$$

où ρ_a est la densité absolue de la poudre déterminée au pycnomètre.

L'état de pâte lisse est obtenu avec une quantité plus faible d'eau lorsque celle-ci contient une dose de fluidifiant A% exprimée par rapport à M_s , du fait de la défloculation des particules. L'adjuvant étant conditionné en phase liquide, il faut tenir compte de sa teneur en eau w_{adj} . L'équation devient alors :

$$\Phi_m = \frac{1}{1 + \rho_a \left(\frac{W}{M_s} + \frac{A\%}{1 + 1/W_{adj}} \right)} \quad (\text{II.46})$$

Tableau II.7 : Compacité des fines

Provenance	Type de produit	Adjuvant		e/c	Compacité globale (Φ_m)	Compacité mono dimensionnelle (β_i)
		N°	Dosage			
CBR	CEM I 42.5 LA	x	x	0.24	0.5733	0.385
		OFT3	0.4	0.22	0.5967	0.405
		Optima 100	0.3	0.20	0.6200	0.425
	CEM II A-M 42.5	x	x	0.26	0.5567	0.380
		OFT3	0.4	0.24	0.5750	0.400
Dyckerhoff	CEM I 42.5 dw	x	x	0.25	0.5633	0.392
		OFT3	0.4	0.22	0.5900	0.415
		Optima 100	0.3	0.21	0.6067	0.428
	CEM I 52.5 sw	x	x	0.23	0.5800	0.403
		OFT3	0.4	0.20	0.6100	0.403
Lafarge	CEM II 32.5	x	x	0.23	0.5867	0.390
		OFT3	0.4	0.21	0.6133	0.411
Pyketty	Fillers calcaires A	OFT3	0.4	0.18	0.6733	0.530
	Fillers calcaires B	OFT3	0.4	0.21	0.6367	0.439
Feidt	Fillers calcaires C	OFT3	0.4	0.27	0.5800	0.385
	Fillers siliceuses	OFT3	0.4	0.38	0.5333	0.400
Pechiney	Fumées de silice	Source F. de Larrard			0.5567	0.432

Le tableau II.7 présente les résultats des essais. On peut y lire les compacités globales déduites directement des essais et les compacités monodimensionnelles β_1 obtenue sans et avec adjuvant (dosé à saturation).

III.5. CONCLUSION

On a présenté dans ce chapitre le choix, la composition et les propriétés des matériaux utilisés. On a vu que les sables entrant dans la composition de la pierre reconstituée sont nécessairement très fins (taille maximale de 1,2 m) pour que le produit fini ait l'apparence et la texture du Grès d'Ernzen. On a déterminé leur granulométrie et leur compacité. Pour les mêmes raisons, on a choisi des ciments de teinte blanche. Les ciments CBR ont été largement utilisés en raison de la proximité de leur production. Ils présentent une teneur en C_3A supérieure à 10%. Des additions minérales (fillers calcaires ou siliceux et fumées de silice) ont également été utilisées afin d'augmenter la compacité des mélanges. Enfin, on a eu recours à des adjuvants type fluidifiants, dont on a déterminé les doses de saturation (OFT3, Tillman et Optima 100, Chryso), ainsi que d'un adjuvant anti-retrait (Eclipse, Grace), d'un entraîneur d'air (Chrysoair) et de fibres synthétiques.

CONCLUSION DE LA PARTIE II

Cette partie a eu pour objectif l'étude des spécifications relatives à la fabrication de la pierre reconstituée d'Ernzen et la présentation des outils théoriques et des matériaux à disposition pour répondre au cahier des charges.

Le premier chapitre a permis de spécifier les propriétés mécaniques de la pierre reconstituée et de rappeler les conséquences de l'utilisation de liants hydrauliques type ciment ainsi que les recours possibles pour limiter les phénomènes indésirables (retrait, dommages causés par le gel, etc.). De plus, on a étudié les principes des étapes du procédé de fabrication et plus particulièrement l'étape de désaéragage pour laquelle on a spécifié quelles caractéristiques rhéologiques devait présenter le mélange à l'état frais. On a vu que l'étape d'essorage présente des limites qui peuvent être reculées si le mélange frais est stable.

Le second chapitre a eu pour objectif la présentation des outils théoriques utiles à la formulation et à l'étude du produit fini. Après avoir établi le principe de formulation adopté (atteindre une compacité telle que le produit fini présente quantitativement la même porosité que le Grès naturel), on a brièvement présenté le Modèle d'Empilement Compressible et le modèle de stabilité associé.

Le dernier chapitre a permis de présenter les matériaux à disposition et de les caractériser. On constate notamment que les sables d'Ernzen et correcteur ont un spectre granulométrique réduit en raison de la spécification concernant la similitude du produit au Grès d'Ernzen. Pour les mêmes raisons, seuls des ciments blancs sont utilisables ce qui limite le choix. On a également présenté les ajouts minéraux et les différents adjuvants qui ont été utilisés. La détermination des fonctions « compacité propre » de ces produits et des doses de saturation permettra l'utilisation du MEC pour la prévision de la compacité et de la stabilité des mélanges.

PARTIE III

LE MATERIEL EXPERIMENTAL ET LE DEROULEMENT DU PROCEDE

LES FORMULES

MESURES A L'ETAT FRAIS

CHAPITRE I

PRESENTATION DU MATERIEL EXPERIMENTAL ET DU DEROULEMENT DU PROCEDE

Le choix du matériel technique nécessaire au procédé imaginé a été fait tout à la fois grâce aux conseils des coauteurs du brevet et autres personnes liées au projet ainsi qu'aux spécifications relatives à chacune des étapes. Les pièces métalliques ont été conçues par un chaudronnier (enceinte à vide, coffrage, bac de récupération d'eau). L'expérience des premiers essais a permis une mise au point technique qui a souvent nécessité une réadaptation du matériel.

La figure III.1 présente l'installation mise en place pour les essais de fabrication de pierres reconstituées à Ernzen.

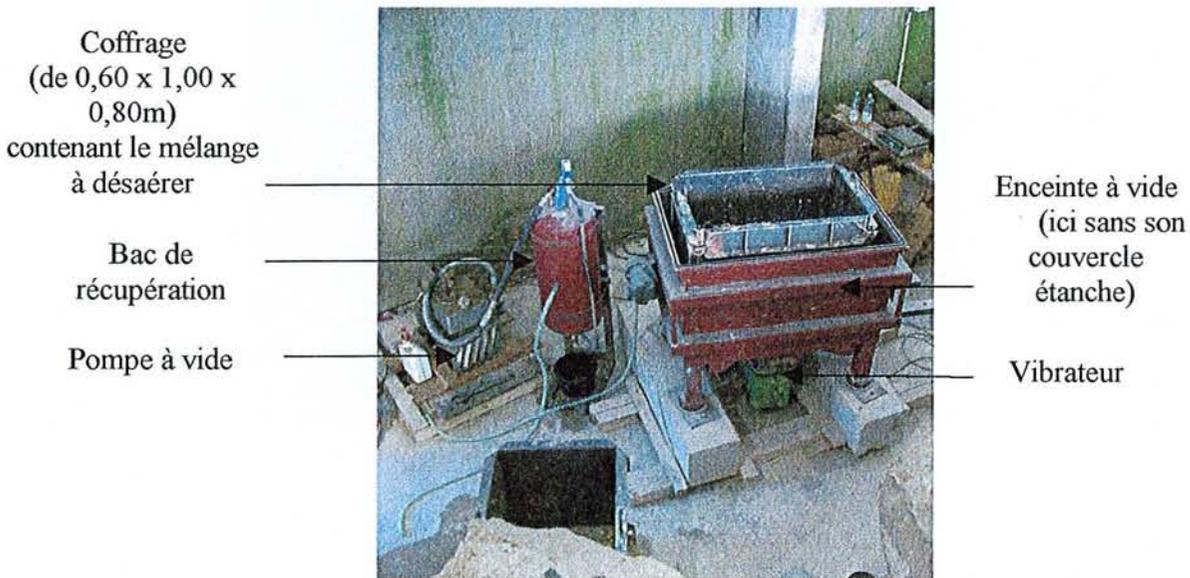


Figure III.1 : Installation pour les essais de fabrication de blocs de pierres reconstituées

I.1. MATERIEL DE MANUTENTION, PESAGE ET MALAXAGE

I.1.1. Manutention

Les essais de fabrication de pierres reconstituées se déroulent dans le hall de la carrière d'Ernzen qui est aménagé pour le sciage de blocs de pierres naturelles de plusieurs mètres cubes. On a donc, à disposition, des engins de levage pour la manutention des coffrages, pompe et enceinte à vide.

I.1.2. Pesage et malaxage

Une balance de 100 kg, ainsi qu'une de 15 kg ont été utilisées pour le pesage des constituants. L'appareil de malaxage utilisé est un malaxeur de laboratoire qui permet l'homogénéisation d'un volume maximal de 60 litres (Figure III.2). Ce malaxeur à cuve tournante présente un axe vertical et plusieurs bras radiaux. La plupart des blocs ayant un volume supérieur à 300 litres, plusieurs gâchées consécutives ont donc été effectuées, dans un laps de temps le plus réduit possible. Cette pratique peut engendrer des hétérogénéités de composition qui nuisent à la qualité du produit. Lors de l'industrialisation du procédé, il est bien évident qu'un malaxeur de grande capacité (type Einrich) sera indispensable.



Figure III.2 : Malaxeur

I.2. MATERIEL UTILISE POUR LE DESAERAGE

L'étape de désaéragage nécessite une enceinte à vide, ainsi qu'une pompe à vide et un vibreur, adaptés à l'installation.

L'étude concernant l'installation du vide a été effectuée dans le cas de l'achat d'une pompe à vide qui ne s'est pas avérée nécessaire puisqu'un appareil de seconde main a donné entière satisfaction tant pour le traitement de désaéragage que pour celui de l'essorage.

Les deux vibreurs à balourds utilisés dans un premier temps, ont été remplacé par un seul vibreur à mouvement unidirectionnel, engendrant de plus fortes fréquences.

I.2.1. L'enceinte à vide

C'est une cuve surmontée d'un couvercle amovible (figure III.3) et dont les dimensions sont adaptées pour accueillir le coffrage contenant le mortier : 1200 x 800 et 700 mm.

Lors de la mise sous vide, la pression à l'intérieure de la cuve est réduite aux alentours de 60 mmHg. La cuve doit donc supporter une pression proche de 10 T/m^2 . C'est pourquoi, elle est en acier 4 mm, sertie d'un renfort de 80 x 80 x 8 mm. Pour assurer l'étanchéité entre la cuve et son couvercle, un plat de 30 x 15 mm est soudé sur le pourtour et accueille un joint plat. Le couvercle, façonné dans une tôle de 3 mm d'épaisseur, est de forme demi-cylindrique pour une meilleure résistance à l'écrasement. Il est muni de deux hublots en vis à vis qui permettent d'observer l'éclatement des bulles à la surface et les remous du mortier lors de la mise en dépression et d'un manomètre pour la vérification de la dépression.

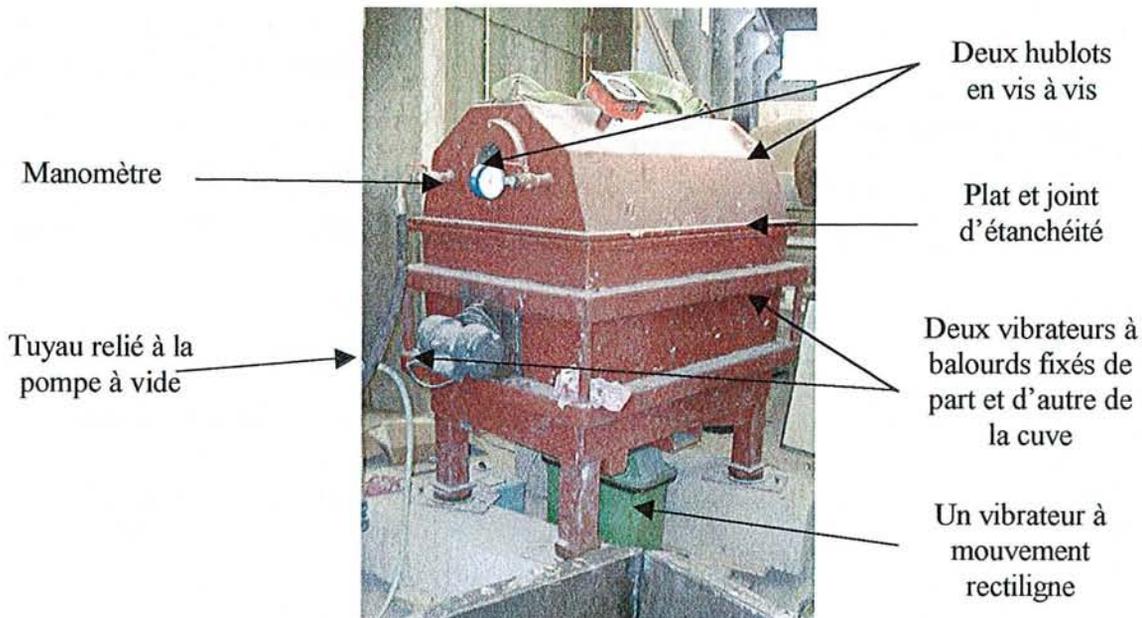


Figure III.3 : Enceinte à vide et accessoires

I.2.2. La pompe à vide

Le vide est le domaine des installations où la pression est inférieure à la pression atmosphérique ($1,0313 \cdot 10^5 \text{ Pa}$, dans les conditions normales). On a coutume de délimiter le vide de 10^5 à 10^{-13} Pa en plusieurs domaines. Le traitement envisagé pour la fabrication de la pierre reconstituée (désérage et essorage) nécessite un vide de l'ordre de 8000 Pa (Partie II), appelé vide grossier ou encore vide industriel, dont le domaine est compris entre de 10^5 et 10^2 Pa . Il se caractérise par des débits-volumes de pompage qui ont été déterminés dans le cas de l'achat d'une pompe à vide, bien que celui-ci n'ait pas été nécessaire.

a) Dimensionnement de la pompe à vide

A tout instant, le flux de gaz à pomper provient de la diminution du nombre de molécules dans l'enceinte, du flux dû à la désorption ϕ_D , de celui dû aux fuites ϕ_F , à la perméation ϕ_P (passage du gaz à travers les matériaux utilisés), et enfin, de celui imposé par la méthode ϕ_I :

$$q_G = \phi_D + \phi_F + \phi_P + \phi_I \quad (\text{III.1})$$

Ce flux gazeux q_G (Pa.m³/s ou watt) doit être absorbé par le système de pompage.

En supposant l'enceinte isotherme, la variation de la quantité de gaz présente à l'intérieur, est égale à la différence entre le flux gazeux q_G et le flux pompé $q_{ve.p}$:

$$V \frac{dP}{dt} + q_{ve.p} - q_G = 0 \quad (\text{III.2})$$

avec V (m³), volume de l'enceinte, Q_{ve} (m³/s), débit-volume effectif du système de pompage à la pression p , et P (Pa), pression dans l'enceinte.

Dans le domaine du vide grossier, le flux de désorption est négligeable et l'on considère les fuites, la perméation, et le flux imposé comme nuls. Alors, la relation précédente se simplifie :

$$V \frac{dP}{dt} + q_{ve.p} = 0 \quad (\text{III.3})$$

Si l'on suppose enfin le débit-volume q_{ve} constant et indépendant de la pression, on obtient :

$$t = \frac{V}{q_{ve}} \ln \frac{P_o}{P} \quad (\text{III.4})$$

Où P_o étant la pression à l'instant initial.

Pour établir un vide de 60 mmHg (c'est à dire 8 000 Pa), en 5 minutes dans l'enceinte à vide présentée en figure III.1, alors, le débit-volume de la pompe doit être de 30 m³/h et le flux gazeux q_G de 67 Watt.

b) La pompe à vide utilisée lors des essais

Il existe trois grandes catégories de pompes :

- les pompes volumétriques, dont le principe de base est la création d'une variation de volume.

- les pompes à entraînement sont en général des pompes secondaires, c'est à dire qu'elles ne peuvent refouler que des pressions très inférieures à la pression atmosphérique. Elles sont donc obligatoirement couplées à une pompe dite primaire.

- contrairement aux deux premières qui extraient les gaz du réservoir à vider pour les transférer à une pression supérieure, les pompes à fixation piègent les gaz en les fixant dans des conditions telles que la réémission est extrêmement faible.

Les pompes à vide volumétriques rotatives sont les plus adaptées au procédé de reconstitution de pierre de part les vides moyens (de 10^2 à 10^{-1}) qu'elles permettent d'obtenir selon un fonctionnement simple (Figure III.4).

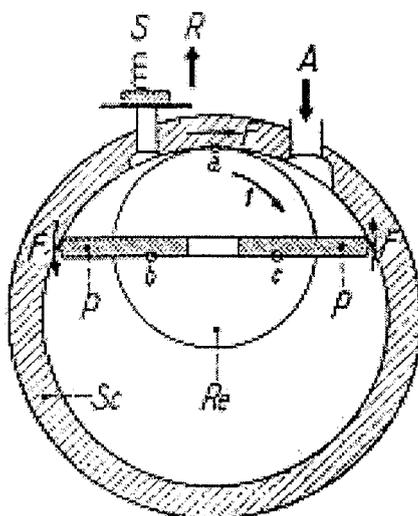


Figure III.4 : Exemple du mécanisme d'une pompe à deux palettes [Bresson, 1995]

Un rotor excentré tourne dans un stator cylindrique Sc. L'aspiration se fait en A, le refoulement en R à travers la soupape S. Le rotor possède deux palettes P qui coulissent dans un logement. Lorsque le rotor tourne dans le sens indiqué par la flèche (1), le volume en relation avec l'aspiration croît, se trouve enfermé entre les deux palettes, puis décroît lorsqu'il est en rapport avec le refoulement.

C'est donc ce type de pompe à vide qui a été utilisé pour les essais à Ernzen. Les caractéristiques exactes (débit volume et flux gazeux) ne sont pas connues (l'appareil est de seconde main), mais une dépression de 700 mmHg (8000 Pa) est généralement atteinte en 4 à 5 minutes dans l'enceinte à vide pour le désaéragage. Ce temps de mise en dépression suppose que le débit-volume et le flux gazeux sont proches des valeurs déterminées précédemment

(respectivement 30 m³/h et 67 Watt). Cette pompe à vide est également utilisée lors de l'étape d'essorage.

I.2.3. Le vibreur

Le choix de la vibration est fonction des objectifs à atteindre, de la fluidité du mélange à vibrer et des contraintes techniques. Plusieurs grandeurs caractéristiques régissent l'efficacité d'une vibration. Il s'agit de la (ou les) direction(s) principales de la vibration, la fréquence, la durée d'application et l'une des trois grandeurs que sont l'amplitude, la vitesse ou l'accélération. Il n'existe, cependant, aucune règle concernant la vibration qui s'applique à tous les mélanges et à toutes les installations. Bresson [Bresson, 1995] propose quelques conseils.

La vibration doit, si possible, être orientée perpendiculairement aux parois de l'élément à vibrer. Toutefois, pour des raisons techniques liées à la conception des coffrages, il s'avère intéressant d'appliquer une vibration horizontale. Il en est de même pour le choix entre une vibration unidirectionnelle ou circulaire. [Bresson, 1996], préconise une vibration circulaire haute fréquence pour des grands moules. Il ajoute, cependant, que pour les tables vibrantes de presses, une vibration unidirectionnelle permet d'obtenir une vibration homogène sans mouvements parasites de balancement. Il est important, d'autre part, de s'assurer d'une bonne transmission de la vibration de l'émetteur (le vibreur) au récepteur (le mélange), grâce à un système de fixation aussi rigide que possible. Une mauvaise fixation peut causer des déplacements parasites du mélange inefficace pour sa mise en place.

Les basses fréquences, de 25 à 50 Hz, sont en général, utilisées pour des bétons secs. Elles correspondent à de faibles amplitudes. Les moyennes fréquences, de 50 à 80 Hz, sont employées pour les bétons fermes nécessitant une très forte compacité. Enfin, les hautes fréquences, de 90 à 150 Hz, sont en général utilisées sur des bétons plastiques ou fluides et lorsque l'on recherche un bel aspect de surface car elles permettent une évacuation optimale des bulles d'air. Cependant, en raison de leur faible rayon d'action, leur utilisation n'est vraiment efficace que si la distance de transmission est limitée et que si plusieurs vibreurs sont répartis sur la structure de raidissement. On préconise des hautes fréquences [Bresson, 1998 ; Cimbéton, 1998] pour les grains de tailles réduites comme c'est le cas pour les mélanges granulaires servant à la fabrication de la pierre reconstituée. Il s'agit donc d'utiliser

des vibreurs externes, seuls capables de fournir ce type de fréquences pour un grand volume de matière.

L'amplitude, la vitesse et l'accélération sont les trois grandeurs principales de l'efficacité d'une vibration. La figure III.5 illustre ce fait en montrant que plus la vitesse de vibration augmente, à fréquence constante, plus la teneur en eau optimale (correspondant à la bosse de chaque courbe) d'un mélange peut être réduite.

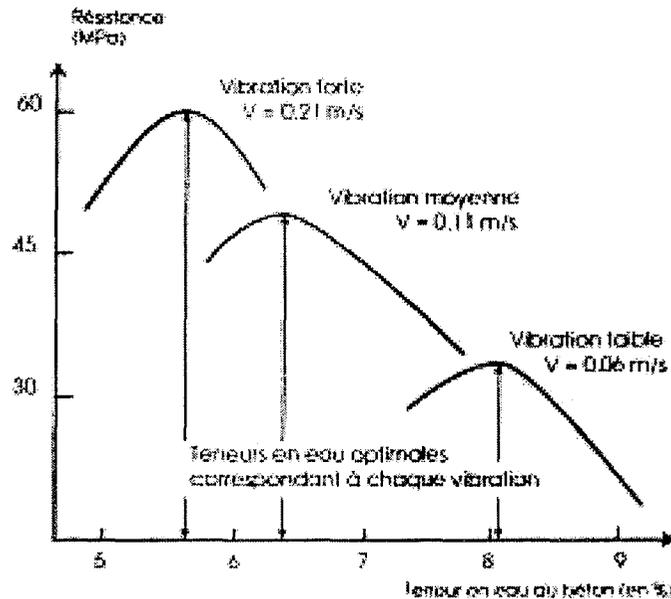


Figure III.5 : Réduction d'eau possible par le phénomène de vibration [d'après Bresson, 1999]

Dans le cas d'une vibration dite harmonique, la vitesse V (en m/s), est directement liée à l'accélération A (en m/s^2) et à la fréquence F (en Hz). Lorsqu'on a choisi la valeur de la fréquence à appliquer on peut déduire le niveau d'accélération nécessaire :

$$A = F \frac{V}{0,16} \quad (III.5)$$

[Bresson, 1996] résume en un tableau (tableau III. 1) les plages de choix des grandeurs caractéristiques des vibrations à appliquer pour les principales machines (ou équipements) vibrantes.

Dans le cas de la fabrication de la pierre reconstituée, la conception de l'installation est telle que le système de vibration est fixé à l'enceinte à vide, dans lequel est simplement déposé le coffrage et son contenu. La vibration est alors transmise au mélange par l'intermédiaire de l'enceinte et du coffrage.

Tableau III.1 : Plages de vitesse, accélération, et vitesse de vibration pour un appareillage donné

Type de machines ou d'équipements	Vitesse de la vibration (en m/s)	Accélération (en m/s ²)	Fréquences (en Hz)
Presses vibrantes pour blocs	0,40 à 0,70	100 à 300	40 à 60
Presses vibrantes pour pavés et bordures	0,25 à 0,50	100 à 250	50 à 80
Grands moules (bétons plastiques)	0,04 à 0,08	30 à 90	75 à 200
Grands moules (bétons fluides)	0,03 à 0,05	40 à 80	150 à 300

Dans ces conditions expérimentales, il s'est avéré que de moyennes fréquences de vibration pouvaient convenir (70 Hz). Deux types de vibreurs ont été utilisés (figure III.2) :

-1- Deux vibreurs à balourds, fixés de part et d'autre de l'enceinte. Leur principe de fonctionnement est basé sur le mouvement circulaire de deux masselottes, de masses volontairement déséquilibrées.

-2- Un vibreur à mouvement unidirectionnel fixé sous l'enceinte à vide, dont le principe de fonctionnement est régi par le mouvement d'une masse dans une seule direction.

On note expérimentalement que l'emploi des vibreurs à balourds entraîne souvent des remous dans le mélange voire des convections. Celles-ci engendrent alors une fissure qui scinde le matériau en deux et ne se referme que très difficilement. Lorsque le mélange comporte une grande proportion de fines ou lorsque plus généralement, sa formulation lui donne une tendance à la ségrégation, ces mouvements de convection entraînent une épaisse couche de laitance à la surface. Cette ségrégation s'avère être un obstacle au bon déroulement de l'étape d'essorage.

Des réglages ont donc été effectués de sorte que les vibreurs ne transmettent pas une des composantes de leur action centrifuge. Ces réglages ne se sont pas avérés efficaces, et il a donc été choisi d'utiliser un vibreur à mouvement rectiligne, placé sous le coffrage.

Ce vibreur engendre des moyennes fréquences (de l'ordre de 70 Hz) qui facilitent la remontée des bulles d'air sans entraîner de mouvements parasites au sein du mélange. Les phénomènes de ségrégation par remontée de laitances sont largement diminués, d'autant que la vibration est actionnée par intermittence.

Expérimentalement, on constate, en effet, qu'il est nécessaire de renouveler deux à trois fois la vibration au cours du désaéragé. On peut supposer que la bulle d'air durant son ascension est bloquée (par exemple par un grain de sable) et qu'il est alors nécessaire de diminuer ponctuellement le seuil de cisaillement τ_0 par une vibration.

I.2.4. Déroulement de l'étape de désaérag

Après coulage du mortier dans le coffrage, celui-ci est placé dans l'enceinte à vide. Une dépression de 700 mmHg est établie en quelques minutes, pendant lesquelles le mortier augmente de volume, en raison de l'augmentation du volume des bulles d'air et suivant les lois de la thermodynamique.

La vibration est alors actionnée, et transmise au mortier par l'intermédiaire de l'enceinte à vide et du coffrage. Le mortier est fortement remué, ce qui permet aux bulles d'air les plus grosses de venir éclater en surface. La vibration est maintenue 2 ou 3 minutes, puis rétablie à plusieurs reprises de façon intermittente. Les bulles d'air contenues dans le mortier sont évacuées progressivement.

Il est jugé que le désaérag est terminé lorsqu'un minimum de fines bulles d'air viennent éclater à la surface et que celle-ci retrouve un aspect lisse. En général, cet état survient au terme de 30 minutes de traitement, ce qui est supérieur aux 15 minutes recommandées par les spécifications.

On applique une dernière vibration intense en fin de désaérag pour remettre en place le mélange, et estomper les traces laissées par le passage des bulles d'air.

I.3. LE MATERIEL UTILISE POUR L'ESSORAGE

Le choix a été pris d'aspirer l'eau excédentaire à la fois par la partie supérieure et inférieure. Les coffrages prévus pour contenir le mortier sont donc conçus en ce sens : ils présentent un double fond percé et rainuré pour le passage de l'eau, et peuvent accueillir en partie supérieure une plaque d'aspiration de l'eau. En outre, ils sont étanches pour qu'aucune fuite d'eau ou d'air ne subsiste.

L'essorage de l'eau contenue dans le mortier suppose, d'autre part, une pompe à vide, un géotextile adapté pour retenir les particules fines et un bac de récupération de l'eau. La qualité du vide étant du même type que celle requise pour l'étape de désaérag, le même appareillage est utilisé.

I.3.1. Les coffrages

Deux coffrages ont été fabriqués par le chaudronnier. Ils sont de dimension : 60 x 100 cm et 100 cm de hauteur (figure III.6). L'épaisseur des blocs fabriqués ne dépasse donc pas 700 cm après durcissement (compte tenu de l'augmentation de volume lors des premiers instants du désaérag). Pour un démoulage facilité, les parois et le fond sont démontables, par un

système de boulons et d'écrous (figure III.7). Des joints caoutchoutés et résistants (plusieurs joints ont été testés) sont placés au fond du coffrage et entre les parois verticales de sorte que, lors du montage et du vissage des écrous, l'écrasement convenable de tous ces joints assure l'étanchéité, indispensable à la descente en pression.

Les coffrages sont adaptés pour un essorage mixte, par le haut et par le bas. Le bas du coffrage présente donc un double fond, qui fait office de chambre d'aspiration.



Figure III.6 : Coffrage monté

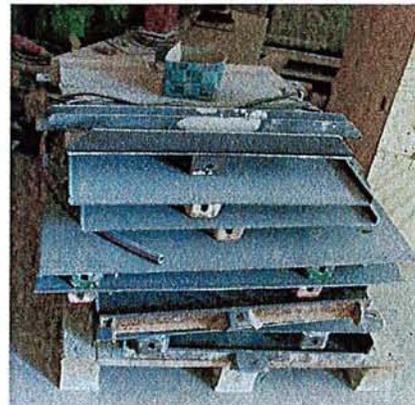


Figure III.7 : Coffrage démonté

I.3.2. Le système d'aspiration

Pour l'essorage par le bas, le fond du coffrage est tapissé d'un géotextile en Nylon, sous lequel se situe une plaque métallique finement percée, posée sur un grillage qui permet la circulation de l'eau vers les ouvertures de la chambre d'aspiration. Le système d'aspiration (déjà présenté en Partie I, Chapitre III) est rappelé ici en figure III.8.

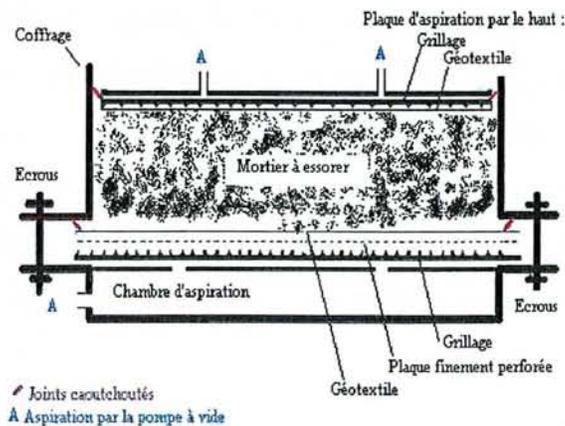


Figure III.8 : Schématisation du système d'aspiration, par le haut et par le bas

Pour assurer l'essorage par le haut, un tapis absorbant (tel qu'il est utilisé pour la technique de l'essorage du béton) a été utilisé pour les premiers essais. Du fait de plissements fréquents qui gênaient l'aspiration de l'eau, il a rapidement été remplacé par une plaque

métallique percée en deux endroits (figure III.9 et III.10), et sertie d'un joint à lèvres pour assurer l'étanchéité. A cette plaque est fixée une grille métallique ainsi qu'un filtre en Nylon. Ce montage d'aspiration est identique et symétrique à celui de la partie inférieure du caisson.



Figure III.9 : Plaque d'aspiration de l'eau par le haut, vue du dessus

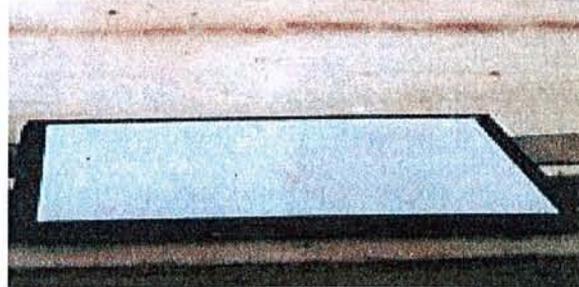


Figure III.10 : Plaque d'aspiration de l'eau par le haut, vue du dessous

Le choix du filtre en Nylon servant à retenir les fines a fait l'objet d'un soin particulier. Pour convenir en tout point, le tissu doit effectivement retenir les particules fines, sans pour autant ralentir le traitement ou s'obturer trop facilement, il doit être résistant et si possible réutilisable pour en diminuer le coût. Plusieurs géotextiles ont donc été testés en laboratoire.

On a reproduit l'étape d'essorage en laboratoire en utilisant un bac aménagé de telle sorte que l'évacuation puisse se faire par le haut (grâce à une grille tapissée d'un filtre et reliée à la pompe à vide) et par le bas (le fond étant percé et tapissé d'une grille recouverte elle aussi d'un filtre). Deux tissus filtrants ont été testés sur des mortiers de composition simple. Il s'agit d'une étoffe tissée (Althoffer) et d'une étoffe non tissée (Alias filtration). Le choix d'utiliser l'étoffe tissée Althoffer a été pris en raison d'une vitesse d'essorage plus grande et de la propreté de l'eau expulsée. Celle-ci contient peu de particules fines ce qui traduit que le filtre joue parfaitement son rôle.

La récupération du filtre après les essais en grandeur nature est possible. Le tissu tapissant la plaque métallique peut être utilisé plusieurs fois après lavage sans risques de perforation ou d'obturation importante. Par contre, celui sur lequel le mortier est coulé est difficilement réutilisable en raison d'un colmatage des pores par le mortier durci.

Un bac de récupération de l'eau d'essorage a également été conçu par le chaudronnier. Il sert d'intermédiaire entre le mortier essoré et la pompe à vide qui crée l'aspiration.

I.3.3. Déroulement de l'étape d'essorage

Au terme du désaéragé, le coffrage est extrait de l'enceinte à vide. La plaque d'aspiration est glissée à l'intérieur du coffrage de sorte pour être en contact avec le mortier. Lors de

l'étape d'essorage, une parfaite étanchéité entre cette plaque d'aspiration et les parois du moule est indispensable pour que le vide permettant l'aspiration soit assuré tout au long du traitement. La difficulté majeure est d'assurer cette étanchéité, car au court du traitement, la préparation diminue de volume, et plus particulièrement de hauteur. Pour que l'essorage se poursuive, il est évident que la plaque doit rester en contact avec la surface du mélange et des parois du moule. Elle doit donc alors glisser le long de ces parois. Pour ce faire, la plaque métallique a été sertie d'un joint à lèvres, mais celui-ci s'est rapidement avéré inadapté. A l'heure actuelle, c'est par un système très simple que l'étanchéité est assurée : une couche de mortier, régulièrement talochée à la main, est appliquée sur le pourtour de la plaque (figure III.11).



Figure III.11 : Essorage par le dessus du coffrage

En ce qui concerne l'essorage par le bas, son efficacité dépend de l'étanchéité du coffrage. Pour les mêmes raisons que pour l'essorage par le haut, aucune fuite d'air ne doit subsister. Il s'agit donc, lors du montage du caisson, de s'assurer que les joints caoutchoutés soient bien en place pour que lors du vissage des écrous, leur écrasement assure une étanchéité parfaite. On note qu'une fuite d'air n'est détectable qu'après vissage de tous les écrous, et dans ce cas, le coffrage doit être entièrement démonté pour être de nouveau assemblé. Ces problèmes d'étanchéité ont parfois créé des difficultés qui se sont traduites par l'échec de l'essai.

Cette étape se prolonge jusqu'à ce que la quantité d'eau à essorer (quantité évaluée lors de la formulation) est atteinte. La durée de l'étape peut aller de 30 minutes à 1 heure. Au delà, le

débit d'eau est très faible à la fois du fait que l'on atteint l'empilement serré des grains et du fait que la prise hydraulique a lieu (Partie II).

I.4. LA MATURATION, LE SCIAGE ET LE TRAITEMENT DE SURFACE

I.4.1. Maturation

Une piscine (figure III.12 et III.13) a été installée dans le hall de la carrière pour la maturation des blocs fabriqués (ainsi que celle des dalles provenant d'Allemagne). La piscine n'est pas thermostatée et la température de l'eau est, en général, comprise entre 6 et 10 °C, fonction de la température ambiante. L'immersion des blocs fabriqués est effectuée immédiatement à la suite du décoffrage, c'est à dire 24 heures après la fabrication.

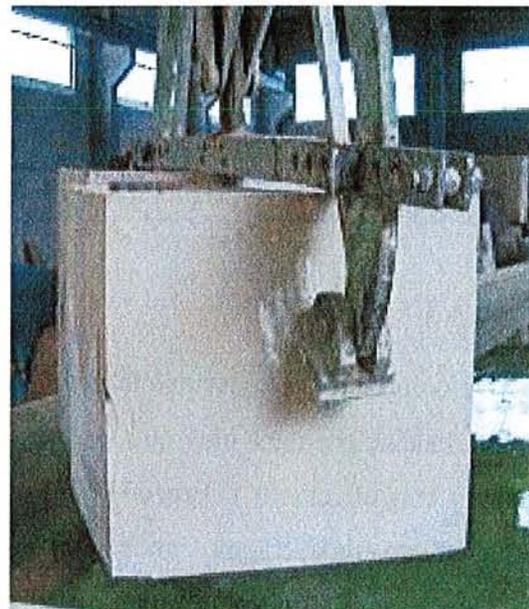
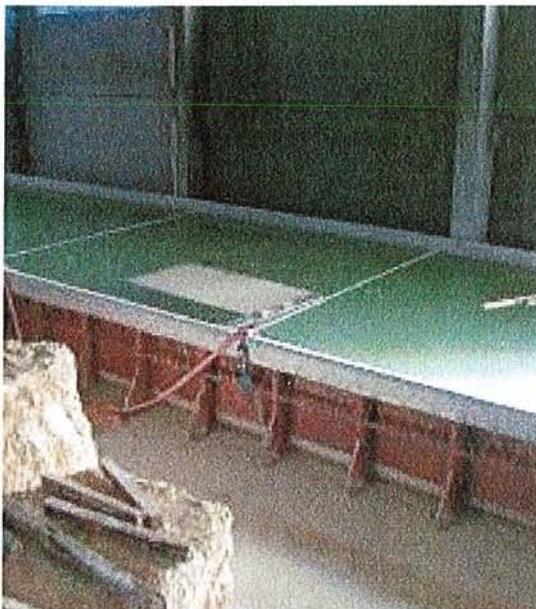


Figure III.12 et III.13 : Piscine pour l'immersion des blocs fabriqués

I.4.2. Sciage

Le sciage des blocs s'effectue grâce au matériel de coupe dont dispose la carrière d'Ernzen pour les pierres naturelles. Ce sont des scies dont la plupart sont de grandes envergures (Figure III.14). Lorsqu'il s'agit de façonner des éprouvettes 4 x 4 x 16 cm pour les mesures de résistances, de plus petits appareils sont utilisés. Toutefois, il est très difficile d'assurer un sciage parfait, et les faces ne sont pas parfaitement parallèles. Ces imperfections entraînent des erreurs et parfois des aberrations de mesures (Partie IV).

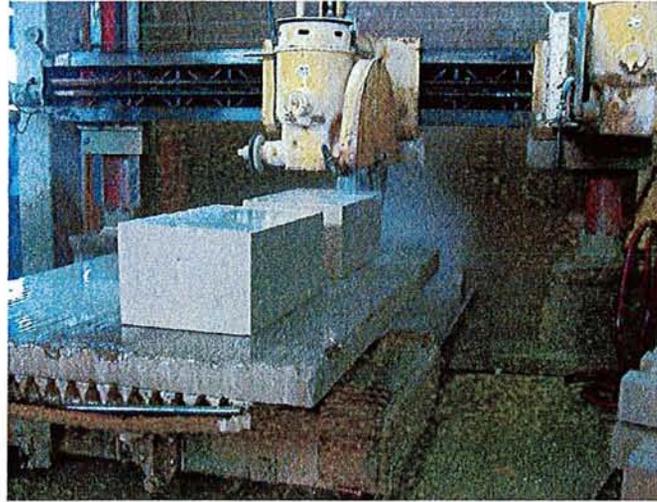


Figure III.14 : Sciage

I.4.3. Traitement de surface

Après sciage, et en vue d'une commercialisation le traitement de surface envisagé est identique à celui utilisé pour les dalles provenant d'Allemagne. Il s'agit d'un acidage de surface, à l'acide chlorhydrique, qui s'effectue en extérieur.

I.5. CONCLUSION

On comprend aisément que la mise au point d'un procédé de fabrication est délicate et de longue haleine d'autant plus que les essais sont quasiment en grandeur nature (360 litres de gâchée) et s'effectuent à Ernzen (distant de plus de 150 km de Nancy). Elle a fait l'objet d'une longue étude, durant laquelle tout l'appareillage a été contrôlé, vérifié et parfois adapté.

Ce n'est qu'au terme de plus de 50 essais qu'il est possible, aujourd'hui, de maîtriser le procédé en énonçant, par exemple, les précautions particulières qui s'avèrent indispensables à prendre pour des étapes de désaéragage et d'essorage efficaces.

On a vu que la vibration doit être à la fois efficace et adaptée de sorte que les risques de ségrégation ne soient pas augmentés. Ceux-ci ayant, au préalable, été réduits par une formulation appropriée (Chapitre II). Le traitement qui consiste à désaérer le mortier est jugé terminé, lorsque la fréquence d'éclatement de bulles d'air à sa surface est ralentie, voire lorsque plus aucun éclatement de bulles d'air ne se produit. Ce moment a été vérifié expérimentalement, car au sein du produit durci et scié, il ne subsiste effectivement plus aucune bulles d'air visibles à l'œil nu.

Enfin, il s'agit de vérifier la mise en dépression. Pour l'étape de désaéragage, l'étanchéité ne cause aucuns soucis ; l'enceinte à vide est hermétiquement fermée par son couvercle demi-

cylindrique. Par contre, l'étape d'essorage a plusieurs fois été remise en cause en raison de fuites d'air dues à une mauvaise étanchéité du coffrage. La précaution qui conduit à colmater la plaque supérieure absorbante aux parois du coffrage grâce à du mortier, est indispensable pour l'évacuation de toute la quantité d'eau excédentaire. Celle-ci étant prévue par la formulation détaillée dans le chapitre suivant, de sorte d'obtenir un produit durci de qualité.

CHAPITRE II

LES FORMULES

On établit ici quelques simulations de mélanges granulaires basées sur le principe de formulation présenté en partie II (Chapitre II). Ces simulations ont été effectuées, en amont des essais, par l'utilisation d'un programme informatique écrit par A. Lecomte et repris du Modèle d'Empilement Compressible (antérieur à la mise à disposition du logiciel « BétonlabPro 2»). Ensuite, on présente la fiche expérimentale type, utilisée lors des essais de fabrication de blocs en reprenant la plupart des calculs correspondants. Enfin, les séries de formules testées (récapitulées en annexe 3) sont discutées pour dégager les objectifs et les conséquences principales sur le produit à l'état frais et le cas échéant sur le produit à l'état durci.

Enfin, la modélisation des formules des premiers blocs fabriqués a permis d'attribuer à chacune des étapes un indice de serrage K , directement lié à la compacité. L'intérêt de cette modélisation et la publication correspondante sont présentés dans ce chapitre.

II.1. SIMULATION DE MELANGES

Ce sont des mélanges secs qui ont tout d'abord été simulé avec une valeur de $K=9$ correspondant à l'empilement bloqué. Les compacités évoluant en fonction de l'ajout de l'un ou de l'autre des constituants, ces simulations donnent une première idée sur les formules à tester expérimentalement.

II.1.1. Mélanges secs et compacité

On présente la simulation de mélanges comprenant deux types de ciment (CEM I et CEM II 42,5 CBR) dosés en proportions variables : 450, 540 et 625 kg/m^3 .

Les figures III.15 et III.16 montrent l'évolution de la compacité en fonction de la proportion du sable d'Ernzen (S1) par rapport au mélange de sable (S1 et sable correcteur S2).

On constate, en général, qu'une forte compacité est obtenue pour les mélanges comprenant une proportion majoritaire en sable Correcteur, et un dosage riche en ciment (625 kg/m^3). Le sable S2 est donc plus compactant que le sable S1. Du fait de sa plus forte teneur

en particules fines, le mélange comprenant le ciment type CEM II présente les compacités les plus élevées (rappelons en effet que ces ciments contiennent près de 20 % de fillers, ce qui se répercute sur la granulométrie (figure II.21) et sur les compacités Φ_i ; 0,5967 et 0,5750 respectivement pour les ciment CEM I 42.5 et CEM II 42.5 de CBR (Tableau II.7)). La compacité théoriquement nécessaire à l'obtention d'un matériau fini ayant 17 % de porosité ($C = 0,74$; partie II Chapitre II) est atteinte, voire dépassée (car on obtient $C = 0,76-0,78$).

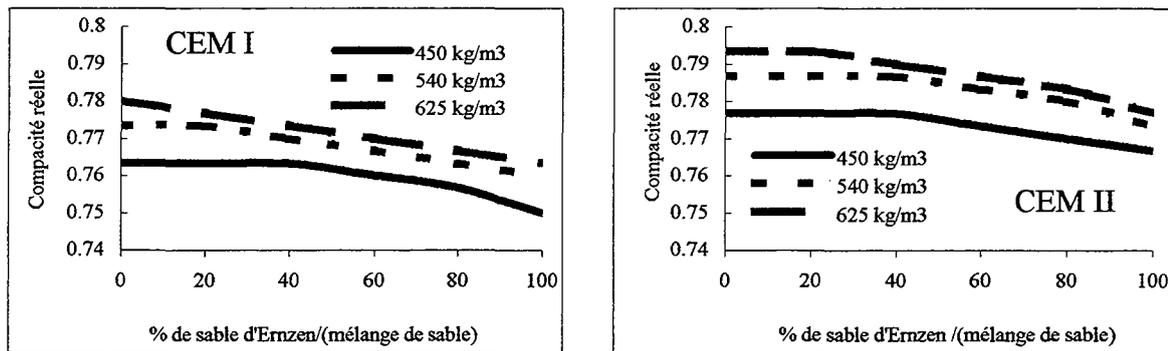


Figure III.15 et III.16 : Mélanges comprenant respectivement du CEM I 42.5 CBR et CEM II 42.5 CBR à différents dosages et un mélange de sable d'Ernzen et Correcteur en proportion variable

Les figures III.17 et III.18 présentent l'évolution de la compacité lorsque l'on ajoute des fillers ou des fumées de silice au mélange constitué de ciment à dosage variable, et d'un mélange de sable à proportion équivalente ($S1/S2 = 50/50$).

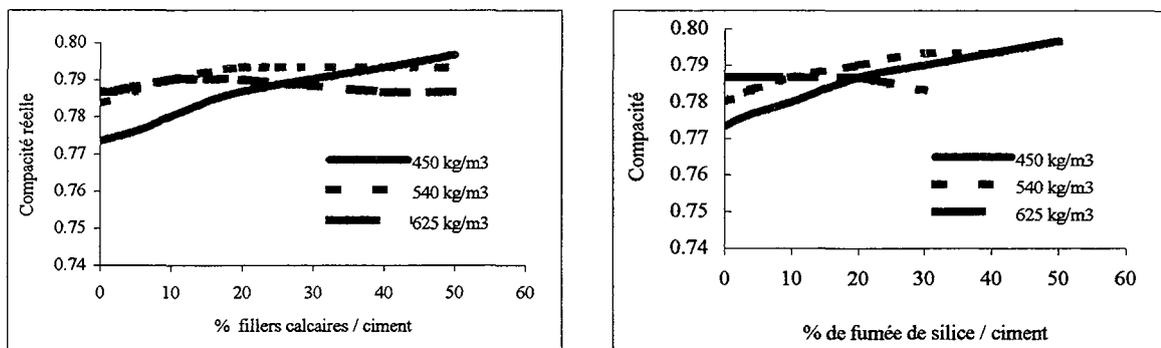


Figure III.17 et III.18 : Mélange comprenant du CEM II 42.5 CBR, des sables Ernzen et Correcteur en proportion égale et respectivement des fillers et des fumées de silice.

L'addition de fillers calcaires (figures III.17 et III.18) est surtout bénéfique à la compacité des mélanges contenant relativement peu de ciment (450 kg/m^3). Cet effet est rapidement estompé lorsqu'il s'agit de mélanges comportant un plus fort dosage en ciment (540 et surtout 625 kg/m^3). L'addition de fumées de silice donne des résultats quasi identiques à ceux obtenus avec les fillers, surtout en faible proportion. Ce constat peut sembler surprenant puisque les fumées de silice sont nettement plus fines que les fillers (les fumées de silice

présentent un D_{50} de 0,001 mm et les fillers un D_{50} de 0,01 mm). Toutefois la valeur de compacité Φ_m adoptée pour les fumées de silice (0,5567, source F. de Larrard) est inférieure à celle des fillers (0,6733).

Le ciment CEM II 42,5 CBR permet d'obtenir les plus fortes valeurs de compacité. C'est donc ce type de ciment qui a été utilisé dans un premier temps. Le dosage en ciment jugé optimal est le dosage intermédiaire de 540 kg/m^3 ; un dosage plus faible risque de ne pas satisfaire aux critères de résistance mécaniques, et un dosage plus fort peut entraîner des effets secondaires (dégagement trop fort de chaleur). Une proportion majoritaire en sable Correcteur permet l'obtention d'une forte compacité. L'utilisation de fillers semble utile à hauteur de 20 % (figure III.17) dans un mélange comprenant 540 kg/m^3 de ciment type CEM II (qui contient déjà lui-même 20 % de fillers calcaires). Enfin, quand bien même l'utilisation de fumée de silice ne semble pas apporter de bénéfice, quelques essais ont été effectués avec un taux de 10 % de fillers et 3 % de fumées de silice par rapport au ciment.

Le critère de stabilité des mélanges étant primordial à la fois pour l'esthétique et pour les performances mécaniques (par le biais d'une étape d'essorage efficace (Partie II, chapitre I), la simulation des diagrammes de remplissage présentée ci-après va permettre de confirmer ou d'infirmer ces premiers choix de composition.

II.1.2. Mélanges humides et ségrégation

On présente ici le diagramme de remplissage de quelques formules ayant fait l'objet d'essais. La proportion de remplissage Φ/Φ^* de chacune des classes successives doit être du même ordre, avec Φ , la compacité réelle d'une classe de grains et Φ^* , la compacité maximale que peut prendre cette même classe de grains.

Les formules simulées (tableau III.2) correspondent à des mortiers avant traitement de désaéragage et d'essorage. Les rapports Eau/Ciment (E/C) ne sont pas identiques, mais on peut toutefois comparer la tendance à la ségrégation des formules sachant que la quantité d'eau ne fait qu'accentuer la ségrégation déjà existante par la proportion des constituants solides. On note, de plus que les teneurs en air ont été estimées à 6 %, valeur qui est fréquemment obtenue en réalité (Chapitre III).

Tableau III.2 : Formules de mortiers avant traitement

	Ciment ¹	Eau	Eau/ Ciment	Sable S1/S2	(S1+S2)/ C	Fillers	Fumées de silice	Air	Fluid ²
Unité	Kg/m ³		Rapport		% / ciment			% tot.	
Essai 2	356	353	0,99	50/50	3,4	0	0	6	NON
Essai 8	450	342	0,76	10/90	2,6	0	0	6	NON
Essai 26	484	268	0,55	50/50	2,59	15	0	6	OUI
Essai 37	474	272	0,57	85/15	2,64	10	3	6	OUI
Essai 47	477	303	0,63	85/15	2,58	0	0	6	OUI

¹ Ciment type CEM II de CBR, sauf pour l'essai 47 (CEM I, CBR),

² Le fluidifiant est dosé à saturation.

Rappelons tout d'abord que la tendance à la ségrégation des constituants est d'autant plus forte que le diagramme de remplissage est peu uniforme.

On a vu qu'une forte proportion en sable correcteur améliorerait sensiblement la compacité de mélanges secs. Les figures III.19, III.20 et III.21 présentent le diagramme de remplissage de formules dont la proportion de sable Correcteur est de 50 %, 90 % et 15 % du mélange de sable.

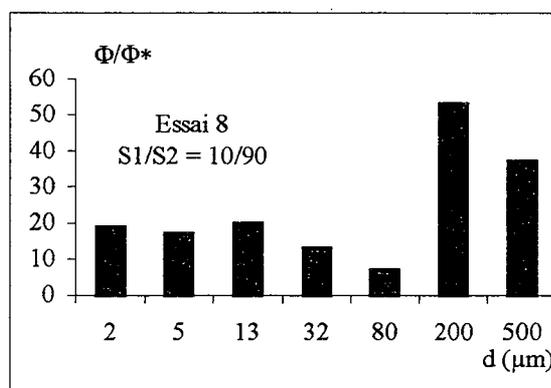
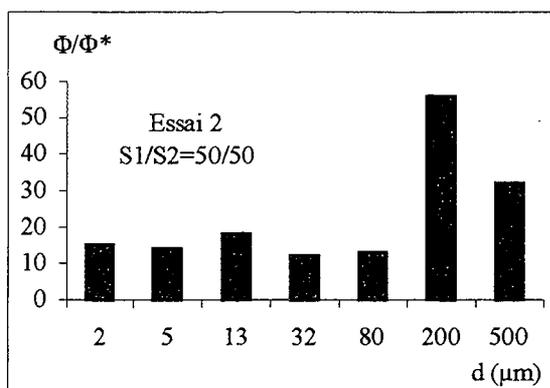


Figure III.19 et III.20 : Une forte proportion en sable correcteur (figure de droite) entraîne une accentuation de la ségrégation déjà présente lorsque les deux sables sont en égale proportion (figure de gauche).

On note que la tendance à la ségrégation augmente avec la proportion de sable correcteur (entre 50 et 90 %). Lorsque celui-ci est diminué à 15 %, il subsiste encore une ségrégation qui est toutefois décalée vers les plus petits diamètres. Le sable correcteur doit donc être utilisé en

faible proportion, bien que sa présence influe positivement sur la compacité du mélange (figures III.15 et III.16).

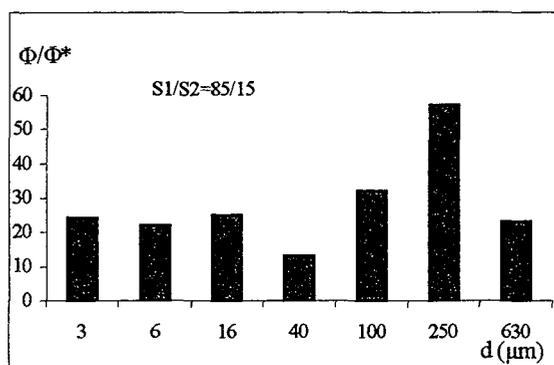


Figure III.21 : Le mélange comprend une plus forte proportion en sable d'Ernzen au détriment du sable correcteur (dans un rapport de S1/S2 = 85/15) et le ciment est le CEM II 42,5 CBR. Il subsiste une ségrégation au niveau des tranches granulaires de tailles 40 et 630 μm.

Les figures III.22 et III.23 présentent les diagrammes de remplissage des essais effectués avec ajouts minéraux : fillers calcaires et fumées de silice sur un mélange comprenant du CEM II 42,5 CBR. Sans pour autant l'accentuer, ces ajouts n'améliorent pas la tendance à la ségrégation. Notons que la présence de fumée de silice décale vers les plus petits diamètres la classe de grains la plus critique (40 μm au lieu de 80 μm).

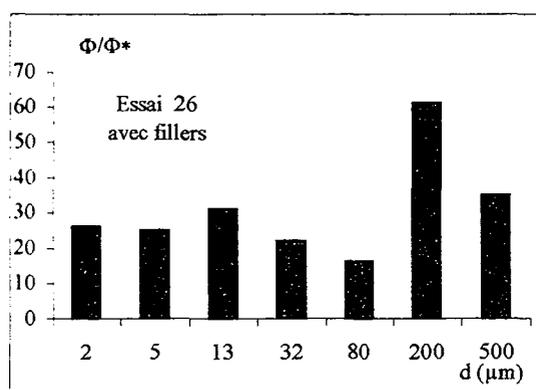


Figure III.22 : L'ajout de fillers calcaires dans le mélange comprenant une proportion égale en sable d'Ernzen et Correcteur n'améliore pas la tendance à la ségrégation constatée précédemment.

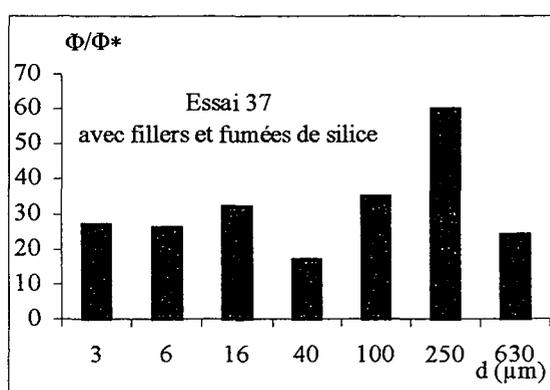


Figure III.23 : L'ajout de fumée de silice déplace la classe de grains susceptible de ségréger mais ne stabilise pas le mortier. (Essai 37).

Si on utilise le ciment CEM I 42,5 CBR, le risque de ségrégation apparaît plus faible (figure III.24). En effet, on note que les ratios de remplissage des classes granulaires

successives sont uniformes. Cette amélioration de stabilité du mélange se confirme lorsque le sable d'Ernzen prédomine au détriment du sable correcteur (figure III.25).

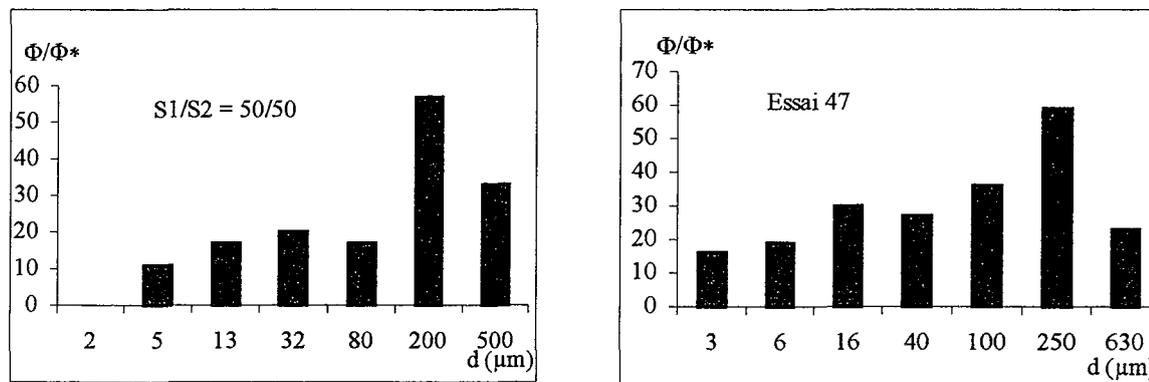


Figure III.24 et III.25 : Ces mélanges comprennent le ciment CEM I 42,5 CBR. A gauche la proportion S1/S2 est de 50/50. A droite elle est de 85/15. La tendance à la ségrégation est plus faible ici qu'avec le CEM II 42,5 CBR, et d'autant plus lorsque du sable d'Ernzen est utilisé en majorité.

Au travers des prévisions de stabilité, on remarque que l'on obtient une amélioration de stabilité lorsqu'on utilise le CEM I 42,5 CBR et une proportion majoritaire en sable d'Ernzen. Ce constat remet en cause les choix de composition du mortier qui ont été faits sur la base des résultats des simulations de compacité, et qui privilégiaient le sable correcteur et le ciment CEM II. En effet, on a vu que pour augmenter la compacité, l'utilisation du CEM II 42,5 CBR et une proportion majoritaire en sable correcteur semblaient mieux convenir d'un point de vue compacité. En utilisant un ratio S1/S2 de 85/15 et du CEM I à hauteur de 540 kg/m³, la compacité prévisionnelle est de 0,764 au lieu de 0,788 pour un mélange comportant un ratio S1/S2 de 15/85 et du CEM II (figures III.15 et III.16).

On voit qu'un mélange stable, nécessaire et quasiment indispensable pour l'homogénéité du matériau fini, ne peut être obtenu, avec les matériaux disponibles, qu'au détriment de la compacité.

II.2. FEUILLE DE CALCUL

La feuille de calcul utilisée lors des essais de fabrication de pierres reconstituées est établie sur la base du principe de formulation présenté en partie II (Chapitre II) ; recherche d'une valeur de porosité identique à celle de la pierre naturelle, voire inférieure. Elle est présentée en page suivante.

FEUILLE DE CALCUL POUR LES ESSAIS DE FABRICATION DE PIERRE RECONSTITUEE

Date	N°essai	Epaisseur du bloc		Ciment		Fluidifiant (ES)	
18/6	23	50	cm	CEM II CBR	540 kg/m ³	OFT3	0.3%

PROPRIETES DES MATERIAUX															
C		Se			Sc			Fil		P		Adj		E	
ρ	w	ρ	w	Abs	ρ	w	Abs	ρ	w	ρ	w	ρ	w	ρ	w
3.1	0	2.55	0.01	0.01	2.63	0.006	0.00	2.7	0.0	4.1	0.0	1.14	1.63	1	0

RATIOS ET PROPORTIONS												
C	Se	Sc	P	Adj (s)	Fil	(E/C)m	Por.	Ehyd	Vv	(E/C)f	e	V
kg	%G	%G	%C	%C	%C			litres			cm	litres
540	50	50.0	0.22	0.3	15	0.55	170	108	278	0.51	45	265

PROPORTION POUR 1 M3 FINAL APRES ESSORAGE															
C	Se	Sc	Fil	P	Adj	E	C	Se	Sc	Fil	P	Adj	Eapp	Eabs	Efab
kg (sec)						kg (humide)									
540	658	679	81	1.19	1.62	299	540	663	682	81	1.19	4.26	11.7	11.2	298.1
722						1021						1021			

COULIS CORRESPONDANT A PREPARER								En pratique 7 zâchées							
C	Se	Sc	Fil	P	Adj	Eapp	Efab	C	Se	Sc	Fil	P	Adj	Efab	
kg (humide)								kg (humide)							
143	176	181	21	0.31	1.13	3	79.0	20.4	25.1	25.8	3.1	0.045	0.161	11.28	
273								39							

Essorage théo	
kg	kg/m ³
5.46	20.4

Pratique									
Etalement		Désaérag			Essorage				
cm	t (mm)	mmHg	Hz	t (mm)	mmHg	Type	kg	kg/m ³	
31	30	700	70.0	60.0	700	h+b	5.46	20.4	

Calculs

Volume dans le coffrage après essorage 268 litres
 Soit, avec les quantités initialement prévues pour 1 m³ 1000 litres

DOSAGES FINAUX POUR 1 m3												
	C	Se	Sc	Fil	P	Adj	Eapp	Eabs	Efab	Ess	Erest	E/C
kg	540	663	682	81	1.19	4.26	12	11	298	20	278	0.52
litres	174	258	258	30	0.3	1.4	12	11	298	20	278	1.60
722						1000						

Légende							
Ciment	c	Sable Correcteur	Sc	Fumée de silice	SF	Adjuvant	Adj
Sable d'Ernzen	Se	Filler	Fil	Pigment	P	Eau	E

Les cellules à renseigner pour chaque nouvel essai sont grisées. Les cellules encadrées en pointillées sont les proportions volumiques. On note, dans un premier temps, les données générales concernant l'essai : date, numéro de l'essai, épaisseur du bloc fabriqué, type de ciment utilisé et dosage, ainsi que dosage du fluidifiant.

Les propriétés générales des constituants sont également des cellules à renseigner (Ciment C, sable d'Ernzen Se, sable correcteur Sc, Filler Fil, Pigment P, adjuvant Adj, et eau E) : il s'agit de leur masse volumique réelle (ρ_r), leur teneur en eau (w) et leur absorption (Ab).

II.2.1. Ratios et proportions

Les proportions de chaque constituant sont entrées : dosage en ciment C, ratios du sable d'Ernzen (Se), dosage en pigment, en adjuvant, en filler, rapport Eau/Ciment du mélange jugé utile (E/C)_m, objectif de porosité (Poro.) et épaisseur du bloc de pierre (e). Le rapport (E/C)_m peut être modifié sur place le cas échéant.

Ces entrées permettent le calcul automatique :

$$-1- \text{ Du ratio du sable correcteur} \quad (Sc) = 100 - (Se) \quad (III.6)$$

$$-2- \text{ De l'eau dite d'hydratation (Ehyd)} \quad E_{hyd} = C \cdot 0,2 \quad (III.7)$$

$$-3- \text{ Du volume des vides } V_v \quad V_v = E_{hyd} + \text{Poro.} \quad (III.8)$$

$$-4- \text{ Du rapport E/C final après essorage} \quad (E/C)_f = V_v / C \quad (III.9)$$

$$-5- \text{ Du volume de la gâchée} \quad V = e \cdot l \cdot L \quad (III.10)$$

Avec (Se), (Sc), les ratios des sable d'Ernzen et Correcteur, e, l et L, l'épaisseur du bloc, la longueur et la largeur du coffrage.

La relation (III.7) a déjà été mentionnée en partie II (II.23). Il s'agit de la proportion d'eau utilisée par le ciment pour s'hydrater. On a fixé cette quantité d'eau à 0,2 bien qu'elle varie, en pratique, entre 0,2 et 0,25.

II.2.2. Proportions pour un mètre cube final

Les proportions sont ramenées au mètre cube final, sachant que la somme de leur volume (cellule encadrée en pointillés) est supérieure à 1000 litres. On prépare, en effet, un mortier comportant un excédent d'eau que l'on retire par essorage. On distingue les quantités des constituants dans leur état sec et humide.

a) Quantités sèches

La masse de ciment est fixée par le dosage retenu, et les masses de fillers (ou fumée de silice), de pigment et d'adjuvant sont facilement calculées puisqu'elles ont été fixées par rapport à la masse du ciment.

Les quantités utiles de sables sont calculées à partir du mètre cube final (partie II). On donne l'exemple de la relation qui permet de déterminer la masse de sable d'Ernzen :

$$M_{Se} = 1000 - \left(\frac{M_c}{\rho_c} - \frac{M_{fil}}{\rho_{fil}} - \frac{M_p}{\rho_p} - \frac{M_{Adj}}{\rho_{Adj}} \right) \frac{r(Se)}{100} \rho_{Se} \quad (III.11)$$

Avec M_{Se} , M_c , M_{fil} , M_p , et M_{Adj} les masses respectives de sable d'Ernzen, de ciment, de filler, de pigment et d'adjuvant, et ρ_{Se} , ρ_c , ρ_{fil} , ρ_p , ρ_{Adj} leur masse volumique respective.

D'une façon générale, le rapport $(S1 + S2)/C$ est d'environ 2,6.

La quantité d'eau est donnée par le rapport Eau/Ciment fixé au préalable $((E/C)_m)$.

b) Quantités humides

Pour des raisons pratiques, la feuille de calcul donne les quantités utiles des constituants sous leurs formes humides. Les constituants concernés sont les sables et l'adjuvant.

La masse humide M_h et la masse sèche M_s sont reliés par la relation (relation III.12) définissant la teneur en eau w :

$$M_h = M_s (1+w) \quad (III.12)$$

L'eau apportée (E_{app}) correspond à la somme des différences entre les masses humides et sèches des constituants. L'eau absorbée (E_{abs}) par les sables secs (M_{ss}) est calculée comme suit :

$$E_{abs} = M_{ss} \cdot A_b \quad (III.13)$$

Avec A_b , le coefficient d'absorption d'eau des sables calculé en partie II (chapitre III). Rappelons qu'il est de 1,49 pour le sable S1 (Ernzen) et de 0.21 pour le sable S2 (correcteur).

II.2.3. Mortier à préparer

Les quantités en kilogramme nécessaire à la fabrication du bloc sont facilement calculées en considérant le volume total de la gâchée déterminée par les dimensions du coffrage.

En pratique, le malaxeur (de contenance maximale 60 l) ne peut contenir en une seule fois le volume de mortier. Dans le cas présent, il est nécessaire de gacher en 7 fois.

II.2.4. Essorage théorique

La quantité d'eau théorique à retirer du mortier est calculée comme suit : il s'agit de la différence entre le volume des vides V_v calculé précédemment et la quantité d'eau introduite dans le mortier selon le rapport $(E/C)_m$, ramené au volume du bloc de pierre. La relation est :

$$E_{\text{ess}} = \frac{(E_{m3} - V_v) \cdot V_{\text{bloc}}}{1000} \quad (\text{III.14})$$

II.2.5. Pratique

On présente ensuite les données relatives à l'essai, à savoir les mesures d'étalement pour déterminer la consistance, le temps de traitement du désérage et d'essorage et la pression établie, ainsi que la fréquence du vibreur. On note également le type d'essorage c'est-à-dire si l'aspiration a été effectuée par le haut (h) et/ou par le bas (b), ainsi que la quantité d'eau essorée en litre.

II.2.6. Dosages finaux pour 1 m³

Pour la détermination des dosages finaux quelques calculs préalables sont effectués. Il s'agit de la quantité de mortier après essorage contenu dans le coffrage, et de la vérification que les proportions restantes sont bien ramenées au mètre cube.

Le tableau final correspond à la composition du bloc de pierre fabriqué, ramené au mètre cube.

On note que si la quantité d'eau qu'il est nécessaire de retirer du mortier en théorie, ne l'a pas été en pratique, le dosage final en ciment est moins fort, et inversement si la quantité d'eau essorée est supérieure à la prévision.

II.3. LES FORMULES TESTEES

Une 50aine d'essais de fabrication de pierre ont été effectués à Ernzen. Les formules testées sont récapitulées en annexe 3. Pour chaque essai, noté de 1 à 53, on rappelle les propriétés des matériaux utilisés, les quantités de matières premières introduites dans le malaxeur et les formules ramenées au mètre cube à l'issue de chacune des étapes : au coulage, en fin de désaéragage et en fin d'essorage. On note que la quantité d'air contenue dans les mélanges avant désaéragage ont été approximées à 6%, et ceux en fin de désaéragage à 0 %. Ces approximations ont été faites suite aux contrôles de teneur en air effectués sur place (Chapitre III).

Les aspects matériels ont été calés progressivement au cours des essais de fabrication de blocs. Plusieurs de ces mortiers n'ont pu être convenablement traités, désaérés et/ou essorés pour des raisons de complications et d'échecs d'ordre techniques (vibration, étanchéité). Ces essais n'ont donc pas été exploités.

On présente ici les formules testées, leur objectif et leurs conséquences sur le produit frais ou durci le cas échéant.

II.3.1. Formules pour caler les aspects techniques du procédé

Les premières formules (essais n°1 à 13) ont été réalisées de manière à prendre en main le matériel et pour régler les problèmes techniques. Ces formules n'incorporent pas d'adjuvants type fluidifiant, car il ne semblait pas nécessaire d'utiliser ce type de produit puisque l'étape d'essorage permet de retirer l'eau excédentaire introduite dans le mélange pour sa mise en place et son désaéragé. Toutefois, on a constaté une ségrégation vraisemblablement due à l'utilisation d'une trop grande quantité d'eau (ratios de remplissage peu élevés dans le diagramme). A partir de ces essais, un adjuvant type fluidifiant-réducteur d'eau a donc été utilisé (OFT3, pour la plupart des essais) pour permettre la fluidification du mélange sans avoir à ajouter une trop grande quantité d'eau (Partie II, Chapitre III). Sa présence, conjointement à l'application d'une vibration intense et de courte durée en fin de désaéragé, permet, en outre, de limiter la formation de filets de laitances inesthétiques au sein du bloc provenant du passage des bulles d'air lors du désaéragé.

II.3.2. Formules pour augmenter la compacité

L'augmentation de la compacité constitue le fondement du principe de formulation adopté pour la fabrication de la pierre reconstituée (Partie II, Chapitre II). Il est, en effet, largement admis qu'un matériau compact est gage de propriétés optimales tant du point de vue mécanique que du point de vue durabilité.

a) Utilisation du ciment CEM II 42,5 CBR

Le ciment CEM II 42,5 de CBR a été largement utilisé. De part sa finesse due à la proportion de fillers qu'il contient (20 % de fillers en substitution du clinker), les simulations de compacité montrent, en effet, que l'empilement granulaire est plus compact en sa présence (II.1).

On note toutefois que dans les cas d'environnement humide avec gel modéré ou sévère et utilisation de produits dégivrants, la norme P18-305, concernant les bétons prêt à l'emploi, recommande d'utiliser des additions calcaires dans un rapport $A/(A+C) < 0,05$. Avec A et C respectivement la quantité d'additions calcaires et de ciment Portland en kg/m^3 . L'utilisation du ciment CEM II 42,5 CBR qui contient 20 % de fillers calcaires (Partie II, chapitre III) à hauteur de 540 kg/m^3 (dosage en ciment généralement atteinte pour les blocs de pierre reconstituée) amène ce rapport à 0,22 (avec $C = 432 \text{ kg/m}^3$ et $A = 108 \text{ kg/m}^3$). Ce rapport est grandement supérieur aux recommandations de la norme.

On constate expérimentalement que les cycles de gel (suivant les recommandations de la RILEM 1977) sans sels de déverglaçage n'endommagent pas le matériau contrairement aux cycles en présence de sels (NaCl dosé à 3%) qui entraînent un écaillage de surface, parfois dès les premiers cycles.

A partir de ces constats, on a choisi d'utiliser exclusivement le ciment CEM I 42,5 CBR (essais 40 à 53) qui améliore, de plus, la stabilité des mélanges.

b) Utilisation du sable correcteur (S2)

Un essai a été tenté avec une proportion fortement majoritaire en sable S2 (Essai n°8). Un ressuage intense s'est manifesté entraînant une ségrégation des constituants défavorable à l'esthétique. Ce ressuage a permis de retirer une quantité d'eau très importante (141 l/m^3) lors de l'étape d'essorage (effectuée uniquement par le haut) réduisant ainsi le rapport E/C initial ; de 0,76 il passe à 0,46. Toutefois, l'essai n'a pas été reconduit car une fois durcie, la pierre présente les marques du passage de l'eau qui se traduisent par de sévères "crevasses" inesthétiques, probablement dues à l'aspiration trop intense et rapide de l'eau.

Le sable correcteur a fréquemment été utilisé en proportion équivalente avec le sable d'Ernzen (Essais n°1 à 7; 9 à 12; 31 à 36; 41). On a constaté l'apparition d'une ségrégation localisée sous la forme de laitances fines au sein du bloc. Celles-ci ne peuvent toutefois être attribuées uniquement à ce rapport de sable S1/S2 car, bien que nettement moins nombreuses, on en distingue encore quelques unes au sein de blocs contenant une proportion majoritaire en S1 (Essais n°46 à 52).

c) Utilisation d'additions minérales

Des fillers calcaires et siliceux ont été utilisés à hauteur de 15 à 16 % par rapport à la masse de ciment dans le but d'augmenter la compacité (Essais 22 à 28).

On a constaté la formation d'une épaisse couche de laitance à la surface du mélange lors de l'étape de désaéragé. Ce phénomène est dû à la fois à une vibration inadaptée (utilisation de vibreurs à balourds durant ces essais) et à la proportion importante de fines. De plus, les filets de laitances déjà présents au sein des blocs ne contenant pas d'additions minérales, sont encore plus nombreux lorsque des fillers sont incorporés au mélange, quand bien même on applique une vibration en fin de traitement.

En outre, aucune amélioration face au gel en présence de sels ne s'est manifestée, y compris en présence de fillers siliceux.

II.3.3. Formules pour limiter la ségrégation

Les conséquences de la ségrégation des constituants du mélange se manifestant tant au niveau de l'esthétique qu'au niveau des performances mécaniques et de la durabilité, plusieurs séries d'essais ont été effectuées en vue de limiter ces phénomènes.

A partir de l'essai n°30, les vibreurs à balourds ont été remplacés par un seul vibreur à mouvement rectiligne, placé sous le coffrage. Plusieurs essais ont été nécessaires pour la prise en main de ce nouveau système de vibration. On a choisi de tester des mortiers ayant un rapport S1/S2 de 85/15, et incorporant des fillers et des fumées de silice, respectivement à hauteur de 10 et 3% par rapport à la masse de ciment. La remontée d'une couche de laitance en surface et la formation des filets de laitances au sein des blocs formulés avec fillers et fumées de silice sont des problèmes qui n'ont pas été résolus, quand bien même le type de vibration était différent. Les phénomènes de ségrégation ne pouvant être minimisés au sein d'un mélange contenant une grande proportion de particules fines, ce sont donc finalement, des formules incorporant le ciment CEM I 42,5 CBR et du sable d'Ernzen en proportion majoritaire (S1/S2= 85/15) qui ont été retenues et réalisées avec succès, du point de vue ségrégation (Essai 44 à 53) ; disparition de la couche de laitances et réduction, voire disparition des filets de laitances.

II.3.4. Formules pour limiter le retrait

Pour limiter les phénomènes de retrait, plusieurs formules ont été testées. Sur la base d'une formule de mélange favorable à sa stabilité (CEM I 42,5, S1/S2 = 85/15, S/C=2,6), on a utilisé des fibres synthétiques et un anti-retrait (Eclipse de Grace).

Les fibres synthétiques ont été incorporées à hauteur de 1 kg/m³ (Essai 45). Le sciage du bloc après durcissement révèle que leur présence n'est pas incompatible avec l'étape de

désaéragé puisque aucune bulle d'air résiduelle n'est visible. Des essais de retrait n'ont pas pu être entrepris sur ce bloc, pour des raisons de délais. Ils ont toutefois été réalisés sur des éprouvettes issues d'une dalle contenant des fibres, fabriquée par compression en Allemagne et les résultats obtenus témoignent de leur efficacité (Partie IV, Chapitre II)

L'anti-retrait (Eclipse de Grace) a été utilisé à deux reprises (essais 46 et 48) à hauteur de 2 % dans un mélange ne comportant pas d'adjuvant fluidifiant-réducteur d'eau. Les essais de retrait effectués sur des échantillons de dimensions 4 x 4 x 70 cm (Partie IV) permettent de confirmer la bibliographie [Gettu et Al, 1999] qui annoncent une remarquable diminution du retrait. On a constaté, de plus, que l'anti-retrait a une action favorable sur les filets de laitance puisque ceux-ci n'apparaissent plus. Cette action est vraisemblablement à relier aux propriétés fluidifiantes énoncées par Gettu et al [Gettu et al., 1999].

Les essais 41 et 47, dépourvus d'additions minérales, ont eux aussi été soumis à des mesures de retrait, ainsi que des éprouvettes issues du bloc n°43 incorporant le CEM II 42,5 CBR, des fillers calcaires et des fumées de silice (respectivement 10 et 3 % par rapport à la masse de ciment).

II.3.5. Formules pour augmenter la résistance au gel

L'amélioration de la résistance au gel a été tentée par le biais de l'augmentation de la compacité des mélanges (Partie IV, Chapitre III), mais sans succès.

On a également effectué un essai avec un ciment CEM I Lafarge (essai n°23) dosé à 620 kg/m³ (dosage utilisé alors par l'industriel Allemand pour la fabrication des dalles par compression). Ce ciment comportant une quantité plus faible en C₃A que les ciments provenant de la cimenterie CBR, il était tentant de vérifier son comportement vis à vis du gel avec sels. Toutefois, les résultats expérimentaux montrent que la résistance face au gel avec sels n'est pas améliorée.

Enfin, un entraîneur d'air a été utilisé avec succès (essai n°51) car aucun écaillage dommageable de surface ne s'est produit à l'issue des 25 cycles de gel-dégel en présence de sels recommandés par la RILEM CDC2 1977. On a pu constater que l'utilisation d'un entraîneur d'air est compatible avec le procédé inventé et notamment avec l'étape de désaéragé. Rappelons que les bulles d'air entraînées ont un rayon compris entre 0,200 et 0,300 mm. Elles ne peuvent donc pas être évacuées (Partie II, Chapitre I). Lors de cet essai, l'entraîneur d'air a été (sur)dosé, par erreur, à 1 % (son dosage habituel est compris entre 0,02 et 0,3).

II.3.6. Adjuvants particuliers pour la modification de la rhéologie

On a constaté, tout au long de ces essais, que le fluidifiant réducteur d'eau utilisé habituellement confère au mélange un certain aspect collant. On peut penser que l'OFT3 agit en augmentant la viscosité plastique μ du mélange. En outre, bien qu'il ait une action sur les filets de laitance, sa présence ne permet pas de les faire disparaître totalement.

Plusieurs adjuvants ont donc été testés.

Un adjuvant viscosifiant (Sika 3010) a été utilisé (Essai 30) au sein d'un mélange (incorporant des fillers et des fumées de silice dosés respectivement à 10 et 5 % par rapport au ciment) mais, ni l'aspect collant ni les remontées de laitance n'ont été réduites de façon significative.

L'Optima 100 (Chryso) donne au mortier une fluidité qui ne s'accompagne pas de l'aspect collant. Toutefois, il n'a pas d'action sur les filets de laitances qui subsistent en sa présence.

Enfin, on a tenté d'utiliser un adjuvant autocompactant (ONS 1000, Tillman) pour constater du ressuage et de la possibilité de s'affranchir de cette étape (essai n°53). Après prise et durcissement, le bloc a été scié, et l'on a de nouveau constaté des filets de laitances.

II.4. FORMULATION PAR L'UTILISATION DE L'INDICE DE SERRAGE K

Au cours des essais de fabrication de blocs de pierres reconstituées, on a modélisé par l'indice de serrage chacune des étapes de la fabrication. Cette modélisation a fait l'objet d'une publication et d'un poster au colloque de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, en septembre 2000 à Marne La Vallée. La publication est présentée en fin de chapitre ainsi que le poster correspondant.

L'indice de serrage K (nommée également compactabilité) varie entre 0 et 9, sachant qu'à 9, l'empilement est bloqué. Elle est directement liée à la compacité de celui-ci.

La valeur de K pour chacune des étapes du procédé a été déterminée sur la base des résultats obtenus pour les essais de fabrication des premiers blocs de pierre. La valeur K1 relative à l'étape de coulage peut être utilisée comme échelle de consistance. On cherche alors la quantité d'eau de gâchage exacte pour atteindre cette valeur moyenne, obtenue ici, par l'utilisation du logiciel basé sur les fondements du Modèle d'Empilement Compressible. La

valeur K2 est relative à l'étape de désaéragage. Celle de K3 fait office d'objectif à atteindre pour l'étape d'essorage ; on cherche la quantité d'eau à essorer pour atteindre cette valeur cible.

Au coulage, la consistance jugée optimale est modélisée par une valeur moyenne $K = 4$, (établie par la synthèse des résultats expérimentaux) et correspond pour chaque mélange à une quantité d'eau de gâchage précise. Inférieure à 4, le mélange est trop fluide (il y a risque d'une ségrégation localisée). Supérieure à 4, le mélange est trop ferme pour un désaéragage optimal.

Après essorage, la valeur moyenne est de 7,5. Cette valeur permet d'estimer la quantité d'eau à essorer pour que les propriétés du matériau fini (porosité, résistances mécaniques) soient satisfaisantes.

II.5. CONCLUSION

Les simulations de mélanges présentées en début de chapitre ont été effectuées dans le but de limiter les essais à Ernzen. Toutefois, la mise en place technique du procédé a nécessité un nombre non négligeable d'essais qui ne sont donc pas exploitables. On présente, toutefois, en annexe 3, la composition de tous les essais de fabrication de pierres.

La confirmation des simulations théoriques a été constatée lors d'un certain nombre d'essais, et plus particulièrement les simulations concernant la ségrégation des mélanges. En effet, l'emploi du CEM II 42,5 CBR, d'ajouts minéraux et/ou de sable correcteur S2 en proportion majoritaire par rapport au sable d'Ernzen entraîne des phénomènes de ségrégation difficilement maîtrisés même lorsque le type de vibration est modifié (vibrateur à mouvement rectiligne).

C'est pourquoi, on a finalement choisi de réaliser des mélanges comportant moins de fines, au détriment de la compacité. Le CEM I 42,5 CBR et une proportion majoritaire en sable d'Ernzen ont été utilisés (rapport S1/S2 = 85/15). Ainsi, la remontée de couches de laitances ne s'est pas reproduit, et les filets de laitances ont été notablement réduits. Pour limiter les phénomènes de retrait, un adjuvant anti-retrait a été utilisé, et ce avec succès puisque les résultats de retrait obtenus sont optimistes (Partie IV, Chapitre II). De plus, les blocs fabriqués en présence cet adjuvant sont esthétiquement satisfaisants, puisque les filets de laitance n'apparaissent pratiquement plus. On a constaté que l'utilisation de fibres synthétiques peut également être un recours compatible avec la remontée des bulles d'air. Enfin, de sorte que le matériau résiste au gel simple ou avec sels, un entraîneur d'air a été utilisé. Les échantillons issus de ce bloc ont résisté au gel en présence de sels de déverglaçage.

Au cours de ces essais, et suite aux résultats obtenus, on a pu modéliser chacune des étapes de fabrication en leur affectant une valeur d'indice de serrage, utile pour la formulation et l'évaluation de la quantité d'eau à essorer. Ce travail a fait l'objet d'une publication et d'un poster présenté en septembre 2000 à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

COMPACTABILITE DE MELANGES GRANULAIRES HYDRAULIQUES FINS

André LECOMTE, Nelly VULCANO-GREULLET

JE 2167 «Structures et Matériaux», EGA/IUT Génie Civil de Nancy-Brabois,
Le Montet, 54601 Villers-lès-Nancy Cedex - lecomte@iutnb.u-nancy.fr

RESUME : La communication s'intéresse aux valeurs de compactabilité caractérisant les divers stades de coulage et de traitement de mélanges granulaires fins destinés à la fabrication de pierres artificielles. La consistance de ces mélanges singuliers est difficilement repérable par les moyens technologiques habituels, et elle évolue à chaque étape du procédé de fabrication. La connaissance de ce paramètre (associé à la nouvelle méthode de formulation des bétons du LCPC) permet alors de formuler des mélanges satisfaisant le cahier des charges (coulage, traitement, compacité) et, finalement, d'obtenir un produit ayant la qualité désirée.

ABSTRACT : The communication deals with values of compactability characterizing the various stages of casting and treatment of thin granular mix designed for the artificial stone manufacture. The consistency of these singular mixtures is not easy to observe by the usual technological means, and it alters at every stage of the manufacture process. The knowledge of this parameter (associated to the new method of formulation of concretes of the LCPC) permits to formulate mixtures satisfying the technical specifications (casting, treatment, compactness) and, finally, to get a product having the desired quality.

MOTS-CLES : Compactabilité, Compacité, Porosité, Hydratation, Mélanges granulaires, Pierre artificielle

I. INTRODUCTION

Les mélanges granulaires hydrauliques sont généralement proportionnés pour satisfaire les propriétés finales attendues du composite (résistances mécaniques, durabilité...), mais aussi pour permettre leur mise en œuvre aisée à l'état frais (coulage). Cet aspect est ordinairement spécifié par le biais de critères technologiques (comme par exemple l'affaissement au cône d'Abrams pour le béton) ou, plus rarement, par des critères rhéologiques (viscosité plastique, seuil de cisaillement). Il s'avère cependant que ces paramètres sont souvent insuffisants pour établir le lien entre la réelle aptitude au coulage du mélange dans l'encombrement du coffrage et la qualité effective du composite une fois mis en place (sa compacité). La formulation doit donc être établie en faisant référence à un ou plusieurs paramètres qui traduisent par exemple le niveau de serrage que l'on peut normalement espérer dans un contexte pratique donné, avec les moyens habituels de mise en œuvre correspondant à une énergie donnée (coulage, vibration...). C'est ce qu'exprime le terme de compactabilité associé à la récente méthode de formulation des mélanges granulaires hydrauliques développée par le LCPC ^{1,2}.

Les valeurs de compactabilités présentées ci-après sont celles de mortiers fins destinés à la fabrication de pierres artificielles, aux différents stades de leur élaboration. Elles sont déduites de la compacité relevée directement sur les préparations fraîches, de consistance satisfaisante, et de la porosité des pierres durcies de laquelle on a pu déduire la compacité des préparations fraîches.

II. COMPACTABILITE

Dans l'approche évoquée précédemment^{1,2}, la compacité Φ d'un mélange granulaire formé de n classes élémentaires est reliée (de façon implicite) à un *indice de serrage*, K , par la relation :

$$K = \sum_{i=1}^n \frac{\frac{y_i}{\beta_i}}{\frac{1}{\Phi} - \frac{1}{\gamma_i}} \quad (1)$$

où y_i est la proportion volumique de la classe i , β_i la compacité virtuelle de cette même classe (i.e. la compacité maximale que pourrait atteindre ses grains s'ils étaient empilés un à un, de façon déterministe), et γ_i la compacité virtuelle du mélange lorsque la classe i est dominante. K est aussi défini comme la somme des indices partiels K_i :

$$K = \sum_{i=1}^n K_i = \sum_{i=1}^n \frac{\frac{\Phi_i}{\Phi_i^*}}{1 - \frac{\Phi_i}{\Phi_i^*}} \quad (2)$$

avec Φ_i la compacité de la classe i et Φ_i^* la valeur maximale que peut prendre Φ_i lorsque la classe i est dominante, toutes les autres classes demeurant à volume constant. Les compacités virtuelles γ_i et les compacités maximales Φ_i^* sont calculées grâce au Modèle d'Empilement Compressible¹ (MEC) qui nécessite de connaître notamment la granularité des matériaux à disposition et la compacité virtuelle de leurs tranches élémentaires.

La relation (2) montre que lorsque la compacité $\Phi = \sum_{i=1}^n \Phi_i$ augmente (depuis zéro) pour atteindre la compacité virtuelle (γ), l'indice de serrage K passe de zéro à l'infini. Il existe alors une valeur unique de K pour chaque niveau de serrage d'un mélange granulaire quelconque (ce mélange atteint alors une certaine compacité Φ). K ne dépend que du mode de mise en place et il constitue une échelle de serrage généralisée, indépendante a priori du type de mélange granulaire mis en œuvre. Le tableau 1, repris de la référence 2 où le lecteur trouvera notamment les développements théoriques des précédents concepts, donne quelques valeurs typiques de K relatives à des *mélanges secs*, pour différents modes de mise en place. Pour une pâte lisse de ciment réalisée dans un malaxeur en présence d'eau (et éventuellement de superplastifiant), K est égal à 6,7¹.

Mode de mise en place	K
Déversement	4,1
Piquage	4,5
Vibration	4,75
Vibration + contrainte de 10 kPa	9

TAB. 1 : Indice de serrage K de mélanges secs, pour différents modes de mise en place¹

Dans les mélanges granulaires "humides", de type coulis, mortiers ou bétons, la porosité intergranulaire est remplie par l'eau et l'air piégé. Lorsque ces deux phases sont en excès (par rapport à la porosité de l'empilement sec), le squelette commence à être distendu (suspendu) et le coulage devient possible. En principe, plus le squelette est dilaté, plus le coulage est facile, mais les propriétés du composite risquent d'être compromises... Il s'agit alors, compte

tenu des moyens de mise en œuvre habituels qualifiés par un indice de serrage vraisemblable, de chercher la formule ayant les propriétés requises (compacité, résistance) en modulant, par exemple, les proportions respectives de chaque coupure granulaire à disposition. Cet indice de serrage est appelé *compactabilité*, K^* , pour le distinguer de l'indice de serrage des mélanges secs. Le tableau 2 donne quelques valeurs de compactabilité pour différents bétons.

On retiendra qu'à l'instar des critères technologiques habituels, tel l'affaissement au cône d'Abrams, la compactabilité est bien reliée à la compacité de la formule.

Type de béton et procédé de coulage	K^*
Béton sans superplastifiant + vibration	6
Béton avec superplastifiant + vibration	8
Béton compacté au rouleau	9
Béton autoplaçant	7

TAB. 2 : Compactabilité K^* de quelques bétons types¹

III. MATERIAUX ET PROCEDE

La pierre artificielle dont il est question ici est fabriquée à partir de deux sables fins (granularité 0/1), de ciment blanc, de pigment colorant, de filler calcaire, de fumées de silice blanches, de superplastifiant et d'eau. Le tableau 3 donne, à titre d'exemple, les dosages au m^3 de trois formules expérimentales ; les premières (formules A) ne sont pas "fluidifiées", les secondes (formules B) contiennent une dose intermédiaire de superplastifiant et les troisièmes (formules C) la dose de saturation¹ et des additions minérales.

		Constituants (kg/m^3)								
		Sables		Ciments		Additions			Liquides	
		s_1	s_2	CEMI 42.5	CEMII/A 42.5*	Fillers Calcaires	Fumées de silice	Pigment	Superplastifiant	Eau
Formules	A1	495	615		634	-	-	0,9	-	307
	A2	618	637	491		-	-	1,7	-	297
	B1	836	431		485	-	-	1,0	0,5	291
	B2	828	441		524	-	-	1,1	1,1	278
	C1	1066	194		477	48	14,7	1,1	3,6	268
	C2	1061	194		486	49	15,0	1,1	3,7	266

* 81% de CEMI 42,5, 19% de fillers crayeux

TAB. 3 : Quelques exemples de formules de pierres reconstituées

Ces formules (air compris) sont celles des mélanges frais tels qu'ils sont réalisés au premier stade du procédé. La quantité d'eau a été ajustée pour atteindre une consistance suffisamment fluide, indispensable à l'obtention d'une préparation homogène (bonne dispersion des constituants), et pour permettre le coulage et la suite du traitement. Aucune méthode classique de repérage de cette consistance ne s'est avérée réellement probante ; ces mortiers fins ne coulent pratiquement pas au cône de Marsh, mais s'écoulent trop rapidement dans le

maniabilimètre à mortier LCL. Les mesures d'affaissement ou d'étalement sont inadaptées. Des mesures rhéologiques sont toutefois prévues ultérieurement (viscosité plastique, seuil de cisaillement). La technique empirique retenue à ce stade consiste à repérer visuellement et manuellement la fluidité qui satisfait la suite du procédé, en la corrélant à la puissance consommée par le malaxeur.

Une fois coulés, ces mélanges subissent deux traitements où l'air et l'eau sont éliminés au maximum, de façon à retrouver l'aspect et la compacité des pierres naturelles (les détails techniques de ces traitements ne peuvent être développés ici). Là encore, il n'existe aucun moyen simple de repérage des consistances successives. Par contre, comme on l'a vu précédemment, la connaissance de la compactabilité K^* atteinte à chaque stade de la fabrication permet de relier les paramètres des formules aux propriétés des mélanges frais (puis durcis).

IV. COMPACTABILITES MESUREES SUR LES PREPARATIONS FRAICHES

D'après la relation (1), il faut déterminer la compacité Φ d'un mélange granulaire – dont on connaît les propriétés directes (β_i, y_i) ou dépendantes (γ_i) de chacune des tranches – pour trouver sa compactabilité K^* (et réciproquement).

Par définition, la compacité Φ est égale à

$$\Phi = \frac{V_s}{V_t} \quad (3)$$

Le volume solide V_s de la formule est déduit du dosage pondéral M_s et de la densité réelle ρ_r des n constituants solides :

$$V_s = \sum_{i=1}^n \frac{M_{si}}{\rho_{ri}} \quad (4)$$

Le volume total V_t , pris égal à l'unité, est calculé en ajoutant à V_s le volume d'eau (e) et le volume d'air (a) (mesuré à l'airmètre ou déduit de la mesure du volume réel de la préparation en place³) :

$$V_t = V_s + e + a = 1 \quad (5)$$

et donc :

$$\Phi = V_s \quad (6)$$

Le tableau 4 donne pour chaque formule, aux trois stades de la fabrication, les volumes e et a en litres pour 1 m³, la compacité Φ et la compactabilité K^* calculée avec le MEC. On constate clairement que ces valeurs diffèrent bien à chaque stade du procédé, sans toutefois pouvoir établir de distinctions franches entre formules non fluidifiées, peu fluidifiées ou fluidifiées à la dose de saturation. L'explication se situe probablement dans la variabilité de la consistance au stade du coulage (les six formules présentées avaient sans doute des fluidités assez nuancées) et dans les aléas des traitements appliqués aux stades suivants, liés à l'aspect (encore) expérimental du procédé. Mais, en considérant par exemple les moyennes obtenues à chacun des stades, on obtient un ordre de grandeur des compactabilités déjà satisfaisant. On peut ainsi attribuer au coulage une compactabilité de 4,1, à la première étape une valeur de 5,2 et la deuxième étape une valeur de 6,9. K^* qui caractérise le coulage (4,1) est nettement inférieure à la valeur des bétons présentés dans le tableau 2 ou à celle d'une pâte lisse obtenue dans un malaxeur (6,7). Cette différence peut s'expliquer par la plus grande quantité d'eau nécessaire pour permettre l'écoulement (cisaillement) de ces mélanges fins au spectre granulométrique restreint, à cause du grand nombre de points de contacts et des phénomènes physico-électriques afférents.

Stade	Coulage				1 ^{ère} étape				2 ^{ème} étape				Φ_{\max} ($K^*=9$)	
	e	a	Φ	K^*	e	a	Φ	K^*	e	a	Φ	K^*		
Formules	A1	307	60	0,633	3,9	324	0	0,667	4,7	293	0	0,698	5,7	0,756
	A2	297	59	0,644	4,3	316	0	0,684	5,6	262	0	0,738	8,7	0,741
	B1	291	63	0,649	4,0	310	0	0,689	5,0	270	0	0,730	6,7	0,765
	B2	278	55	0,662	4,2	296	0	0,703	5,4	245	0	0,754	7,8	0,769
	C1	268	56	0,670	4,0	285	0	0,712	5,1	265	0	0,732	5,9	0,787
	C2	266	51	0,672	4,1	283	0	0,714	5,2	250	0	0,747	6,5	0,787

TAB. 4 : Paramètres du calcul des compactabilités K^* aux différents stades du procédé (les K^* sont calculées avec le Modèle d'Empilement Compressible).

Rappelons par ailleurs que l'objectif après traitement est d'obtenir des préparations fraîches les plus compactes possibles, sans air, et avec la quantité d'eau juste nécessaire pour remplir la porosité de l'empilement sec. La compacité espérée pour cet empilement est celle pour laquelle K^* avoisine 9 (tableau 1). Les compacités correspondantes (Φ_{\max}) sont données dans la dernière colonne du tableau 4. On comparant Φ_{\max} à la compacité Φ obtenue à l'issue de la deuxième étape, on constate que certaines pierres atteignent pratiquement la compacité maximale. Ce sont celles pour lesquelles le procédé technique expérimental a bien fonctionné.

V. COMPACTABILITES DEDUITES DE LA PIERRE DURCIE

Dans le cas présent, pour évaluer la compactabilité d'un mélange frais, on a vu qu'il fallait connaître la compacité aux différents stades de la mise en place. Cela demande notamment de mesurer le volume d'air du mélange au moment du coulage, puis d'estimer ou de mesurer les volumes d'air et d'eau éliminés par la suite. Ces repérages ne sont malheureusement pas toujours pratiqués. Le seul témoin qui reste est alors la pierre durcie. Connaissant sa porosité (mesurée à 28 jours par exemple), on se propose de remonter à la compacité de la préparation fraîche après traitement (2^{ème} étape), sachant que le *dosage relatif des constituants solides est connu*. Il suffit alors de retrouver la quantité d'eau (e) présente avant la prise et le durcissement du mélange hydraulique, paramètre utilisé au demeurant pour la caractérisation des propriétés mécaniques des produits durcis (rapport e/c).

Cette quantité d'eau est donc la seule inconnue. Dans la pierre durcie, l'eau initiale a servi à hydrater le ciment Portland (e_h); l'excédent est à l'origine la porosité mesurée (n) (on supposera que la mesure de la porosité selon la norme NF B10-503 donne bien la porosité totale de l'échantillon, compris l'eau absorbée par les hydrates). Cette porosité résulte aussi pour partie de la contraction "le Chatelier" liée à l'hydratation (n_{lch}) et du volume d'air (a) piégé dans le mélange frais (volume en principe nul ici). Dans ce cas, on peut écrire :

$$e = n + t \cdot hc \cdot e_h - n_{lch} - a \quad (7)$$

A partir des calculs chimiques basés sur la composition de Bogue proposés par Czernin, cité par Baroghel-Bouny⁴, on trouve pour la phase Portland des ciments utilisés, complètement hydratée, une quantité d'eau e_h de l'ordre de 0,246 c (c est la masse de ciment). Le même auteur estime n_{lch} à environ 25% de e_h . Le degré d'hydratation h_c à long terme du ciment dépend du rapport e/c et de la présence des éventuelles additions pouzzolaniques. Waller⁵ propose la relation suivante :

$$hc = 1 - \exp(-3.38(e/c - \delta)) \quad (8)$$

dans laquelle δ est un paramètre qui dépend de la présence des pouzzolanes (fonction notamment du rapport e/c). Enfin, on peut tenir compte aussi d'un facteur temps t qui décrit

l'avancement de l'hydratation au moment de la mesure de porosité ($t=0$ pour la préparation fraîche, $t=1$ pour un ciment Portland à 28 jours ; ce terme pourra être ajusté ultérieurement).

La résolution formelle de ce système pose certains problèmes, à cause notamment de la présence d'exponentielles. On peut toutefois chercher une solution implicite (en faisant varier e) pour laquelle on retrouve la formule fraîche de volume unité avec les proportions de départ en constituants solides. Cette quantité d'eau (e) est celle qui sera mobilisée par les hydrates (dans les conditions exposées ci-avant) et participera à la porosité mesurée (n). Les calculs intermédiaires et les exemples numériques ne peuvent être présentés ici.

Ce principe a été appliqué à plusieurs échantillons de pierres durcies dont on connaissait précisément les caractéristiques à l'état frais (étape 2). On retrouve avec une bonne précision, à partir de la porosité mesurée sur les pierres durcies, la quantité d'eau e et la compacité Φ des préparations fraîches, et donc aussi la compactabilité K^* . Il a été appliqué également à diverses tranches de pierres présentant des porosités différentes, dans le but de retrouver la quantité d'eau initiale. Celle-ci a alors été rapprochée de la résistance à la compression mesurée sur ces tranches, en vue d'une modélisation des propriétés des matériaux durcis.

VI. CONCLUSION

La compactabilité associée à la nouvelle méthode de formulation des bétons proposée par le LCPC se révèle être un marqueur privilégié pour l'étude de diverses formulations de pierres artificielles. On peut ainsi trouver les proportions optimales du squelette minéral, et les quantités d'air et d'eau "de fabrication" que l'on peut légitimement espérer évacuer des mélanges, à chaque stade du procédé utilisé ici. Ces valeurs sont déduites de mesures expérimentales de compacité des préparations fraîches ou de la porosité des pierres durcies. Elles sont plus faibles que celles habituellement rencontrées pour les bétons du génie civil, en raison notamment du caractère fin et de l'étendue granulaire réduite des mélanges utilisés.

Remerciements

Les auteurs remercient pour leur soutien matériel et logistique Messieurs Guy Feidt et Michel Pirotte, de la Société luxembourgeoise des Carrières Feidt, et Messieurs Scharfè et Steichen, du Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Luxembourg.

Références

- 1 De Larrard F. (2000), Structures granulaires et formulation des bétons, traduit de l'anglais par A. Lecomte, *Etudes et recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 420 p. à paraître.
- 2 De Larrard F., Sedran T. (1999), Une nouvelle approche de la formulation des bétons, *Annales du Bâtiment et des Travaux Publics*, n° 6, éditions ESKA, décembre, pp.39-54.
- 3 Lecomte A. (1998). Ajustement des méthodes de formulation de béton au m³ en tenant compte du volume réel. *Annales du Bâtiment et des Travaux Publics N°5*, octobre – novembre, pp. 13-26.
- 4 Baroghel-Bouny (1994). Caractérisation des pâtes de ciments et des bétons ; méthodes, analyse, interprétation. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées. 428 p.
- 5 Waller V. (1999). Relation entre composition, exothermie en cours de prise et résistance en compression des bétons. *Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*, Paris.

Compactabilité de mélanges granulaires hydrauliques fins

La compactabilité K^* définit le niveau de compacité que peut atteindre un mélange humide mis en œuvre par un moyen donné. C'est une notion associée aux nouveaux outils de formulation des mélanges hydrauliques du LCPC (équipe F. de Larrard).

Elle est déduite des concentrations solides relatives des classes élémentaires Φ_i/Φ_i^* .

$$K^* = \sum_{i=1}^n K_i = \sum_{i=1}^n \frac{\Phi_i}{\Phi_i^*}$$

Type de béton et procédé de coulage	K^*
Béton sans superplastifiant + vibration	6
Béton avec superplastifiant + vibration	8
Béton compacté au rouleau	9
Béton autoplaçant	7

Quelques valeurs de compactabilité

Les mélanges granulaires fins sont destinés à des pierres reconstituées fabriquées selon un procédé original qui comporte 2 étapes.

Formules	Constituants (kg/m ³)								
	Sables		Ciments		Additions			Liquides	
	s ₁	s ₂	CEMI 42.5	CEMII/A 4	Fillers Calc.	Fumées de silice	Pigment	Superplastifiant	Eau
A1	495	615		634	-	-	0,9	-	307
A2	618	637	491		-	-	1,7	-	297
B1	836	431		485	-	-	1,0	0,5	291
B2	828	441		524	-	-	1,1	1,1	278
C1	1066	194		477	48	14,7	1,1	3,6	268
C2	1061	194		486	49	15,0	1,1	3,7	266

Quelques formules de pierres reconstituées

Formules A : sans superplastifiant

Formules B : avec superplastifiant à dose intermédiaire

Formules C : avec superplastifiant à dose de saturation

Granularité des 2 sables : 0/1

Détermination de K^* à partir des préparations fraîches

1 : Mesure de la compacité Φ des préparations réalisées

2 : Calcul de K^* avec le MEC (Modèle d'Empilement Compressible)

$$\Phi = \frac{V_s}{V_t}$$

$$K^* = \sum_{i=1}^n \frac{y_i}{\frac{\beta_i}{1 - \frac{1}{\gamma_i}}}$$

Formule	Stade	Coulage				1 ^{ère} étape				2 ^{ème} étape				Φ_{max} ($K^*=9$)
		e	a	Φ	K^*	e	a	Φ	K^*	e	a	Φ	K^*	
A	A1	307	60	0,633	3,9	324	0	0,667	4,7	293	0	0,698	5,7	0,756
	A2	297	59	0,644	4,3	316	0	0,684	5,6	262	0	0,738	8,7	0,741
B	B1	291	63	0,649	4,0	310	0	0,689	5,0	270	0	0,730	6,7	0,765
	B2	278	55	0,662	4,2	296	0	0,703	5,4	245	0	0,754	7,8	0,769
C	C1	268	56	0,670	4,0	285	0	0,712	5,1	265	0	0,732	5,9	0,787
	C2	266	51	0,672	4,1	283	0	0,714	5,2	250	0	0,747	6,5	0,787

Valeurs de Φ et K^*

K^* a pu être déduite aussi de la porosité du matériau durci, à partir d'approximations sur l'hydratation du ciment.

Les valeurs de K^* sont plus faibles que celles rencontrées habituellement pour les bétons en raison notamment du caractère fin et de l'étendue granulaire réduite des mélanges utilisés.

CHAPITRE III

MESURES A L'ETAT FRAIS

Plusieurs mesures sur les mortiers frais ont été effectuées lors des essais de fabrication de blocs à Ernzen. Il s'agit principalement de mesures d'étalement pour déterminer et contrôler la consistance, de température avant et après traitement, de mesure de teneur en air et de mesures relatives à l'essorage.

Des mesures en laboratoire ont également été entreprises en parallèle. On a reproduit l'étape de désaéragé de manière à comprendre la formation des filets de laitance visibles au travers du produit, une fois scié, et l'on a effectué des mesures de rhéologie au Laboratoire Central des Ponts et Chaussées de Paris pour déterminer les paramètres rhéologiques propres aux mortiers de pierres reconstituées.

III.1. MESURES LORS DES ESSAIS DE FABRICATION A ERNZEN

III.1.1. Mesures de consistance

Il existe une quantité de techniques pour évaluer la consistance des mélanges hydrauliques, c'est à dire leur aptitude à être mis en place (ouvrabilité). Plusieurs de ces techniques ont été utilisées sur le lieu de fabrication.

Tout d'abord, en raison de la consistance relativement fluide des premiers mélanges, on a utilisé l'essai d'écoulement au cône de Marsh (figure III.8) lors des 10 premiers essais, sur mortiers non fluidifiés. Cet essai consiste à mesurer le temps d'écoulement d'un certain volume de mortier au travers d'un goulot d'ajutage donné. L'ajutage utilisé alors était de 10 mm. Le temps d'écoulement de 1 litre de mortier a varié de 15 à 45 s. Les mélanges étaient très fluides et présentaient une ségrégation accompagnée d'un ressuage plus ou moins important. Pour limiter cet inconvénient, on a utilisé une moindre quantité d'eau, et un adjuvant fluidifiant. Ces modifications effectuées, le mortier présente une consistance trop ferme qui ne lui permet pas de s'écouler facilement au travers du cône, même lorsque celui-ci est muni d'un ajutage de plus grand diamètre (12,5 mm).



Figure III.8 : Mesure d'écoulement au cône de Marsh

Le maniabilimètre LCL, (figure III.9) dont l'essai consiste à repérer le temps que prend le mortier pour s'écouler sous vibration jusqu'à un repère gradué (norme P18-452), est une mesure qui peut convenir. Elle a été utilisé lors des essais n°14,15 et 16). On a obtenu respectivement 3, 5 et 3 secondes.

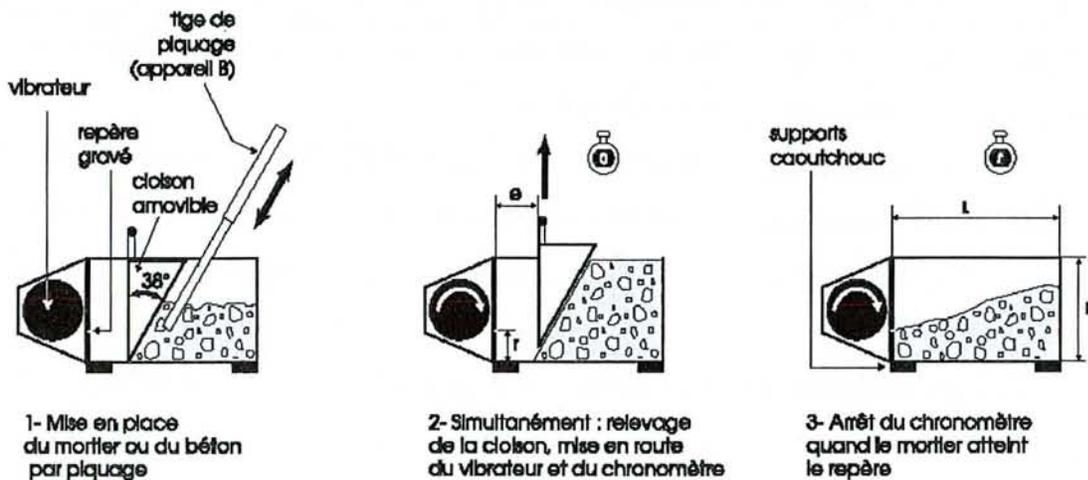


Figure III.9 : Le maniabilimètre LCL

La mesure d'affaissement au cône d'Abrams (norme NF 18-451) pour bétons, n'a pas été utilisée car la fluidité du mélange ne semblait pas adapter à cette méthode. Finalement les essais au LCPC ont montré que le cône MBE de principe identique et dont les dimensions

sont adaptées aux pâtes et mortiers (Dimensions du Cône d'Abrams réduites de moitié), aurait pu convenir.

Ce sont des mesures d'étalement sur tables (Figure III.10) qui ont été fréquemment effectuées à partir du 20^{ème} essai. Cet essai correspond au flow test de norme ISO 9812. Un récipient de un litre a été utilisé. Rempli de mortier et damé dix fois par une tige en fer, le récipient est soulevé, et le mortier est soumis à 15 chocs, pendant lesquels il s'étale et forme une galette. Les dimensions de celle-ci sont notées et constituent un repère de consistance.

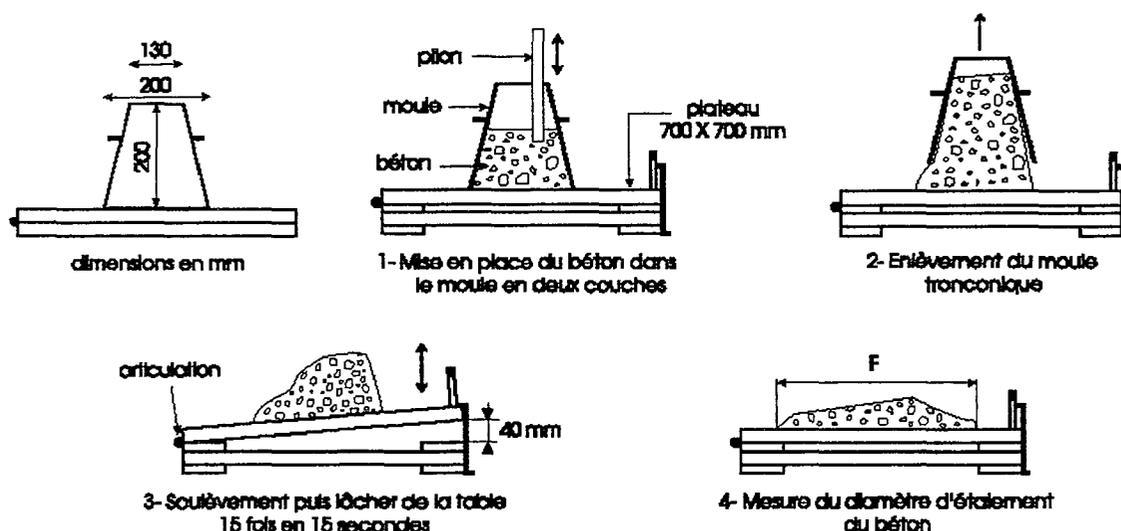


Figure III.10 : Principe de la mesure d'étalement

De l'essai n°20 à l'essai n°35, on a obtenu des étalements compris entre 45 et 48 cm. A partir de l'essai 35, des mortiers de consistances plus fermes ont été réalisés : l'étalement obtenu est compris entre 30 et 35 cm.

On présente le récapitulatif de ces mesures d'ouvrabilité dans le tableau III.3.

Tableau III.3 : Résultats des mesures d'ouvrabilité, effectués lors des essais de fabrication

Essais et méthode employée	Cône de Marsh	Maniabilimètre LCL	Etalement
N°1 à 10	15 – 45 s		
N°14 à 16		3 – 5 s	
N°20 à 35			45 – 48 cm
N°35 à 53			30- 35 cm

III.1.2. Teneur en air

L'évaluation de la quantité d'air emprisonnée dans les mortiers juste après malaxage a été réalisée sur certains mortiers par mesure à l'aéromètre selon la norme NF P 18-353 et par calcul, suivant la méthode décrite par [A. Lecomte, 1998].

Le calcul consiste à déterminer, d'une part, la masse volumique expérimentale ρ_e issue de simples pesées :

$$\rho_e = \frac{Mc}{V_c(\text{réc})} \quad (\text{III.15})$$

Avec Mc , la masse des constituants dans le récipient, et $V_c(\text{réc})$, le volume du récipient.

Et d'autre part, la masse volumique théorique :

$$\rho_t = \frac{\sum_{i=1}^n M_{hi}}{(V_r)} \quad (\text{III.16})$$

Avec M_{hi} et V_r , respectivement la masse humide de tous les constituants et le volume réel (obtenu à partir de la masse humide et des propriétés de tous les constituants ; masse volumique réelle, teneur en eau, absorption).

Le volume d'air occlus est alors déduit de la différence de ces masses volumiques ramenées au mètre cube :

$$a = 1000.(1 - (\rho_e / \rho_t)) \quad (\text{III.17})$$

La figure III.11 présente quelques valeurs de quantité d'air mesurées avec l'aéromètre et confrontées au calcul. Notons, toutefois que l'évaluation de la quantité d'air par l'une ou l'autre des méthodes est souvent entachée d'erreurs en raison des imprécisions inévitables lors du remplissage du récipient (arusement difficile et salissures pas toujours parfaitement nettoyées).

En général, les gâchées présentent en moyenne 6 % d'air occlus.

Ces valeurs justifient l'approximation qui est faite dans la fiche récapitulative des essais (Annexe 3), où le volume d'air est considéré constant et égal à 6%.

Après désaéragé, la quantité d'air expulsée peut être estimée par la différence de volume avant et après désaéragé. On constate une diminution de 15 à 20 litres pour un volume total de 280 à 300 litres. Ce qui représente 5 à 6 % environ.

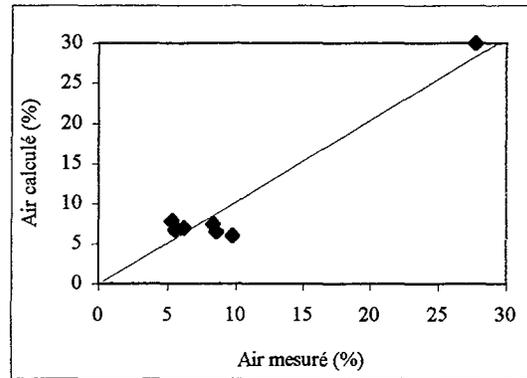


Figure III.11 : Mesures de la teneur en air en fonction du calcul

III.1.3. Température

Les essais de fabrication se sont déroulés en période hivernale (entre octobre et mars), dans les locaux de la carrière d'Ernzen où la température ambiante est généralement comprise dans une fourchette de 5 à 10 °C.

La température des gâchées mesurée avant traitement est comprise dans cette même fourchette. Après désaéragé, la température en surface du bloc est généralement de 1 à 2 °C inférieure à la température avant traitement.

III.1.4. Essorage

L'étape d'essorage est destinée à retirer l'excédent d'eau pour approcher un empilement serré des grains. En général, on retire entre 60 et 95 l/m³ à une vitesse qui varie en fonction de la perméabilité, de l'homogénéité du bloc (Partie II) et de la technique employée (essorage par la partie supérieure et/ou inférieure). On présente ici (figure III.12 et III.13) l'évolution de l'essorage en fonction du temps pour le cas de plusieurs formules.

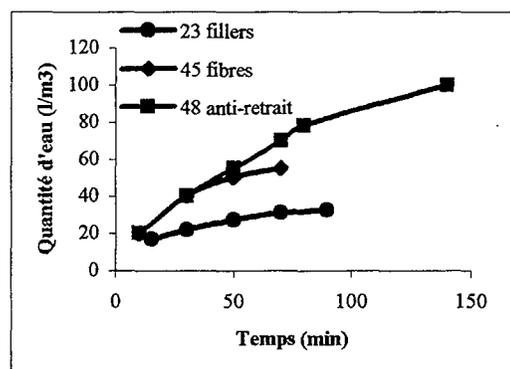
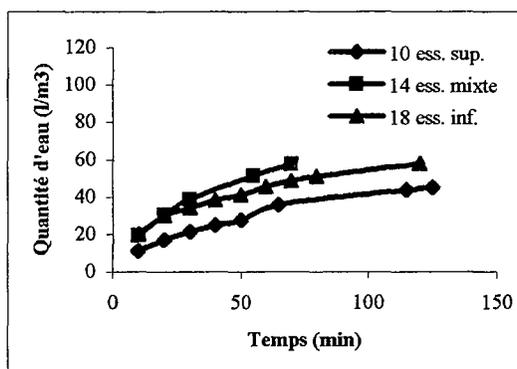


Figure III.12 et III.13 : Quantité essorée en m³ en fonction du temps

Les essais n°10, 18 et 14 diffèrent principalement par la technique de l'essorage mis en place. Les formules de ces mélanges sont quasiment identiques en fin de désaéragé (Annexe 3). Ils présentent respectivement un dosage en ciment de 522, 517 et 533 kg/m³, et une proportion sables S1 et S2 de 50/50, 67/33 et 66/34. Au vu de ces courbes, on constate que l'essorage mixte par le haut et par le bas (Essai 14), et plus efficace que lorsqu'il est effectué par une seule extrémité (par le haut ; essai 10, et par le bas ; essai 18). L'essorage par la partie inférieure est plus rapide que celui par la partie supérieure. Ceci est vraisemblablement dû à l'étanchéité difficilement assurée par le haut (joint inefficace et talochage de mortier frais ; Chapitre I).

Les essais 23, 45 et 48 diffèrent par leur formule et le mode de vibration. L'essai 23 incorpore des fines calcaires, du ciment CEM I 42,5 Lafarge à hauteur de 600 kg/m³ et une proportion S1/S2 de 50/50, tandis que les essais 45 et 48 sont respectivement dosés en CEM I 42,5 CBR à 498 et 528 kg/m³ et leurs proportions S1/S2 sont identiques à 85/15. En outre, la vibration de l'essai 23 lors du désaéragé est effectuée par les vibreurs à balourds qui favorisent la remontée de laitance. On voit à quel point l'étape d'essorage est pénalisée par cette ségrégation (due à la fois par la présence d'une grande proportion de fines et par l'utilisation d'un vibreur inadapté), comparativement aux courbes obtenues pour les essais 45 et 48.

III.2. MESURES EN LABORATOIRE

III.2.1. Essais de désaéragé

L'essai de désaéragé en laboratoire a eu pour objectif la visualisation de la remontée des bulles d'air au sein d'un mortier. Pour reproduire l'étape de désaéragé en laboratoire, on utilise une cloche à vide transparente, reliée à une pompe à vide et installée sur une tamiseuse qui fait office de vibreur. La cloche à vide et son contenu sont soumis à une dépression identique à celle obtenue lors des essais de fabrication de bloc (8000 Pa) et à une légère vibration.

On a pu constater, au travers des parois transparentes de la cloche à vide, la remontée des bulles d'air et le fantôme de leur chemin de passage sous la forme de fines traînées de laitance (mélange de fines et d'eau) de 0,5 à 1 cm de long.

Expérimentalement, et à l'échelle du laboratoire, ces traînées sont systématiquement créées lorsque le mélange est fluide et ne comporte pas d'adjuvants fluidifiants. En présence de l'adjuvant OFT3, on a pu remarquer que leur formation est moins fréquente. L'essai sur

mortier contenant des additions minérales (fillers et fumées de silice à hauteur respective de 10 et 3 % du dosage en ciment) ne semble pas avoir d'influence sur leur formation. Enfin, la mise en vibration (par la tamiseuse) ne permet pas de les faire disparaître.

Ce phénomène correspond à une ségrégation localisée. Lorsque le mélange est fluidifié avec une grande quantité d'eau en excès les grains sont dispersés dans une matrice fluide. On est loin de l'empilement serré qui stabilise le mélange. Les bulles d'air, lors de leur ascension, se frayent un chemin en écartant les grains situés à proximité. Cette perturbation localisée par la mise en mouvement des grains engendre l'arrivée de laitance par un phénomène de séparation des grains contenu dans le mélange.

La présence de fluidifiants permet de diminuer la quantité d'eau nécessaire à la fluidité optimale. L'empilement de grains se trouve alors plus serré, ce qui freine la ségrégation des constituants, sans pour autant l'annuler totalement. L'utilisation de l'anti-retrait Eclipse de Grace semble avoir une action favorable sur ces laitances, car les blocs correspondants (n°47 et 48) ne possèdent pratiquement plus ces défauts.

La présence d'additions minérales peut empirer ce phénomène si le mélange granulaire présente un diagramme de remplissage propice à la ségrégation. L'établissement et l'analyse de ces diagrammes (Partie II–Chapitre II) montrent que ces additions minérales, aux dosages donnés, n'influencent pas ou peu la ségrégation, déjà présente lorsque pour les mélanges dépourvus d'additions. Expérimentalement à l'échelle de gâchées de laboratoire, on ne constate pas de ségrégation particulière lors de la reproduction de l'étape de désaéragé. Par contre, à l'échelle des blocs fabriqués à Ernzen, on remarque, après sciage, une augmentation de leur nombre lorsque le mélange contient une forte proportion en particules fines (essais 23 à 30 ; et 37 à 43)

Toutefois, la reproduction de la vibration en laboratoire est très loin d'être satisfaisante, on ne peut donc pas juger, par exemple, de l'inefficacité d'une mise en vibration du mélange sur les traînées de laitances. On pourrait raisonnablement penser qu'une mise en vibration efficace en fin de désaéragé peut permettre l'atténuation de ces laitances, dans le cas de leur formation. En appliquant cette technique lors des essais à Ernzen sur des mélanges fluidifiés ne comportant des fillers et des fumées de silice, les filets de laitance ne disparaissent pas totalement mais sont tout de même, réduits en nombre.

III.2.2. Mesures de rhéologie

Ces essais ont été effectués au Laboratoire Central des Ponts et Chaussées de Paris, lequel dispose, notamment, d'un rhéomètre spécifique au béton BTRHEOM [de Larrard, 1993] et d'un viscosimètre à ailettes type VT 550.

L'objectif des mesures de rhéologie est de déterminer les valeurs des paramètres μ (viscosité plastique) et τ_0 (seuil de cisaillement) de mortiers de consistance identique à celle des mortiers servant à la fabrication des blocs à Ernzen. Cette consistance est celle qui permet le désaéragage en un temps réduit.

Toutefois, un premier essai à cette consistance n'a donné aucun résultat ; BTRHEOM n'a pas cisailé le mortier de façon uniforme et le viscosimètre à ailette n'a pas pu entrer en mouvement. On a donc choisi d'augmenter la fluidité des mélanges. Plusieurs mortiers ont été testés pour étudier l'influence de la présence d'adjuvants ou de fibres sur les paramètres rhéologiques τ_0 et μ .

a) Présentation des formules testées

Les mortiers sont constitués de CEM I 42,5 CBR à hauteur de 480 kg/m^3 (ce qui correspond aux dosages généralement utilisés pour qu'en fin de traitement, le dosage soit de 540 kg/m^3) et de sables d'Ernzen et correcteur dans un rapport de 85/15. On a choisi de déterminer l'influence de la présence d'OFT3 dosé à saturation, de fibres synthétiques introduites à hauteur de 1 kg/m^3 de mortier (adjuvanté par l'OFT3), et de l'adjuvant anti-retrait Eclipse (tableau III.2).

Tableau III. 2 : Formules des mélanges pour les essais de rhéologie

Constituants	Formule 1	Formule 2	Formule 3	Formule 4	Formule 5
Formule au m^3	(Kg/ m^3)				
Ciment CEM I CBR	480	480	480	480	480
S1/S2	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
Fibre	-	-	1	-	1
OFT3	-	1,92	0,07	-	0.033
Eclipse	-	-	-	9,60	-
Eau	335	302	325	305	320
E/C	0,70	0,63	0,68	0,64	0,67

b) Mesures préalables

Des mesures de consistance ont été effectuées sur chacun des mortiers par les essais au minicône et au cône MBE. Ces essais s'apparentent respectivement aux mesures d'étalement et d'affaissement au cône d'Abrams que l'on effectue fréquemment sur des bétons (selon la norme NF P18-451). Les dimensions du cône MBE correspondent, en effet à celles du cône d'Abrams divisé par 2. Le volume d'échantillon nécessaire à ces mesures est donc moins important et permet d'étudier la consistance des pâtes de ciment ou des mortiers. On a également effectué une mesure d'étalement telle qu'elle est réalisée lors de la fabrication des blocs à Ernzen c'est-à-dire, avec un récipient d'1 litre et une table à choc comparable à celle de la norme Allemande DIN 1048-1. (Tableau III.3).

Seuls le mortier témoin (formule 1) et le mortier adjuvanté par l'Eclipse (formule 4) ont une consistance identique à celle des mortiers fabriqués pour la reconstitution du grès. Ils présentent en effet un étalement moyen identique à celui mesuré lors des derniers essais de fabrication de blocs (30 à 35 cm, Essais n°35 à 53). Malheureusement, aucun des deux n'a pu être convenablement étudié pour la détermination des paramètres rhéologiques, en raison des limites des appareils utilisés.

Tableau III.3 : Mesures de consistance des mortiers

	Minicône		Cône MBE		Etalement
	Etalement	Affaissement	Etalement	Affaissement	Vol. 1litre
	en cm		en cm		cm
Formule 1	10,5	1,2	15	8	32,5
Formule 2	13,4	2,5	18,8	9,5	47,5
Formule 3	16,5	3	26,5	12	44,5
Formule 4	10,1	1	15	8	31,5
Formule 5	12,7	2,4	19,3	9,5	45,5

Les mortiers correspondant aux formules 2, 3 et 5 présentent un étalement au minicône compris entre 12,7 et 16,5 cm, et un étalement supérieur à 40 cm. La valeur obtenue par la mesure de l'affaissement au cône MBE (9,5 cm en moyenne) peut être comparée à celle obtenue pour des bétons (en prenant soin de doubler cette valeur ; ce qui revient à 18 cm). Les mortiers de formules 1 et 4 sont donc fluides et ceux de formules 2, 3 et 5 sont très fluides. On constate, en outre, que le mortier de formule 2 adjuvanté par l'OFT3 présente un ressuage

important caractérisé par l'apparition d'une pellicule d'eau en surface. En raison de ce phénomène, les essais sur ce mortier n'ont pas été tentés. Les mortiers de formules 3 et 5, bien que très fluides, ont présenté un ressuage moins important en raison notamment de la présence de fibres.

On peut noter, de plus, que l'anti-retrait Eclipse présente une action fluidifiante ; on voit en effet, que le mortier de formule 4 présente pratiquement la même consistance que le mortier témoin de formule 1 (respectivement 31,5 et 32,5 cm à la mesure d'étalement), alors que son rapport E/C est nettement plus faible (0,64 et 0,70 pour le mortier témoin).

c) Mesures au rhéomètre BTRHEOM

Le rhéomètre BTRHEOM (figure III.14 et III.15) est un appareil conçu par l'équipe du LCPC [de Larrard, 1993] pour la détermination du comportement rhéologique des bétons. Il présente une géométrie plan-parallèle. Le couple de torsion est engendré par la rotation d'un des deux plans autour de l'axe perpendiculaire au plan. Il comporte des pâles qui permettent l'entraînement du béton et de ses granulats. L'échantillon, introduit dans le récipient du rhéomètre est tout d'abord mis en place grâce à une légère vibration. Puis il est cisailé à vitesse maximale (rotation de 0,8 tours/s). Celle-ci est diminuée alors par paliers successifs pendant lesquels on mesure le moment de torsion. L'appareil possède un gradient de déformation compris entre 6 et $0,25 \text{ s}^{-1}$.

Le volume de l'échantillon à tester est d'environ 7 litres.

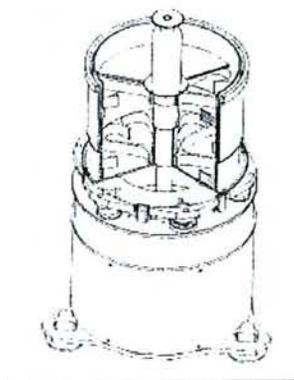


Figure III.14 et III.15 : Rhéomètre BT Rhéom

On présente les résultats obtenus sur le mortier témoin de formule 1, et les mortiers de formules 4 et 5 contenant respectivement l'adjuvant Eclipse et les fibres synthétiques. La figure III.16 représente le moment du couple engendré par le matériau en fonction des vitesses de rotation auquel il est soumis.

On voit que la réponse du matériau n'est pas cohérente, car le moment du couple devrait augmenter avec la vitesse. Cette incohérence s'explique par le fait que le cisaillement du matériau n'est pas homogène (il se situe uniquement au niveau du plateau tournant). Les formules testées étant de consistance différente, celles-ci ne sont pas en cause. La finesse des constituants du mortier (constitués de sable 0/1mm) n'est pas compatible aux dimensions du rhéomètre et les pales d'entraînements dont il est muni.

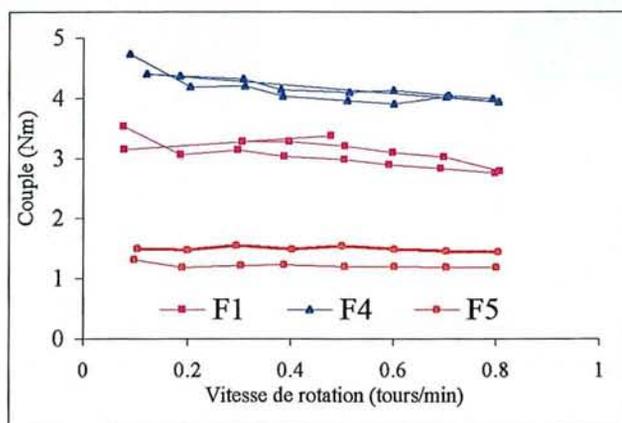


Figure III.16 : Moment du couple de la contrainte appliquée en fonction de la vitesse de rotation pour les mélanges (formules 1, 4 et 5)

Dans ces conditions, aucune valeurs exploitables de seuil de cisaillement τ_0 et de viscosité μ n'ont été obtenues.

d) Mesures au viscosimètre

Les viscosimètres sont, en général, utilisés pour la détermination des paramètres rhéologiques de crèmes, de gel ou de pâtes de ciment, constitués de particules très fines. Le viscosimètre VT550 est muni d'une hélice comportant plusieurs ailettes métalliques (figure III.17 et III.18).

Après avoir introduit le mobile à ailette dans le mortier, on impose une vitesse de rotation et l'on mesure le moment du couple engendré. Des facteurs de conversion propre à chaque appareil permettent le calcul du seuil de cisaillement du matériau, et de la viscosité à une contrainte donnée. Le volume d'échantillon nécessaire à l'essai d'environ 0,25 litre.

Le mobile à ailette du viscosimètre introduit dans les mortiers de formules 1 et 4, n'est pas entré en mouvement, en raison de la puissance trop faible du moteur.



Figure III.17 : Mobile à ailettes

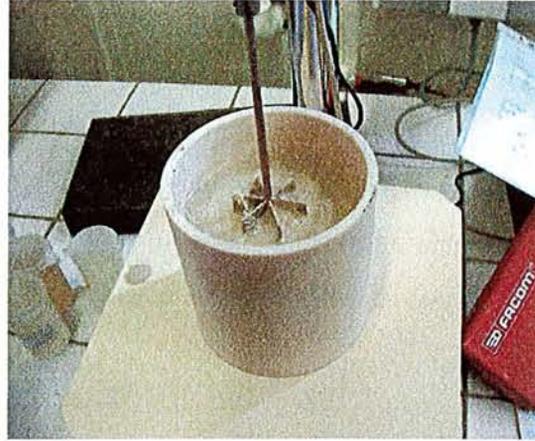


Figure III.18 : Viscosimètre VT550

La consistance de ces mortiers n'est pas adaptée au viscosimètre VT550 dont la limite de contrainte est de 160 Pa. Les mortiers de formules 1 et 4 présentent donc un seuil de cisaillement supérieur à 160 Pa.

Les mortiers de formules 3 et 5 contenant des fibres ont été cisailés par le mobile à ailette en mouvement de façon relativement satisfaisante. La série de mesures sur le mortier de formule 3 a permis d'accéder à la valeur de la contrainte seuil, tandis que celle sur le mortier de formule 5 à celle de la viscosité.

Pour la détermination de la contrainte seuil, on impose une faible vitesse de déformation que l'on maintient constante, et on enregistre l'évolution des contraintes en fonction du temps. Dans ces conditions de mesures, la contrainte évolue de façon quasi linéaire jusqu'à la valeur de 70 Pa à partir de laquelle elle se stabilise (figure III.19). Cette valeur correspond à la contrainte seuil du mortier de formule 3.

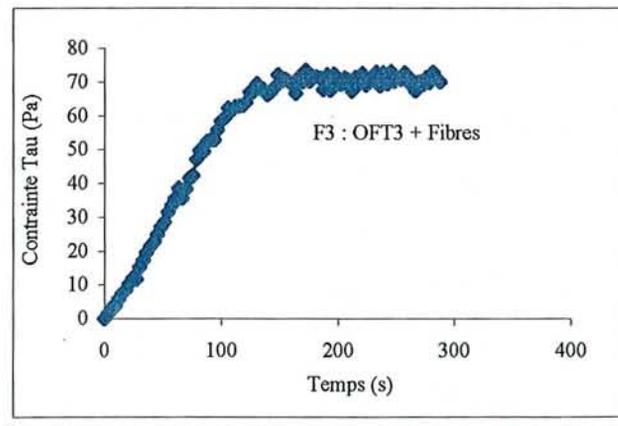


Figure III.18 : Seuil de cisaillement du mortier contenant des fibres et de l'OFT3

Pour un matériau Newtonien, la viscosité correspond au rapport de la contrainte à la vitesse de déformation (relation II.6, partie II)

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (\text{III.15})$$

Sachant que le matériau étudié suit plutôt une loi de comportement Binghamien, on peut déterminer sa viscosité plastique lorsque la vitesse de cisaillement est élevée. Le mortier de formule 3 présente une valeur de viscosité proche de 7 Pa.s. Une autre méthode de détermination de la viscosité plus rigoureuse a été appliquée au mortier de formule 5. Pour ce faire, on déstructure le matériau en lui appliquant une vitesse de déformation croissante, suivie d'un palier à vitesse constante. Le mortier testé présente une viscosité estimée à 7 Pa.s. Par cette approche, il n'est toutefois pas rigoureux de déterminer la valeur de la contrainte seuil sur ce type de matériau régit par un comportement non linéaire. En effet, près de 8 minutes s'écoulant entre le début de la destruction du matériau et la mesure de la contrainte seuil, le matériau évolue, et présente alors une contrainte différente.

e) Interprétations

La détermination des paramètres rhéologiques des mortiers n'a pu être effectuée convenablement en raison d'une incompatibilité des mélanges et des appareils à disposition. D'une part, les grains constituant les mortiers de pierres sont trop fins pour que le matériau soit convenablement cisailé par le rhéomètre BTRhéom. Les valeurs obtenues sont donc inexploitable. D'autre part, le viscosimètre VT 550 n'est pas adapté aux matériaux dont le seuil est supérieur à 160 Pa. C'est le cas des mortiers de formule 1 et 4, respectivement sans adjuvant et contenant l'anti-retrait Eclipse dont les consistances sont quasi-identiques à celles des mortiers servant à la fabrication des blocs à Ernzen (valeur d'étalement identique). Seuls deux mélanges (formules 3 et 5) fluidifiés par l'adjuvant OFT3 et contenant des fibres ont pu être étudiés avec le viscosimètre VT 550. Ces mélanges ont une consistance plus fluide que ceux utilisés lors des essais de fabrication. On obtient des valeurs de τ_0 et μ , respectivement de 70 Pa et 7 Pa.s pour le mélange de formule 3, et une valeur de μ égale à 7 Pa.s pour le mélange de formule 5.

On rappelle que les calculs théoriques relatifs à la remontée d'une bulle d'air de 0,5 mm de diamètre au sein d'un fluide à seuil, sous dépression de 8000 Pa, en 15 minutes, ont montré que celui-ci devait présenter un seuil de cisaillement de l'ordre de 10 Pa, et une viscosité de 2,3 Pa.s, dans le cas où le fluide n'est soumis à aucune vibration. En pratique, les mortiers

fabriqués ne sont désaérés qu'en 30 minutes, ce qui amène la valeur de viscosité approximativement à 5 Pa (application numérique de la relation II.15). On voit que les valeurs théoriques et expérimentales de viscosité sont relativement proches (7 et 5 Pa.s). Par contre, la valeur du seuil de cisaillement obtenues par les mesures rhéologiques (10 Pa) est éloignée de la valeur théoriquement nécessaire (70 Pa) à la mise en mouvement des plus petites bulles d'air.

Expérimentalement, et après sciage des blocs de pierre, on constate que plus aucune bulle d'air visible n'est présente au sein du bloc. Outre, la possibilité de remettre en cause la théorie (Partie II, chapitre I) basés sur plusieurs approximations (valeur de Y_{Gmax} , par exemple), on peut penser raisonnablement qu'il s'agit de la mise en vibration qui permet d'abaisser les paramètres rhéologiques τ_0 et μ des mélanges. L'action de la vibration sur les paramètres rhéologiques des mélanges granulaires est, d'ailleurs, connue depuis longtemps. Il est admis que la vibration permet d'abaisser de façon remarquable le seuil de cisaillement de mélanges granulaire et d'abaisser, dans une moindre mesure, la viscosité [Legrand,1982], [Bresson, 1996]. C'est bien ce que l'on constate dans le cas de la fabrication de blocs de pierre reconstituée.

III.3. CONCLUSION

On a présenté dans ce chapitre les mesures effectuées sur mortiers frais à l'usine d'Ernzen et en laboratoire. A Ernzen, ces mesures ont eu pour objectif le contrôle des principaux paramètres liés au procédé. On a effectué des mesures de consistance, en adoptant, finalement, la technique de l'étalement sur table (Basée sur la norme allemande 1048-1). La fluidité retenue (à partir de l'essai 35) est comprise entre 30 et 35 cm (volume de mortier d'un litre). Les contrôles de température ont montré que la mise en dépression n'influence que très peu la température (qui diminue lors du désaéragage que de 2 °C à la surface du mortier). Enfin, les mesures de vitesse d'essorage ont montré que l'essorage par le bas est plus rapide et efficace que l'essorage par le haut, certainement en raison des problèmes d'étanchéité (Chapitre I). Elles ont montré, de plus, que l'utilisation d'une forte proportion de fines au sein du mélange ralentit considérablement cette étape, à la fois en raison vraisemblablement d'une perméabilité plus faible mais surtout d'une ségrégation accentuée qui se caractérise par une épaisse couche de laitance en surface.

Les mesures en laboratoire n'ont pas pu reproduire fidèlement la réalité des essais en grandeur nature à Ernzen. Toutefois, on a pu attribuer la présence des filets de laitance à la

remontée des bulles d'air lors de l'étape de désaéragé. Elles peuvent être réduites en nombre par l'action défloculante d'adjuvants fluidifiants, mais surtout par l'anti-retrait qui présente lui aussi cette propriété de défloculation des particules fines. Lors des essais à Ernzen, on a pu constater que ces défauts sont d'autant plus nombreux que le mélange incorpore une forte proportion de fines. A l'échelle industrielle on a noté qu'une vibration en fin de traitement permettait le réarrangement des grains et la réduction du nombre de filets de laitance. Ce fait n'a pu être vérifié en laboratoire en raison d'une vibration inadaptée (tamiseuse électrique). Enfin, les essais de rhéologie n'ont pas permis d'obtenir les résultats escomptés en raison d'un appareillage non adapté aux mélanges fins. On a déterminé toutefois les paramètres rhéologiques de deux mortiers fluidifiés et fibrés, de consistance plus fluides que ceux habituellement fabriqués pour la reconstitution des pierres. Des valeurs de seuil de 70 Pa et de viscosité plastique de 7 Pa.s ont été obtenues. Ces valeurs sont plus élevées que celles théoriquement nécessaires à l'évacuation optimales des plus petites bulles d'air contenues dans le mortier. Toutefois, on constate expérimentalement que le désaéragé est complet. On peut donc penser que la vibration joue un rôle primordial en abaissant ces valeurs.

CONCLUSION DE LA PARTIE III

Les expérimentations pour la fabrication de pierres reconstituées ont tout d'abord nécessité l'élaboration et la mise au point de tout un ensemble de matériel technique. L'appareillage (notamment les vibrateurs) a du être pris en main, ce qui a nécessité un certain nombre d'essais.

Parallèlement, les formules adoptées ont été établies sur la base de la recherche d'une forte compacité, qui en général constitue un gage pour l'obtention d'un produit fini de qualité durable. Ces formules ont tout d'abord été simulées par l'utilisation du MEC. Les premiers choix de formules ont été remis en cause par les simulations de stabilité des mélanges et suite aux ségrégations constatées lors des essais (ségrégation traduite par la remonté d'une épaisse couche de laitance, et par les filets de laitance verticales engendrées par les bulles d'air lors de leur ascension). On a remarqué que les matériaux à disposition, quelque soit la proportion dans laquelle il sont introduits dans le mélange, ne favorisent pas la stabilité des mélanges.

Les mesures à l'état frais ont eu pour objectif le contrôle des paramètres relatifs au procédé (consistance, température, teneur en air, vitesse d'essorage). La recherche des paramètres rhéologiques des mortiers utilisés pour la pierre reconstituée n'a pas véritablement aboutit. Seuls deux mortiers très fluides contenant des fibres ont été caractérisés. Ils présentent des valeurs de seuil et de viscosité plus fortes que celles nécessaires à l'évacuation des plus petites bulles d'air jugées visibles à l'œil nu. L'expérience de la fabrication des pierres à Ernzen montre toutefois que le désaéragé est complet. Ceci vraisemblablement grâce à l'action de la vibration qui abaisse les valeurs des paramètres rhéologiques.

PARTIE IV

PROPRIETES PHYSIQUES

PROPRIETES MECANIKES ET DEFORMATIONS

RESISTANCE AU GEL

CHAPITRE I

PROPRIETES PHYSIQUES

Ce chapitre présente les propriétés physiques des blocs de pierres fabriquées à Ernzen suivant le procédé inventé. Les résultats obtenus sont confrontés aux produits de référence à savoir le grès naturel d'Ernzen et la pierre artificielle fabriquée par compression en Allemagne.

Au vu des grandes dimensions des blocs fabriqués (80 x 100 cm, et entre 30 et 45 cm d'épaisseur), la vérification de l'homogénéité des propriétés est indispensable. Les échantillons destinés aux essais de caractérisations ont été prélevés de façon à discerner leur provenance dans la hauteur du bloc. Les numéros d'échantillons, (correspondant au numéro des blocs, dont le récapitulatif se trouve en annexe 3), sont donc souvent affectés d'une lettre, H, M, ou B, désignant la position de la tranche dont ils sont extraits ; respectivement le haut, le milieu et le bas du bloc. Les échantillons sont, en général, âgés de plus de 90 jours au moment des essais.

Enfin, en raison de leur quantité et parfois des échecs d'ordre techniques, tous les blocs fabriqués n'ont pas été soumis aux essais de caractérisation.

I.1. MASSES VOLUMIQUES

I.1.1. Masse volumique apparente des pierres

La masse volumique apparente des échantillons de pierres reconstituées (fabriqué par désaéragement-essorage, et par compression) et du grès d'Ernzen est déterminée suivant un protocole qui s'apparente à celui décrit dans la norme NF B10-503. Après dessiccation jusqu'à masse constante M_1 , les éprouvettes subissent un vide de 60 mmHg pendant 2 heures au terme duquel de l'eau est introduite dans l'enceinte à vide jusqu'à complète immersion. Les éprouvettes sont maintenues immergées sous vide pendant 2 heures, puis, à pression atmosphérique, pendant 24 heures. Les masses, en grammes, M_2 (pesée hydrostatique), et M_3 (pesée à l'air, après essuyage avec un torchon humide) des éprouvettes saturées d'eau sont alors déterminées.

Rappelons que la masse volumique apparente prend en compte le volume du matériau tel qu'on peut le mesurer au pied à coulisse sur un échantillon régulier. Elle est donc égale au rapport de la masse sèche à son volume apparent :

$$\rho_{\text{app}} = \frac{M_1}{M_3 - M_2} \quad (\text{IV.1})$$

I.1.2. Masse volumique réelle des pierres

La masse volumique réelle correspond au rapport de la masse sèche de l'échantillon au volume de la matière solide (volume absolu) pouvant comporter des vides non accessibles à l'eau.

$$\rho_r = \frac{M_1}{M_1 - M_2} \quad (\text{IV.2})$$

Trois éprouvettes de chaque type de matériaux ont été soumises aux essais. Concernant la pierre fabriquée par désaérage-essorage (PR2), on présente les valeurs obtenues pour le bloc n°14 âgé de plus de 90 jours au moment de l'essai. Les valeurs obtenues sont récapitulées dans le tableau IV.1. On voit que les masses volumiques apparentes des pierres naturelle et reconstituée sont proches.

Tableau IV.1 : Masses volumiques moyennes

En g/cm ³		ρ apparent	ρ réelle
Pierre naturelle	P.N.	2,20	2,66
Pierre reconstituée par compression	P.R.1	2,18	2,60
Pierre reconstituée par désaérage-essorage Essai n°43	P.R.2	2,20	2,59

On a schématisé d'autre part, les masses volumiques apparentes et réelles d'échantillons de l'essai n°43 (Figure IV.2) extrait à différente hauteur. On note qu'il existe quelques variations de masses volumiques apparentes ; le milieu du bloc présentant en général des

valeurs plus faibles qu'aux extrémités. Ces variations se répercutent sur les valeurs de porosités (§ I.1.3) et sur les résistances mécaniques (Chapitre II).

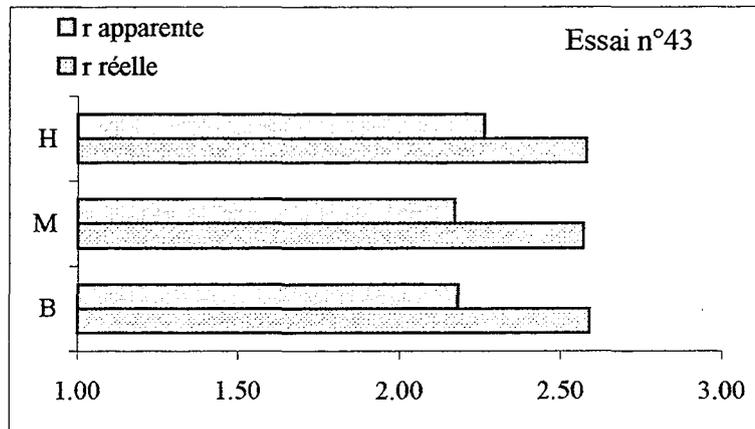


Figure IV.2 : Masses volumiques d'échantillons prélevés dans le bloc n°14

I.2. COEFFICIENT DE CAPILLARITE

Les échantillons soumis à l'essai de capillarité ont été conservés à température ambiante et sont âgés de plus d'un an. L'échantillon de pierre fabriquée par désaérage-essorage provient du bloc n°49. Les éprouvettes de dimensions 7 x 7 x 7 cm, ont été séchées à l'étuve jusqu'à masse constante, et placées dans 2 mm d'eau à une température comprise entre 20 et 22°C, suivant la norme P18-502. La montée d'eau par capillarité a été évaluée par pesées successives de l'éprouvette à des intervalles de temps de plus en plus espacés.

Le coefficient de capillarité est défini par l'expression :

$$C = 100 \frac{M}{S\sqrt{t}} \quad (IV.3)$$

Où M correspond à la masse d'eau absorbée depuis le début de la montée capillaire en grammes ; S à la section de l'éprouvette exprimée en cm² ; et t au temps total écoulé depuis l'immersion, en minutes.

Les résultats obtenus sont présentés en figure IV.2 et sur le graphique IV.3. Sur celui-ci, les courbes de remontées capillaires sont tracées en prenant, en abscisse, la racine carré du temps et, en ordonnée, le rapport 100M/S.

On s'aperçoit que la masse d'eau absorbée par les pierres augmente régulièrement avec le temps jusqu'à atteindre une valeur maximale à partir de laquelle la courbe stagne. Le coefficient de capillarité est alors égal à la moyenne des coefficients (calculés avec la relation IV.3) correspondants aux valeurs obtenues avant stagnation de la courbe.

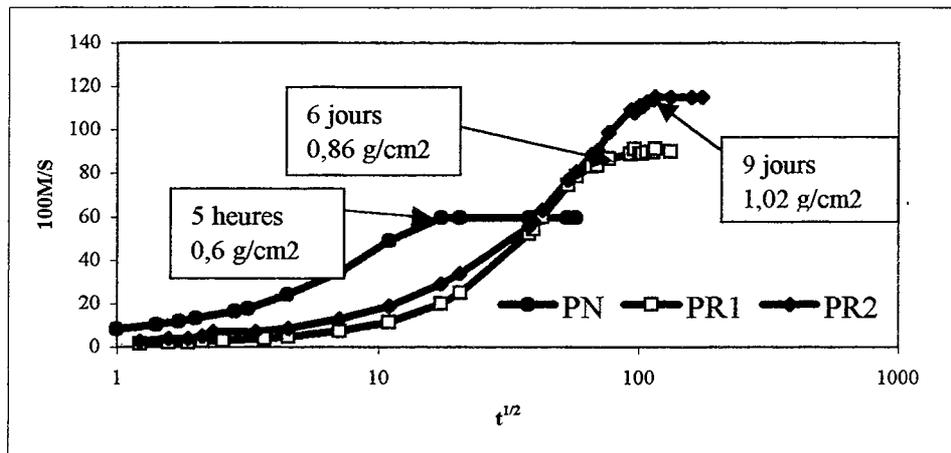


Figure IV.3 : Absorption par capillarité

Tableau IV.2 : Valeurs des coefficients de capillarité

Coefficient de capillarité (en g/cm ² /s)		
Pierre naturelle	P.N.	5,8
Pierre reconstituée par compression	P.R.1	1,6
Pierre reconstituée par désaérage-essorage	P.R.2	1,2

L'équilibre est atteint en 5 heures pour la pierre naturelle, et seulement en 6 et 9 jours respectivement pour les pierres fabriquées par compression et par désaérage-essorage. La pierre naturelle présente le coefficient le plus élevé ; il est de 5,8. Il est légèrement inférieur à celui obtenu par le Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Luxembourg (5,3), ce qui s'explique par l'hétérogénéité naturelle du matériau. Les pierres artificielles ont un coefficient de capillarité nettement inférieur (respectivement égal à 1,6 et 1,2 pour la PR1 et la PR2). Ces données indiquent que le réseau de pores permet à l'eau de s'infiltrer beaucoup plus facilement et plus rapidement, au travers de la pierre naturelle qu'au travers des pierres reconstituées. Notons toutefois, que la quantité d'eau finale absorbée par les pierres reconstituées est plus importante que pour la pierre naturelle. On peut lire sur le graphique que les échantillons de pierres fabriquées par compression et par désaérage-

essorage absorbent une quantité d'eau respective de 0,86 et 1,01 g/cm², alors que la pierre naturelle n'en absorbe que 0,6 g/cm².

Ces résultats apportent les premières informations quant à la structure poreuse des pierres. L'eau circule plus facilement au sein de la pierre naturelle qu'au sein des pierres artificielles. La pierre naturelle est constituée de gros pores bien connectés, tandis que les pierres reconstituées par compression et par désaéragement-essorage, comportent plutôt des pores fins et peu connectés. Cette structure plus serrée est due à la nature même des produits. Pour les pierres artificielles la présence de liant hydraulique utilisé à plus de 580 kg/m³ pour la PR1 (par compression) et 540 kg/m³ pour PR2 (par désaéragement-essorage) entraîne préférentiellement une porosité capillaire et une porosité d'hydrate. Les différences qui existent entre les coefficients de capillarité et l'allure de courbes de ces deux produits artificiels montrent, de plus, que le matériau issu du nouveau procédé de fabrication est constitué d'un réseau poreux encore plus fin que le matériau issu du procédé par compression. L'eau y circule encore plus difficilement. Ceci ne signifie pas que la structure est plus compacte pour autant car la saturation correspond à une valeur de quantité d'eau plus importante.

Pour compléter ces informations, on se propose de mesurer la porosité des échantillons.

I.3. POROSITE

Deux méthodes ont été employées pour la détermination de la porosité des échantillons de pierres reconstituées et de pierres naturelles : il s'agit de la méthode à l'eau (norme NF B 10-503) et de la méthode au mercure (porosimétrie mercure). La première donne une information quantitative du volume des vides d'un matériau. La seconde permet d'obtenir une cartographie de sa structure poreuse.

I.3.1. Porosité mesurée selon la norme NF B 10-503

La porosité correspond au rapport du volume des vides ouverts du matériau au volume apparent. Celui-ci est la somme du volume solide et du volume de tous les vides internes accessibles ou non à l'eau. La porosité est exprimée en pourcentage suivant la relation :

$$n = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} \times 100 \quad (\text{IV.4})$$

Avec M_1 , masse sèche, M_2 et M_3 respectivement masse hydrostatique et masse à l'air après traitement sous vide dans l'eau en gramme suivant le même protocole que pour la détermination des masses volumiques.

Les valeurs indiquées dans le tableau IV.3 constituent la moyenne de plusieurs essais. Les pierres artificielles sont âgées de plus de 90 jours.

Tableau IV.3 : Porosité à l'eau

		Porosité (%)
Pierre naturelle	P.N.	17,4
Pierre reconstituée par compression	P.R.1	16,4
Pierre reconstituée par désaérage-essorage	P.R.2	13-22

Les valeurs des porosités des pierres naturelles et artificielles sont proches les unes des autres. Par la méthode par compression, le produit obtenu est de plus faible porosité que la pierre naturelle (16,4 % et 17,4 %). Par désaérage-essorage, la porosité est comprise entre 13 et 22 % selon la composition, l'âge et la provenance des éprouvettes testées (haut, milieu ou bas du bloc).

On note, en effet, une certaine disparité dans les résultats. Plusieurs blocs de 45 cm de hauteur ont été soumis à ces essais de porosité, et la plupart présentent une variation de porosité dans la hauteur plus ou moins importante. Ces variations de porosité sont largement dépendantes des limites de l'étape d'essorage ainsi qu'à sa maîtrise technique, car c'est une partie de l'eau restante qui constitue la porosité du matériau durci. La figure IV.4 présente les résultats de mesures de porosité effectuées sur des échantillons issus de plusieurs blocs, pour lesquels les caractéristiques majeures des formules sont rappelées en légende.

On remarque que les échantillons situés dans la partie haute ou dans la partie basse du bloc, c'est-à-dire, proche des parties absorbantes (cas des blocs n°14, 20 et 45), présentent une plus faible porosité comparée au cœur du bloc. Dans un même bloc, la variation est au minimum de 2,8 %, (bloc n°20). C'est le bloc n°20 qui présente une porosité homogène, inférieure à celle de la pierre naturelle. Ces faibles valeurs de porosité n'assurent pourtant pas une tenue optimale face au gel avec sels de déverglaçage (Chapitre III, Partie IV).

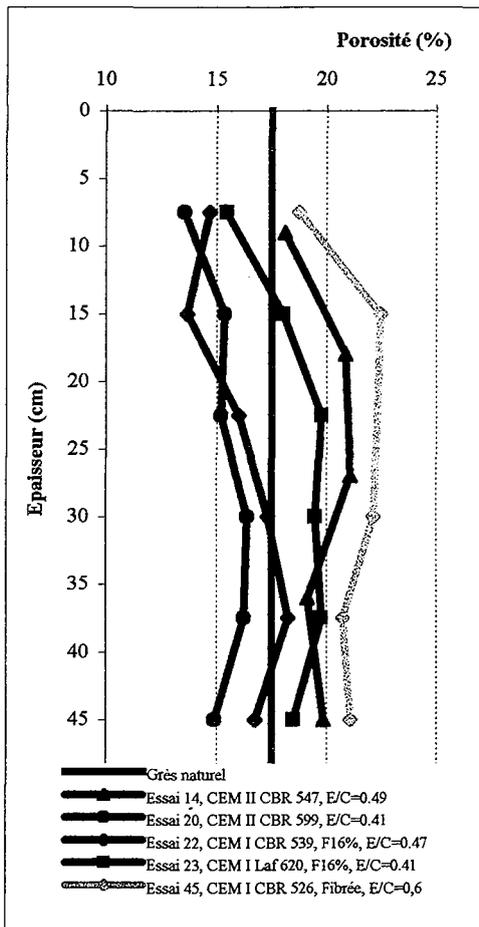


Figure IV.4 : Porosité dans la hauteur de quelques blocs de 45 cm d'épaisseur

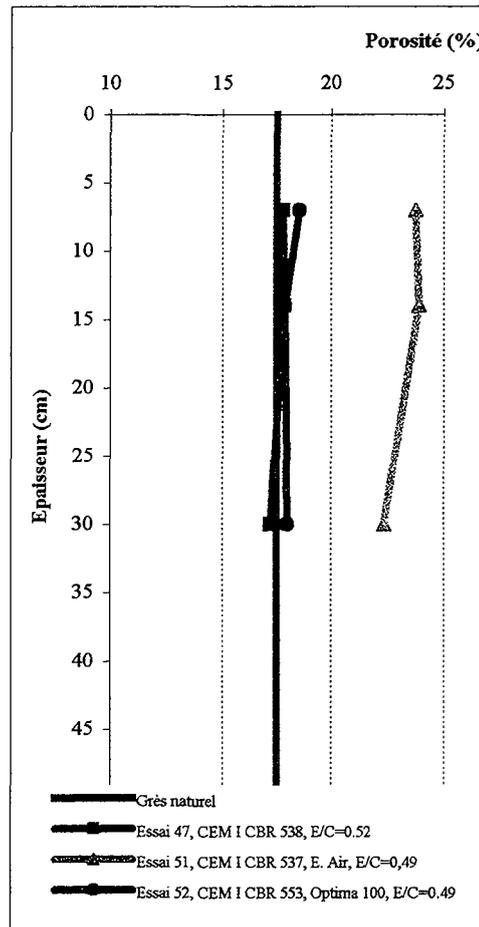


Figure IV.5 : Porosité dans la hauteur de quelques blocs de 30 cm d'épaisseur

Les blocs n°22 et n°23 ont présenté une forte ségrégation à l'issue de l'étape de désaéragage qui met en cause l'efficacité de l'étape d'essorage et se traduit par une dérive importante de la porosité. On peut attribuer cette ségrégation au moment du désaéragage (vibration) à la présence de fillers calcaires ou siliceux (introduit à hauteur de 16 % par rapport à la masse du ciment).

Enfin, la figure IV.5 présente les porosités de quelques blocs de plus faible épaisseur (30 cm au lieu de 45 cm). Au travers de ces blocs, il n'existe plus d'hétérogénéité. Cette amélioration est due à la fois à l'épaisseur plus réduite des blocs et à un meilleur contrôle des étapes. On note la forte porosité du bloc n°51 (23 % en moyenne), contenant un entraîneur d'air à fort dosage (1%).

On peut logiquement penser que l'étape d'essorage présente des limites lorsqu'elle est appliquée à des blocs de grande épaisseur, car ceux-ci sont, en général, plus difficile à traiter sans ségrégation (désaéragage). Ces limites se traduisent par une hétérogénéité qui s'accroît par la présence d'une grande quantité de fines et une ségrégation des constituants. Celle-ci

peut être réduite par une formulation réfléchie (Partie III, chapitre II) et une étape de désaéragé employant une vibration adaptée. La réduction de l'épaisseur des blocs est également une solution efficace qui permet d'obtenir un produit homogène.

I.3.2. Porosité au mercure

La porosimétrie mercure est une méthode utilisée pour la détermination de la structure d'un réseau poreux dont le domaine d'exploration s'étend de 0,004 à 100 μm . Cet essai consiste à introduire, au travers des pores de l'échantillon, un certain volume de mercure par l'application d'une pression donnée.

Elle donne accès à plusieurs paramètres qui permettent de comparer la structure poreuse de la pierre naturelle et des pierres artificielles. Ces paramètres sont notamment la porosité connectée totale de l'échantillon et les porosités dites libre et piégée. Notons que les échantillons de pierres reconstituées soumis à ces essais sont âgés de plus de six mois, et que celui provenant du bloc fabriqué par le nouveau procédé est extrait du cœur du bloc. Le principe et le dispositif expérimental de la méthode sont présentés ici de façon succincte.

a) Principe

Le milieu poreux de l'échantillon est assimilé à un faisceau de capillaires droits et cylindriques ce qui permet l'application de l'équation de Laplace et l'équivalence entre pression d'injection et rayon de pore envahi par le mercure.

Pour faire pénétrer le mercure au travers d'un capillaire de rayon r_c , il est nécessaire de lui appliquer une pression P supérieure à la pression capillaire P_c :

$$P \geq \frac{2\sigma \cos \theta}{r} \quad (\text{IV.5})$$

Avec σ , tension interfaciale du mercure ($485 \cdot 10^{-3} \text{ N/m}$ à 25°C),

Et θ , angle de contact du mercure au capillaire (pour une roche carbonatée, l'angle de contact du ménisque mercure / vapeur de mercure avec la paroi est de 140°).

La pression capillaire, $P_c = (2\sigma \cos \theta) / r$, est induite par le ménisque mercure/vapeur de mercure situé dans le capillaire de rayon r (figure IV.6). Bien que le volume de mercure intrusif le plus important soit relatif au pore de rayon R_2 , c'est bien le capillaire de rayon r qui régit la pression d'injection. Il est donc important de noter que l'essai de porosimétrie mercure permet de déterminer la taille des rayons d'accès des pores et non pas la taille des pores.

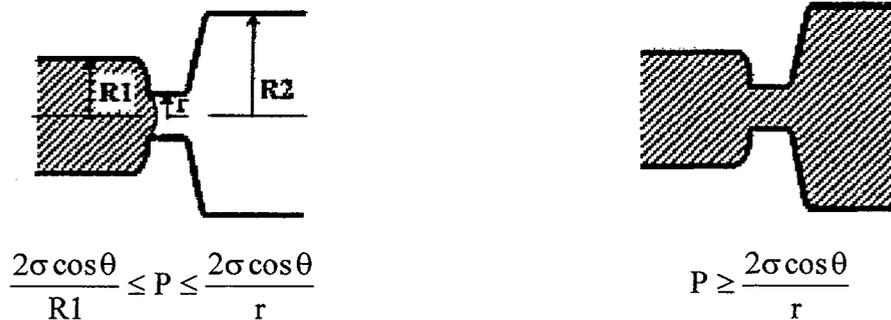


Figure IV.6 : Notion de rayon d'accès (Bousquié, 1979).

L'essai consiste à faire pénétrer du mercure dans un échantillon poreux sec, préalablement désaéré, en appliquant des pressions croissantes. Le volume de mercure intrusif est mesuré à des paliers de pressions donnés. L'essai complet comprend une 1^{ère} injection de mercure, suivi d'un retrait puis d'une 2^{ème} injection. Ceci permet l'établissement de courbes rayons d'accès en μm (ou pressions d'injection) / porosité en % (ou volume de mercure intrusif), et d'histogrammes représentant le volume de mercure injecté en fonction des rayons d'accès aux pores.

Il faut noter que la porosimétrie par intrusion de mercure donne en toute logique un valeur de porosité totale inférieure ou égale à celles déterminée par d'autres méthodes (par exemple, la « porosité à l'eau » déterminée suivant la norme NF B10-503). En effet, du fait de son domaine d'exploration (0,004 à 100 μm), on peut penser qu'il existe un certain volume de vide (de tailles plus grosses ou plus petites) inaccessible au mercure, et donc non comptabilisé dans la mesure.

b) Dispositif expérimental et mode de calcul

Les mesures sont effectuées à l'aide d'un porosimètre à mercure « Micrometrics 9310 » qui permet de balayer une gamme de pression de $5 \cdot 10^{-6}$ à 200 MPa.

Les échantillons cubiques d'arête 25 x 15 x 15 mm ont été préalablement séchés à l'étuve jusqu'à masse constante à 105 °C, puis pesés. Chaque échantillon est placé dans un pénétromètre à fermeture étanchéifiée. L'ensemble pénétromètre-échantillon est pesé puis installé dans le porosimètre où la pression est automatiquement abaissée jusqu'à 50 Pa.

La première phase d'injection est réalisée à basse pression, de 700 Pa à la pression atmosphérique : 0,1 MPa. La seconde phase d'injection est réalisée sous haute pression, de 0,1 à 200 MPa. Les pores dont les rayons d'accès coïncident aux pressions d'injection sont, à

ce moment, remplis de mercure. Le volume de mercure intrus permet alors le calcul de la porosité totale de l'échantillon selon la relation suivante :

$$N_{\text{Hg}} = \frac{V_{\text{int}}}{V_{\text{éch}}} \times 100 \quad (\text{IV.6})$$

Avec,

$$V_{\text{éch}} = V_{\text{pén}} - \frac{(M_2 - M_1)}{\rho_{\text{Hg}}} \quad (\text{IV.7})$$

Où V_{int} , $V_{\text{éch}}$ et $V_{\text{pén}}$ représentent respectivement le volume total de mercure intrusif, le volume de l'échantillon mesuré par une pesée hydrostatique et le volume du pénétromètre en cm^3 ; M_2 , et M_1 , la masse de l'ensemble pénétromètre-échantillon-mercure et la masse de l'ensemble pénétromètre-échantillon en grammes, et ρ_{Hg} , masse volumique du mercure en g/cm^3 .

Ensuite, le retrait du mercure est effectué lors de la descente en pression, de 200 MPa à la pression atmosphérique. A ce stade de l'essai, il reste toujours une certaine quantité de mercure piégée dans l'échantillon. Les sites de piégeages sont classiquement représentés par des pores de grands rayons qui ne sont accessibles que par des étranglements fins (Bousquié, 1979 ; Pavone, 1982). Cette quantité de fluide piégé correspond à la porosité dite piégée N_p .

Lors de la 2^{ème} injection de mercure, qui est effectuée sur l'échantillon ayant séjourné 24 heures à pression atmosphérique, la quantité de mercure injecté correspond à la porosité dite libre. Ainsi, la porosité totale se décompose de la façon suivante : $N_t = N_l + N_p$. Les proportions respectives des porosités libre et piégée sont variables d'un matériau à l'autre, et il n'y a pas de relations simples qui puisse les modéliser.

c) Résultats

L'échantillon de grès naturel d'Ernzen présente une porosité totale, N_t , de l'ordre de 19,6 % (tableau IV.4, figure IV.7). Si l'on compare cette valeur à celle déterminée par la méthode décrite dans la norme NF B10-503, (17,4 %) on constate qu'elle est nettement supérieure, alors qu'elle devrait être logiquement inférieure du fait des limites de la méthode. On peut

expliquer cette différence par l'hétérogénéité naturelle du grès d'Ernzen. L'aspect quantitatif n'influe, toutefois pas, sur l'aspect qualitatif.

Tableau IV.4 : Tableau récapitulatif des essais de porosimétrie par intrusion de mercure

Nature de l'échantillon	Porosité totale N_t en %	Porosité libre N_l en % par rapport à N_t	Porosité piégée N_p en % par rapport à N_t
Grès naturel	19,6	27	73
PR1 par compression	13,2	41	59
PR2 par désaéragement	15,7	56	44

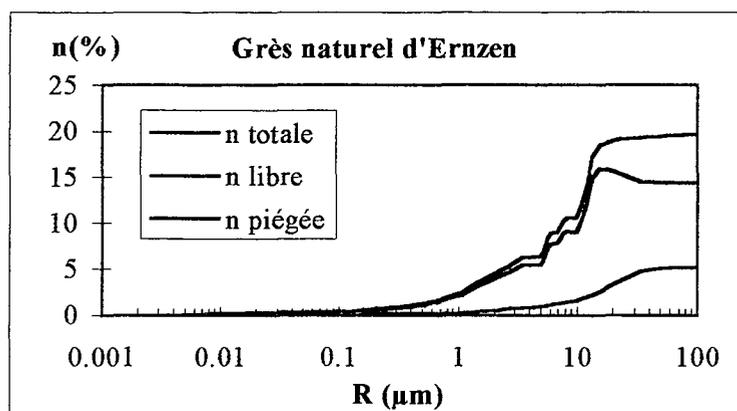
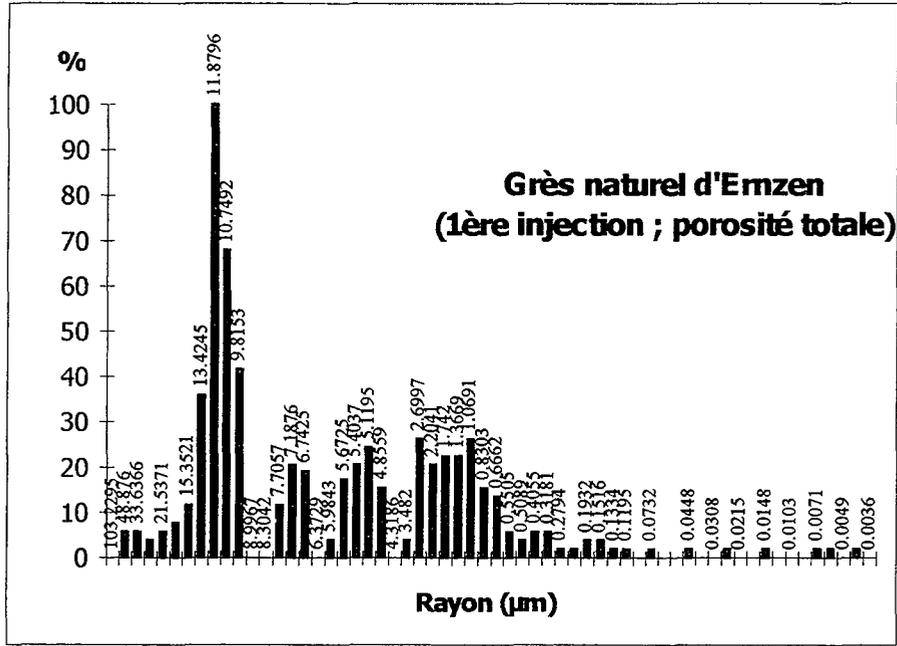


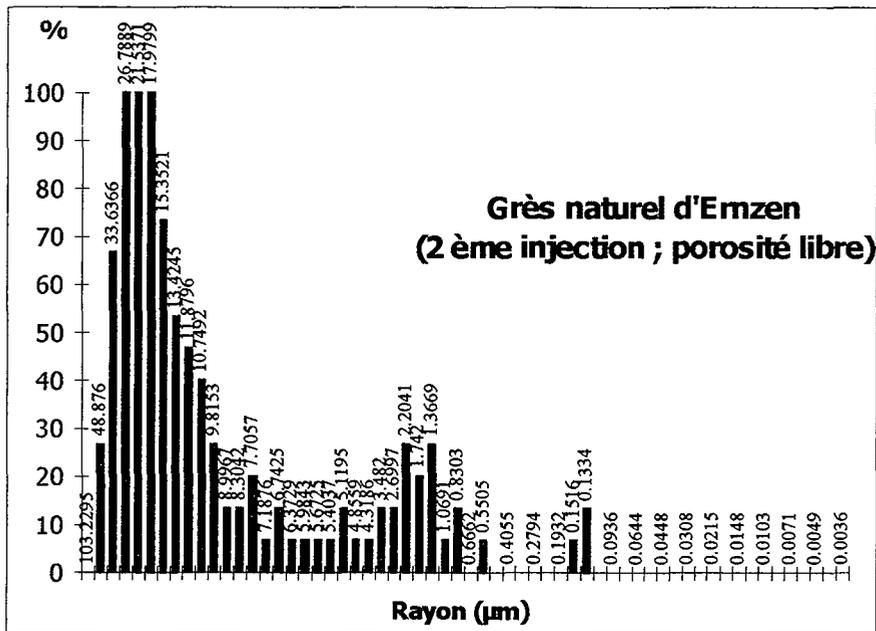
Figure IV.7 : Courbes cumulées de porosité totale d'un échantillon de grès naturel.

La porosité piégée du grès d'Ernzen représente la majeure partie de la porosité totale (73 %). Sa structure poreuse est donc formée par une succession de pores d'accès de diamètres variables.

Les figures IV.8 et IV.9 représentent le volume de mercure injecté en fonction des rayons d'accès aux pores en 1^{ère} et 2^{ème} injection, sous la forme d'histogramme. Notons que sur chaque histogramme présenté, l'indice 100 est affecté au rayon d'accès correspondant au volume de mercure le plus important.



Figures IV.8 : 1^{ère} in injection de mercure au travers d'un échantillon de grès naturel.



Figures IV.9 : 2^{ème} injection de mercure au travers d'un échantillon de grès naturel.

L'histogramme de la première injection (Figure IV.8) indique que le grès d'Emzen présente une macroporosité (gros pores) comprise entre 0,2 et 50 µm. Dans cette fourchette, on distingue 1 domaine d'accès aux pores où le volume intrusif de mercure est très important ; il se situe entre 9,8 et 13,4 µm.

L'histogramme n°2 (figure IV.9) correspond à la 2^{ème} injection lors de laquelle le volume de mercure intrusif n'envahit plus que la porosité libre, car la porosité piégée est encore comblée par le mercure de la 1^{ère} injection. On voit que la porosité libre se répartit sur toute la gamme de la porosité totale. On note, d'autre part, que le domaine d'accès dominant est nettement plus large ; il couvre les rayons d'accès de diamètres compris entre 9,3 et 48,8 μm . La différence qui existe en superposant les deux histogrammes correspond à la porosité piégée. Celle-ci est plutôt localisée vers les rayons d'accès de diamètres 12 μm . Ces mesures montrent qu'il existe, dans la pierre naturelle, des pores d'un diamètre moyen de 12 μm , qui peuvent à l'issue de plusieurs cycles d'humidité séchage, conserver piégé un certain volume d'air, pouvant apporter une part de protection vis à vis du gel.

Les pierres reconstituées PR1 et PR2, respectivement celles fabriquées en Allemagne et celles fabriquées à Ernzen par le nouveau procédé, présentent une porosité totale beaucoup plus faible : 13,7 % pour la première et 15,7 % pour la seconde (tableau IV.4, et figures IV.10 et IV.11).

Leur porosité totale se répartit équitablement en porosité libre et piégée ; 41 et 59 % pour la pierre fabriquée par compression et 56 et 44 % pour la pierre fabriquée par désaéragement-essorage.

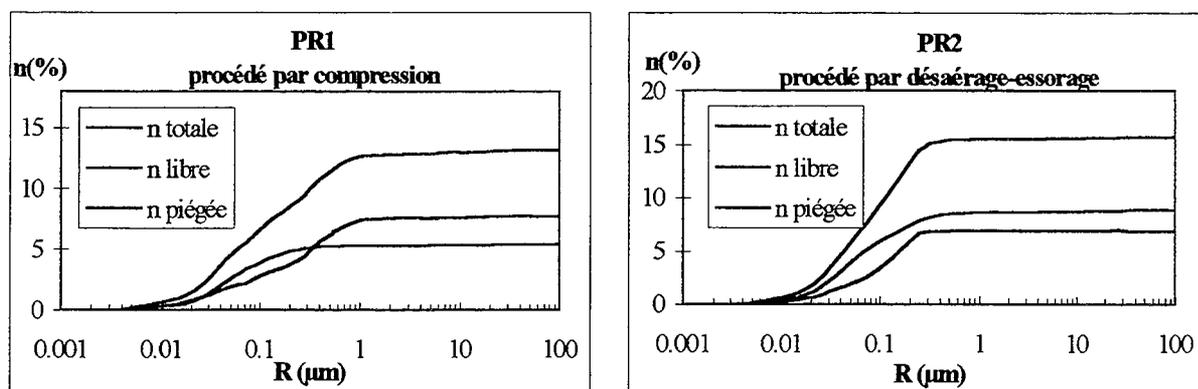


Figure IV.10 et IV.11 : Courbes cumulées des porosités totales, libres et piégées des pierres reconstituées

L'échantillon PR1 présente des courbes de porosité libre et piégée (Figure IV.10) qui se croisent à environ 0,250 μm . Ce croisement est dû au fait que ces deux types de porosités sont constituées de pores d'accès différents. La porosité libre est située vers les petits rayons, contrairement à la porosité piégée plutôt située vers les plus gros rayons d'accès.

La figure IV.12 présente l’histogramme de la porosité totale de la pierre reconstituée par compression (PR1). Elle est constituée de pores dont les diamètres d’accès majoritaires sont compris entre 0,0170 et 0,830 μm . Il est possible de distinguer sur ce spectre plusieurs familles de rayons d’accès, où le volume de mercure introduit est important. Ces familles d’accès sont situées autour des rayons 0,02 ; 0,035 ; 0,093 ; 0,194 ; 0,319 ; et 0,554 μm .

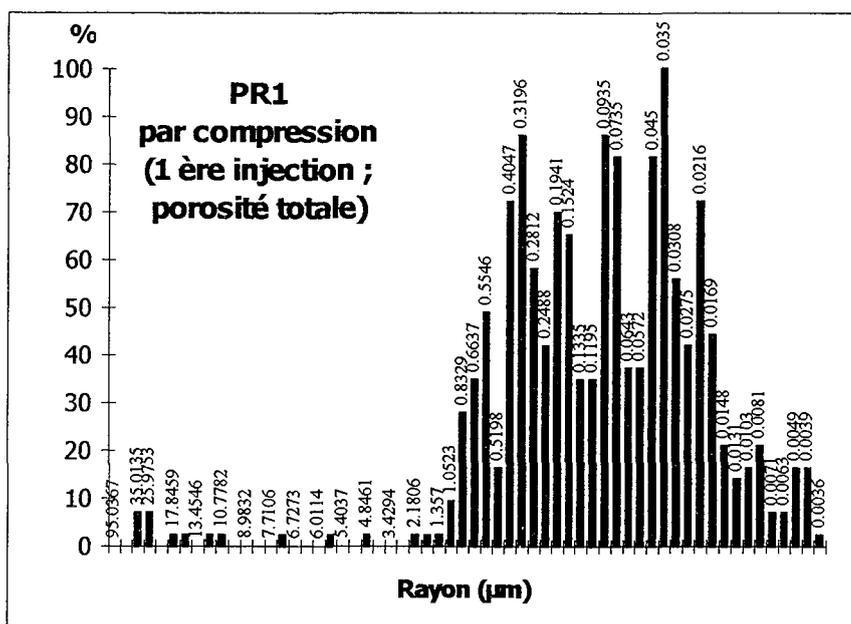


Figure IV.12 : 1^{ère} injection de mercure au travers d’un échantillon de pierre reconstituée fabriquée par compression.

La figure IV.13 représente la porosité libre de la pierre reconstituée par compression. Son spectre s’étale de 0,0063 à 0,320 μm . Cet histogramme confirme que la porosité libre est être constituée de pores d’accès de petite taille.

La figure IV.14 est obtenue par soustraction des deux premières (puisque $N_t = N_l + N_p$) et représente la porosité piégée. Ce type de porosité est étalé sur tout le spectre de la porosité totale et présente une taille d’accès aux pores majoritaires situé à environ 0,30 à 0,40 μm . Les pores qui peuvent ne pas être saturés après plusieurs cycles d’humidité-séchage, ont ici une taille moyenne de 0,35 μm .

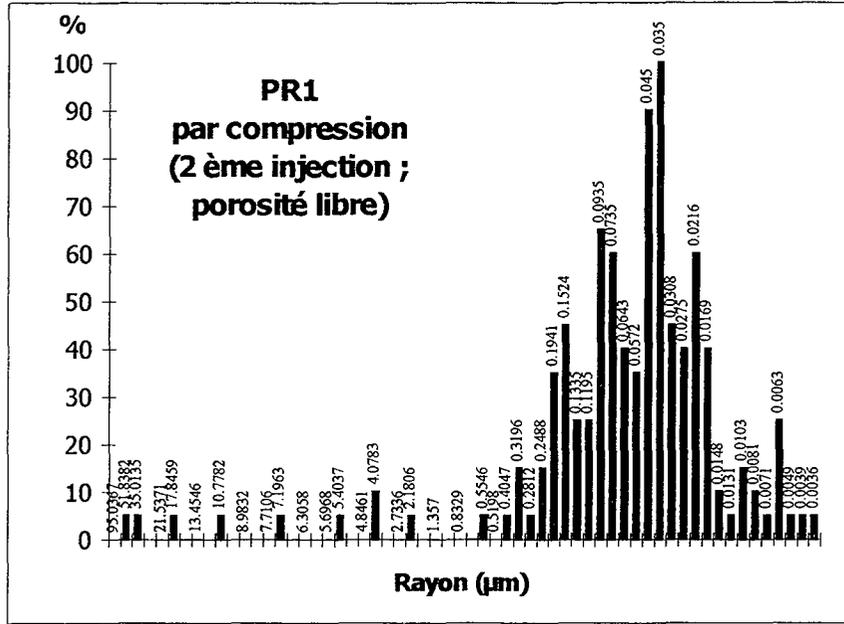


Figure IV.13 : 2^{ème} injection de mercure au travers d'un échantillon de pierre reconstituée fabriquée par compression.

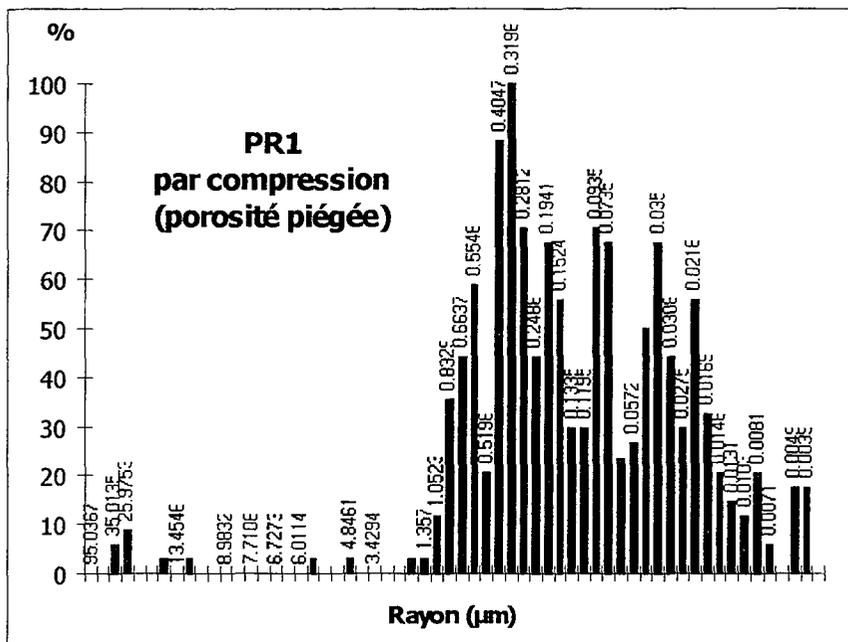


Figure IV.14 : Porosité piégée d'un échantillon de pierre reconstituée fabriquée par compression.

La pierre reconstituée par désaérag-essorage (PR2) présente un spectre de porosité plus réduit dont la taille d'accès des pores majoritaires s'étale de 0,0170 à 0,194 μm (figure IV.15), avec quelques rayons d'accès compris entre 0,250 et 0,400 μm . On peut y distinguer 4 familles d'accès dominants aux alentours de 0,02 ; 0,04 ; 0,08, et 0,180 μm .

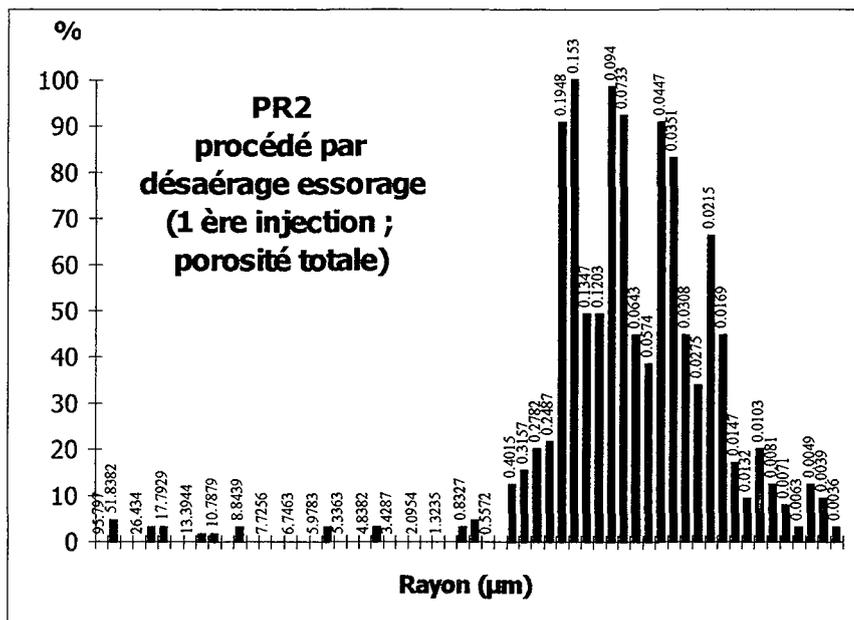


Figure IV.15 : 1^{ère} injection de mercure au travers d'un échantillon de pierre reconstituée fabriquée par désaérag-essorage.

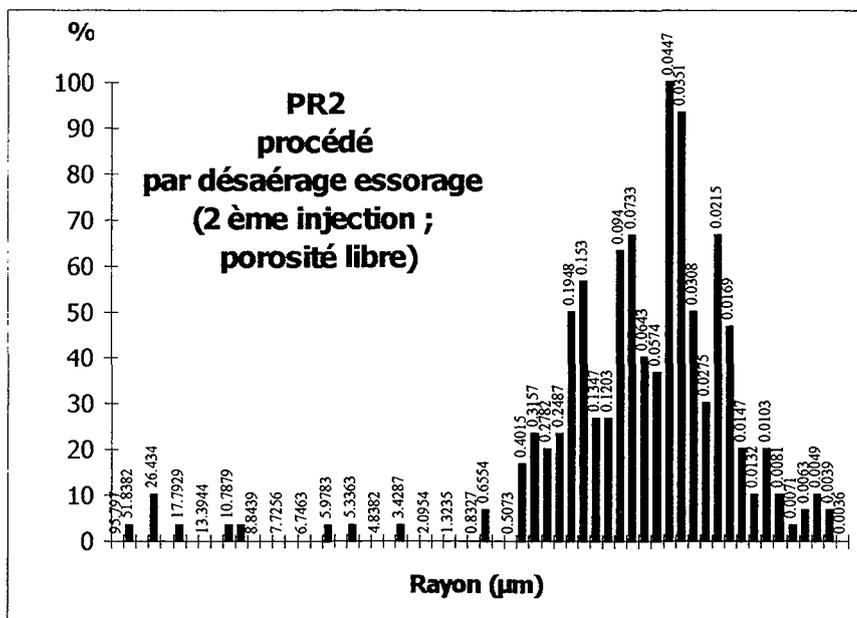


Figure IV.16 : 2^{ème} injection de mercure au travers d'un échantillon de pierre reconstituée fabriquée par désaérag-essorage.

Ces accès dominants se retrouvent sur le spectre de la seconde injection (figure IV.16), et la porosité libre est répartie sur tout le spectre de la porosité totale. On remarque que les plus gros rayons d'accès, bien qu'en petites quantités, font partie de la porosité libre. La porosité piégée (différence entre les deux spectres : figure IV.17), s'étale également sur tout le spectre, mais on peut remarquer qu'il n'existe quasiment pas de pores supérieurs à 0,194 μm . Les pores d'accès majoritaires de taille 0,35 μm rencontrés dans la pierre reconstituée par compression sont ici inexistantes. Cette pierre présente donc des vides piégés de très petites tailles (< à 0.194 μm), qui sont en outre, en déficit par rapport à la porosité libre (tableau IV.4).

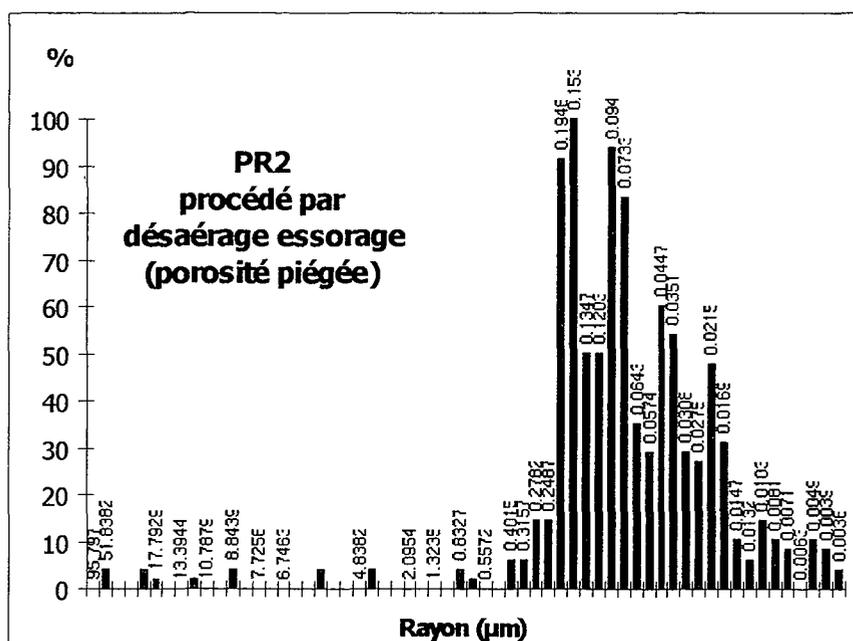


Figure IV.17 : Porosité piégée d'un échantillon de pierre reconstituée fabriquée par désaéragage-essorage.

On note de façon évidente que la structure interne des pierres reconstituées par compression et par désaéragage-essorage est microporeuse. En effet, le spectre de leur porosité est franchement décalé vers les petits rayons d'accès, contrairement à la pierre naturelle dont le réseau est macroporeux.

La comparaison entre les deux types de pierres reconstituées montre que l'une est de structure poreuse très fine (PR2 ; par désaéragage essorage) ; son spectre de pores majoritaires s'étale de 0,0170 à 0,194 μm , avec quelques pores de rayons d'accès légèrement supérieurs mais n'excédant pas 0,500 μm . L'autre (PR1 ; par compression) présente une structure

poreuse plus grossière ; son spectre de pores majoritaires s'étale de 0,0170 à 0,830 μm . Pour ces deux pierres, il n'existe que très peu de pores de 20 à 100 μm .

La porosité libre de la pierre fabriquée par compression est constituée de petits pores (de 0,0063 à 0,320 μm) tandis que les pores majoritaires de la porosité piégée se situent vers des diamètres compris entre 0,300 et 0,400 μm . Les porosités libres et piégées de la pierre reconstituée se confondent par la taille de leur rayon d'accès qui n'excède pas ou peu 0,250 μm . Tous ces constats rejoignent les résultats obtenus par les essais de capillarité pour lesquels on a conclu que les pierres artificielles (et plus encore la pierre fabriquée par désaérage-essorage) sont constituées de pores fins à l'inverse de la pierre naturelle constituée de pores de grands diamètres bien connectés entre eux. Ces résultats laissent d'ores et déjà penser que la pierre artificielle fabriquée par désaérage-essorage peut être endommagée, plus facilement, par l'action du gel, en raison de sa structure poreuse extrêmement fine.

I.4. CONCLUSION

Les propriétés physiques du grès naturel et des pierres reconstituées ont été déterminées par l'application des normes AFNOR NF B10-502 et 503 et par porosimétrie au mercure. Les deux premières méthodes ont permis de distinguer qualitativement les trois matériaux au travers des masses volumiques apparentes et réelles, des valeurs de porosité, et des mesures de coefficients de capillarité. Le grès naturel présente une porosité de 17,4 %, la pierre reconstituée par compression de 16,4 %. La porosité de la pierre reconstituée par désaérage-essorage est comprise entre 13 et 22 %.

On constate que les blocs correspondant présentent une dérive de leur porosité dans le sens de la hauteur qui révèle que l'essorage est moins efficace au cœur des blocs qu'aux extrémités, proches des tapis absorbants. L'essorage est un procédé dont l'efficacité est grandement tributaire de la mise au point technique, de la formulation du mortier de pierre et de la présence d'une ségrégation des constituants. Selon la mise en cause de l'une et/ou l'autre de ces raisons, les variations sont plus ou moins importantes.

Les coefficients de capillarité, et surtout l'allure des courbes d'absorption (figure IV.3) apportent des informations intéressantes quant à la structure poreuse des pierres. La pierre naturelle est constituée de pores assez gros en majorité piégés, tandis que les pierres reconstituées par compression et par désaérage-essorage sont constituées de pores fins. Cette microstructure poreuse est due à la nature même des pierres artificielles à base de liant

hydraulique ; l'hydratation du ciment entraînant une porosité capillaire et une porosité d'hydrate.

Grâce au porosimètre à mercure, on voit que les pores de la pierre naturelle atteignent un diamètre de rayon d'accès de 50 μm . La porosité est majoritairement une porosité piégée localisée vers des tailles de rayons d'accès de 12 μm . Les pierres reconstituées, quant à elles, présentent une microporosité. Tout comme la pierre naturelle, la pierre reconstituée par compression présente une porosité majoritairement piégée dont les diamètres majoritaires sont d'environ 0,35 μm . Sa structure poreuse est, en outre, moins fine que celle de la pierre reconstituée par désaéragage-essorage. On a vu que les rayons d'accès de la première ont une taille maximale de 0,83 μm , et ceux de la seconde une taille maximale de 0,2 μm . L'extrême finesse du réseau poreux de la pierre reconstituée par le nouveau procédé suggère qu'en cas de gel, les risques de dommages soient plus importants, en raison d'une carence en pores de plus grands diamètres, pouvant servir de vases d'expansion s'ils sont remplis d'air, lors de la transformation de l'eau en glace.

Ces différences de structures proviennent du procédé de fabrication. Par compression, les bulles d'air sont écrasées et scindées en microbulles de faibles diamètres (en moyenne 500 μm). Par le procédé inventé, les bulles d'air d'un diamètre correspondant, sont expulsées par désaéragage et les plus fines se trouvent écrasées lors de l'étape d'essorage, qui s'apparente à une presse. Au vu de ces mesures, on peut penser raisonnablement que le désaéragage sous vibration intense entraîne le départ de l'air occlus de taille inférieur à 500 μm .

CHAPITRE II

PROPRIETES MECANIQUES ET DEFORMATIONS

Plusieurs échantillons prélevés dans les blocs fabriqués suivant le procédé par désaéragement ont été soumis aux essais de résistances mécaniques avec pour objectif l'évaluation de leur homogénéité dans la hauteur et l'évolution de leur montée en résistance au cours du temps en fonction du mode de conservation. En outre, un long programme expérimental a été mis en place au Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Luxembourg pour évaluer les déformations subies par des éprouvettes de dimensions 40 x 40 x 700 mm extraites de quelques blocs et conservées dans des ambiances de cure différentes. On se propose ici de présenter les résultats obtenus et de les confronter, le cas échéant et après quelques adaptations éventuelles, aux modèles de résistance et de déformation associé au logiciel BétonlabPro du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

II.1. PROPRIETES MECANIQUES

Les résistances en compression et en traction (par flexion) ont été réalisées sur des éprouvettes de dimensions 40 x 40 x 160 mm. Ces découpes se font par l'utilisation de grandes scies à diamant disponibles à l'usine d'Ernzen. Il existe des irrégularités de dimensions et de parallélisme des faces, inévitables lors du sciage des éprouvettes qui peuvent influencer sur les valeurs de charge de rupture et engendrer quelques points aberrants.

Les éprouvettes sont généralement, extraites verticalement des blocs de façon à différencier le haut (H), milieu (M) et bas (B).

II.1.1. Résistance en flexion

La rupture en flexion de chaque éprouvette a été effectuée conformément à la norme EN 196-1, sur des éprouvettes de dimensions 40 x 40 x 160 mm.

L'échantillon, placé sur deux appuis (rouleaux) en acier, distants de $l = 100$ mm, est soumis à une charge croissante appliquée en son centre par l'intermédiaire d'un troisième appui.

La résistance à la traction par flexion f_t est donnée en MPa (ou N/mm^2) par la relation suivante :

$$f_t = \frac{1.5F_f l}{b^3} \quad (\text{IV.8})$$

où F_f est la charge de rupture en N, b largeur et hauteur de l'éprouvette, en mm.

II.1.2. Résistance en compression

Les demi-prismes de l'éprouvette, obtenus après rupture à la flexion, sont rompus en compression suivant la norme EN 196-1.

La charge de rupture F_c en N s'applique dans ce cas, sur une surface b^2 de l'éprouvette en mm^2 .

La contrainte de rupture f_c ou résistance à la compression vaut alors, en MPa :

$$f_c = \frac{F_c}{b^2} \quad (\text{IV.9})$$

II.1.3. Module élastique

Le module élastique sécant a été mesuré suivant la norme allemande DIN 1048. Il correspond au rapport de la contrainte f_c en N/mm^2 à la déformation relative ε :

$$E = \frac{f_c}{\varepsilon_c} \quad (\text{IV.10})$$

La déformation ε est sans dimension, elle correspond au rapport de la variation de longueur ΔL de l'éprouvette à la longueur L de la base de mesure.

Pour une détermination précise du module sécant, plusieurs éprouvettes sont nécessaires : deux pour la détermination de F_c et deux autres pour la détermination du module. La mesure en elle-même se réalise en 2 minutes. On applique le 1/3 de la charge de rupture pendant 30 secondes à l'éprouvette à deux reprises dans un intervalle de temps de 30 secondes. La mesure de la déformation s'effectue lors du troisième chargement.

Les éprouvettes issues des blocs n°41 et 43 sont de dimensions 40 x 40 x 160 mm. Celles issues des blocs n°48 et 49, pour lesquels l'évolution du module dans le temps a été déterminée sont de dimensions 150 x 150 x 300 mm.

II.1.4. Résultats

a) Homogénéité des résistances dans la hauteur

On présente, en figure IV.18 et IV.19, les résultats de résistance en flexion et en compression obtenus à 90 jours sur des éprouvettes extraites verticalement en haut, milieu et bas des blocs n°10, 14, 20, 22 et 23.

On remarque des divergences de résistances mécaniques au travers des blocs soumis aux essais, déjà constatées par les mesures de porosités. On voit que les résistances mécaniques sont systématiquement plus faibles au cœur de ces blocs comparativement aux parties inférieures et supérieures. On peut attribuer ces différences de compacité à l'étape d'essorage dont l'efficacité est concentrée sur plusieurs centimètres aux extrémités du bloc, proche des parties absorbantes, surtout si les préparations présentent une ségrégation au moment du désaéragé. On note qu'elles sont d'autant plus marquées en compression qu'en flexion, car les éprouvettes sont extraites verticalement des blocs, et à chaque rupture en flexion correspond deux ruptures en compression. Remarquons toutefois que l'essorage n'est pas systématiquement effectué par les deux extrémités notamment en ce qui concerne l'essai n°10, pour lequel il a été réalisé uniquement par la partie supérieure. On voit, en effet, que les résistances mécaniques du bloc n°10 les plus faibles se situent en partie inférieure, endroit où l'essorage était moins prononcé et où il existe une teneur en eau plus élevée.

On peut relier ces mesures de résistances aux mesures de porosité qui ont également révélé ces divergences. Il existe, en effet, un lien direct entre porosité et résistances mécaniques [Feret, 1892]. Si l'on reprend la figure IV.4 présenté au chapitre précédent, on note que les essais n°14 et 20 sont les plus homogènes, du point de vue de la porosité. Cette homogénéité se répercute convenablement sur les performances mécaniques de l'essai n°14, mais pas sur celles de l'essai n°20. Ceci peut s'expliquer par les irrégularités des éprouvettes, qui présentent souvent un défaut de parallélisme ce qui rend les comparaisons plus délicates.

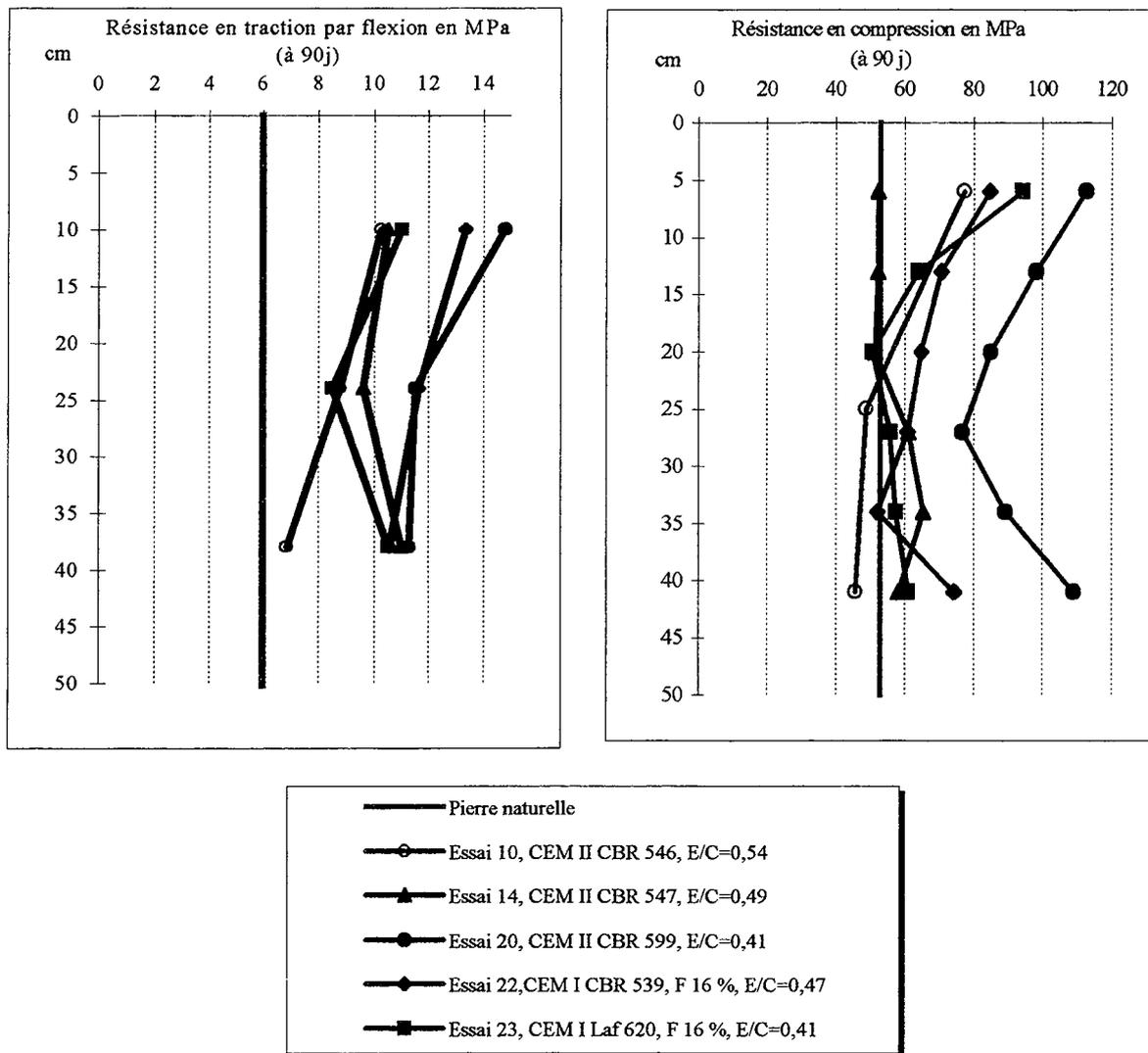


Figure IV.18 : Résistances mécaniques d'éprouvettes 40 x 40 x 160 mm

On constate que l'utilisation de fillers calcaires à hauteur de 16 % par rapport à la masse de ciment n'apporte pas d'améliorations notables aux résistances mécaniques bien que les comparaisons avec les performances des autres blocs soient difficiles en raison des nombreux autres paramètres différents (rapport E/C, type de ciment, maîtrise des étapes du procédé).

On a tracé sur les graphiques les performances du grès naturel (bien qu'elles aient été estimées sur des éprouvettes de tailles différentes (cubes de 15 cm d'arêtes)). Ces résistances sont largement dépassées, notamment en flexion. Les éprouvettes de pierres reconstituées atteignent des résistances en compression comprises entre 50 et 110 MPa, et des résistances en flexion comprises entre 7 et 14 MPa.

b) Evolution des résistances mécaniques dans le temps

→ Conservation par un emballage hermétique en aluminium

Dans le cadre des mesures de retrait, l'évolution des résistances mécaniques au cours du temps ont été étudiées. Les éprouvettes sont conservées dans une ambiance particulière. Certaines (Série Non Emballées) sont placées telles quelles en laboratoire (température de 20 °C ; Humidité Relative de 50 %), d'autres sont emballées dans un film adhésif en aluminium de sorte qu'il n'existe aucun échange avec l'extérieur jusqu'au jour de l'essai (Série Emballées), d'autres encore sont emballées dans les mêmes conditions, puis déballées à 90 jours (Série Emballées-Déballées). Cette méthode de conservation est d'une efficacité reconnue [Toutlemonde, 1996] et est souvent utilisée lorsqu'il s'agit de mesurer le retrait d'éprouvettes de bétons ou mortiers. Pour les éprouvettes de la série Emballée-Déballée, les résistances ont été mesurées à partir de 28 jours.

Les figures IV.20, IV.21, IV.22 et IV.23 montrent l'évolution des résistances mécaniques d'éprouvettes issues des blocs n°41 et 43. Le premier bloc (n°41). Il est constitué d'un ciment type CEM I 42,5 à hauteur de 537 kg/m³ et présente un rapport E/C moyen de 0,54. Le second bloc (n°43) est constitué de ciment type CEM II 42,5 à hauteur de 537 kg/m³, de fillers et de fumées de silice dosés respectivement à 10 % et 3 % par rapport à la masse de ciment et présente un rapport E/C moyen de 0,48. Les éprouvettes ont été extraites, cette fois-ci, horizontalement et l'on distingue leur provenance par les lettres H, M et B (haut, milieu et bas du bloc), bien qu'au vu de l'épaisseur relativement faible du bloc, il n'existe pas d'hétérogénéités comme il en existe, jusqu'à présent, au sein des blocs de plus grande épaisseur. Chaque point correspond à la moyenne de trois mesures.

Des ajustements semi-logarithmiques sont tracés pour une meilleure lisibilité. Les performances mécaniques des éprouvettes issues des blocs n°41 et 43 sont quasiment identiques ; elles dépassent 80 MPa en compression et 10 MPa en flexion.

Ces graphiques montrent que les éprouvettes conservées à l'air (Non Emballées) dans l'ambiance du laboratoire présentent systématiquement une évolution de leurs performances mécaniques moindres comparées à celles protégées de tout échange avec l'extérieur par un emballage hermétique en aluminium. En flexion, cette différence est de 1 à 2 MPa. En compression, elle est de plus de 20 MPa. Si l'on compare les performances des éprouvettes Emballées à celle des éprouvettes Emballées-Déballées, on remarque que les courbes d'évolution des résistances se confondent, ce qui démontre l'inutilité d'une protection au delà de 90 jours.

ESSAI 41, CEM I 42,5 CBR dosé à 547 kg/m³, E/C= 0,54

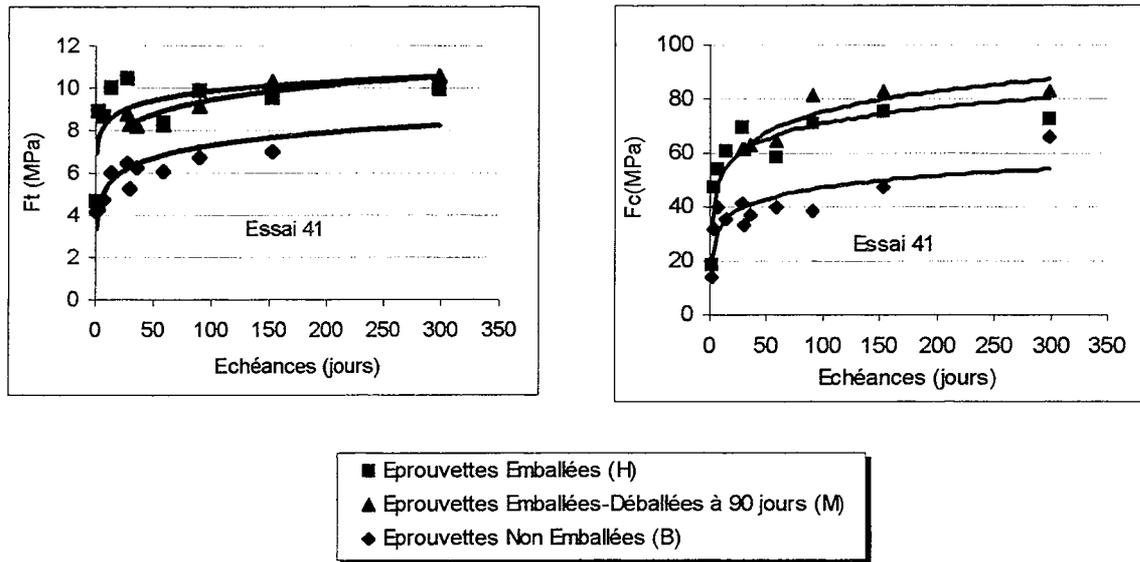


Figure IV.20 et IV.21 : Evolution des résistances mécaniques d'éprouvettes issues du bloc n°41

ESSAI 43, CEM II 42,5 CBR dosé à 537 kg/m³, Filler F=10 % et Fumées de silice FS=3 % E/C = 0,48

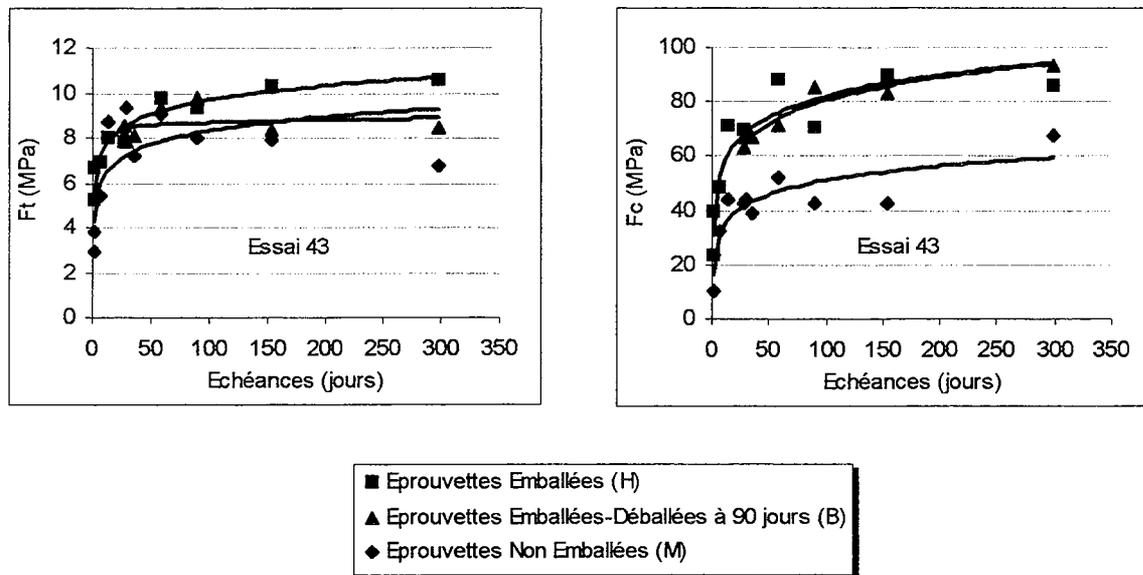


Figure IV.22 et IV.23 : Evolution des résistances mécaniques d'éprouvettes issues du bloc n°43

Les différences constatées entre éprouvettes emballées et éprouvettes conservées à l'air peuvent être corrélées aux pertes de masses occasionnées par une conservation à l'air. En effet, dans le cadre des mesures de retrait (§ II.2), les éprouvettes destinées aux mesures de retrait, conservées dans les mêmes conditions que celles soumises aux essais mécaniques ont

été systématiquement pesées, et elles permettent de suivre dans le temps ce paramètre. La figure IV.24 est un exemple de perte de masse révélée sur des éprouvettes 40 x 40 x 700 mm provenant du bloc n°41 et conservées dans les mêmes conditions que celles destinées à la rupture. Notons toutefois que la série « Emballées-Déballées » a été déballées à 28 jours et non pas à 90 jours, comme pour les éprouvettes destinées aux essais de résistance. Les mêmes pertes de masses ont été constatées pour les éprouvettes issues du bloc n°43.

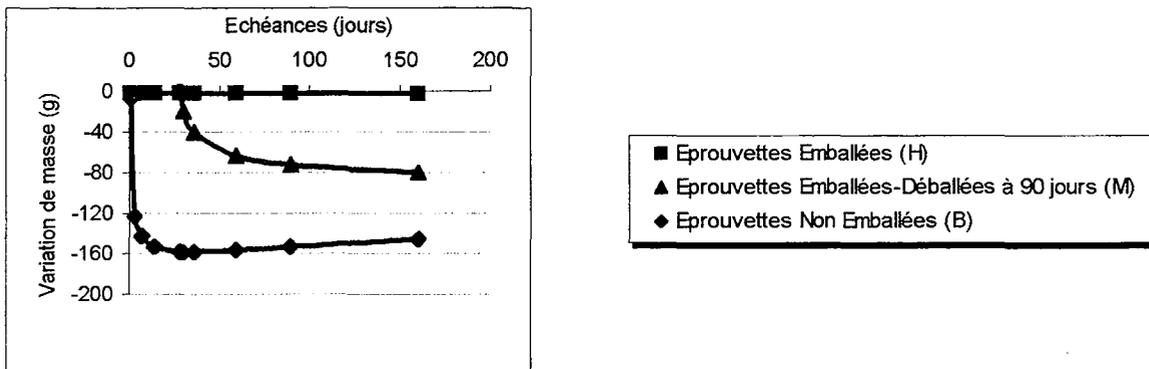


Figure IV.25 : Perte de masse des éprouvettes issues du bloc n°41 (le graphique concernant le bloc n°43 est identique)

Les éprouvettes non emballées (des blocs n°41 et 43) perdent près de 120 g d'eau au cours des 2 premiers jours (ce qui représente 17 % de leur masse totale en eau) et un maximum de 155 g d'eau (20 %) à 14 jours. Ces pertes de masses peuvent être traduites en rapport E/C ; celui-ci passe de 0,54 à 0,27 pour les éprouvettes issues du bloc n°41 et de 0,48 à 0,20 pour le bloc n°43. Ces valeurs de E/C après dessiccation chutent à tel point qu'elles deviennent inférieures au rapport E/C minimal nécessaire à l'hydratation du ciment (0,35 ; [Folliot et Al., 1982]). On comprend aisément, au vu de ces valeurs, que les performances mécaniques soient nettement plus faibles lorsque les éprouvettes sont maintenues en ambiance à 50 % d'HR. Le rapport E/C chute dès les premiers jours, et l'hydratation du ciment ne peut avoir lieu convenablement en raison d'une carence en eau.

Lorsque les éprouvettes sont protégées de la dessiccation pendant les 28 premiers jours de leur maturation, la perte d'eau, après déballage, est réduite de moitié, et les rapports E/C des éprouvettes issues des blocs n°41 et n°43 atteignent respectivement 0,40 et 0,34.

On peut donc conseiller une protection contre la dessiccation pour garantir une hydratation maximale du ciment et en conséquence une montée en résistance optimale. Toutefois, la méthode de protection (emballage des éprouvettes par un film adhésif en

aluminium) n'est applicable qu'en laboratoire pour de petites éprouvettes. Lorsqu'il s'agit de gros blocs destinés à la commercialisation après sciage et traitement de surface, on peut prévoir une cure en ambiance humide, dans l'eau en général.

→ **Conservation dans l'eau**

Des essais de résistances mécaniques ont été effectués sur des éprouvettes issues des blocs n°48 et 49 et conservées dans l'eau à 20 °C. Ces éprouvettes sont extraites du milieu des blocs de sorte qu'en cas d'hétérogénéités des propriétés, les résultats soient les plus pessimistes.

Une série d'éprouvette a été conservée dans l'ambiance du laboratoire (HR 50 %, 20 °C) et une autre a été conservée dans l'eau. Les mesures ont été effectuées pendant les 90 premiers jours.

Les figures IV.26 à IV.29 présentent les résistances mécaniques obtenues.

Essai n°48 CEM I 42,5 dosé à 588 kg/m³, E/C = 0,43

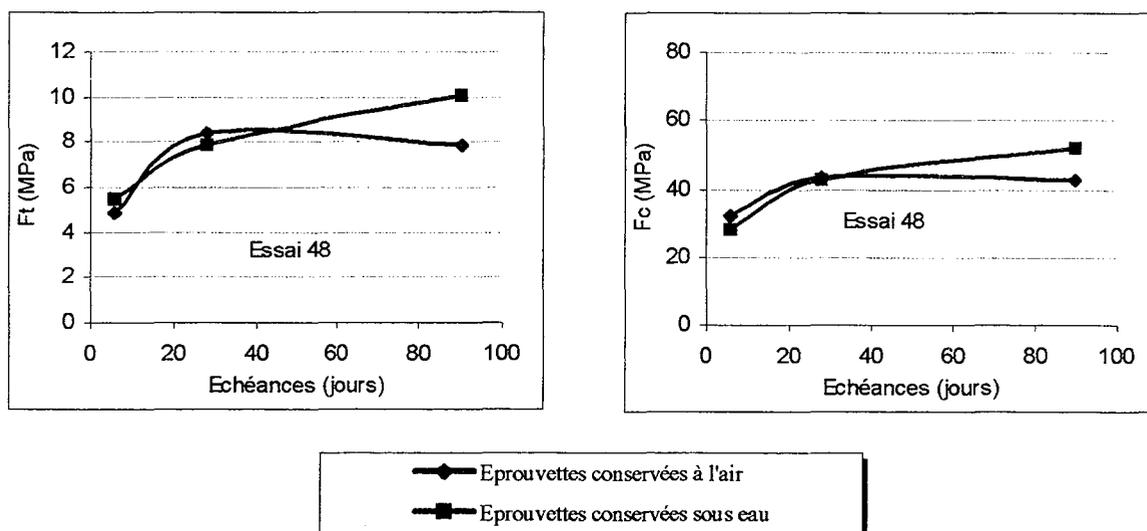
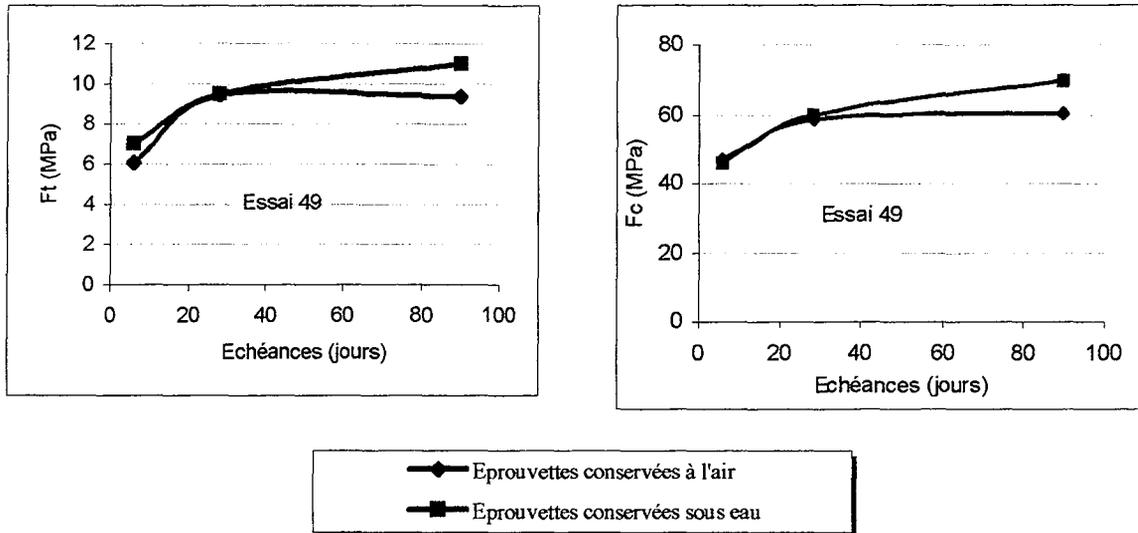


Figure IV.26 et IV.27 : Résistances mécaniques d'éprouvettes issues du milieu du bloc n°48

Essai n°49, CEM I 42,5 dosé à 570 kg/m³, E/C = 0,46



Figures IV.28 et IV.29 : Résistances mécaniques d'éprouvettes issues du milieu du bloc n°49

Les courbes des éprouvettes conservées à l'air ou dans l'eau se confondent jusqu'à l'échéance 28 jours. A partir de cette échéance, les éprouvettes présentent un comportement différent. Celles conservées à l'air n'enregistrent plus aucune augmentation, tandis que celles conservées dans l'eau continuent à gagner en résistance.

Les écarts à 90 jours entre les éprouvettes ayant été conservées différemment sont de l'ordre de 2 MPa en flexion et près de 10 MPa en compression. Ces écarts sont nettement plus faibles que ceux constatés pour les éprouvettes issues des blocs 41 et 43, conservées à l'air ou emballées (écart de 20 MPa en compression).

c) Le module élastique

Le module élastique des éprouvettes issues des blocs n°41 et 43 est présenté en tableau IV.5. Ces éprouvettes sont âgées d'un peu plus de 90 jours. La série Emballée-Déballée a été déballée une semaine avant l'essai.

On voit que le bloc n°41 présente des modules élastiques légèrement plus faibles que le bloc n°43, sauf pour les éprouvettes emballées où il est plus fort. Ce sont les éprouvettes non emballées qui présentent le module élastique le plus faible, ce qui peut s'expliquer par leur plus faible valeur de résistance mécanique.

Tableau IV.5 : Module élastique sécant des blocs n°41 et 43

	41	43
Emballées	35100	34850
Emballées-Déballées	28500	29950
A l'air	19150	20450

L'évolution du module élastique au cours du temps a été mesurée sur les éprouvettes issues des blocs n°48 et 49. Tout comme pour les résistances mécaniques, une série a été conservée dans l'air (50 % HR) et l'autre sous eau à 20 °C. On présente en figure IV.31 et IV.32 les résultats obtenus.

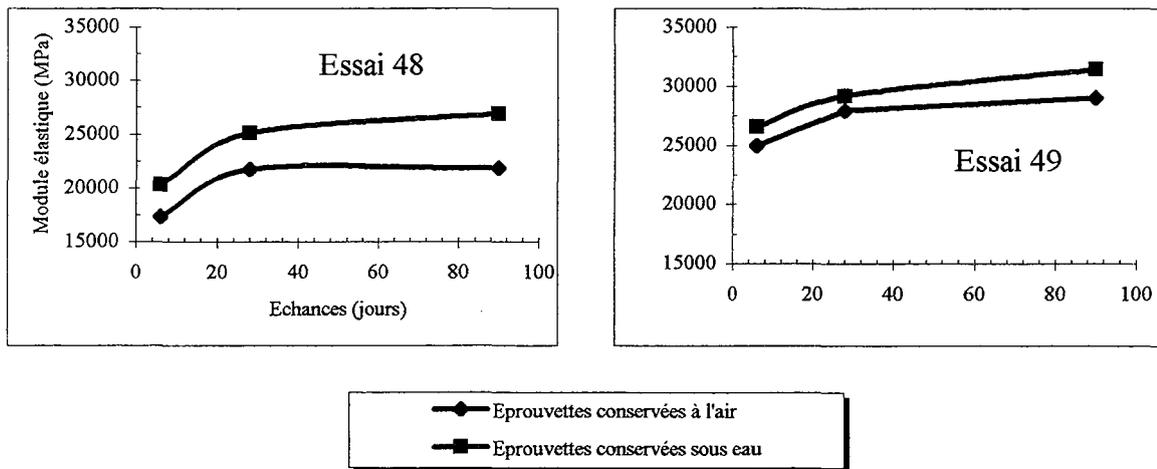


Figure IV.31 et IV.32 : Modules élastiques des éprouvettes issues respectivement des blocs n°48 et n°49

Les modules des éprouvettes conservées sous eau sont dès le départ plus importants que ceux des éprouvettes conservées à l'air, alors que les courbes des résistances mécaniques se confondent (figures IV.26 à IV.29) jusqu'à 28 jours. A partir de 28 jours, l'évolution des modules élastiques est comparable à celle des résistances mécaniques ; les éprouvettes conservées à l'air subissent une dessiccation qui perturbe la montée des propriétés mécaniques. Ces différences peuvent notamment s'expliquer par un effet d'échelle lié à la taille des éprouvettes (40 x 40 x 160 mm en compression et 150 x 150 x 300 mm pour les modules).

Les valeurs maximales de modules sont obtenues par les éprouvettes conservées sous eau et issues du bloc n°49 ; leurs résistances mécaniques étaient également les plus importantes. On a 30000 MPa à 90 jours. Les modules élastiques des matériaux testés sont élevés. Ils correspondent toutefois aux valeurs généralement rencontrées pour des produits à base de

liants hydrauliques de même résistance. Rappelons que la pierre naturelle présente un module élastique très faible (6500 MPa) par rapport à celui des pierres artificielles. On peut donc supposer que le comportement de ces matériaux vis à vis des déformations sera différent ; les pierres artificielles seront certainement sujettes à des risques de fissuration, quand bien même, leur résistance en traction est supérieure.

II.2. DEFORMATIONS

II.2.1. Protocole expérimental

Les mesures de retrait ont été effectuées sur des éprouvettes issues des blocs n°41, 43, 48 et 49 de dimensions 40 x 40 x 700 mm, ainsi que sur des éprouvettes issues d'une dalle fabriquée par compression (PR1) et contenant des fibres (dosés à 1 kg/m³), et sur des éprouvettes de grès naturel (PN). On rappelle que le retrait total correspond à la somme du retrait endogène et du retrait de dessiccation. Pour estimer l'ampleur du retrait de dessiccation, on mesure le retrait total dont on soustrait le retrait endogène. Celui-ci est obtenu en mesurant les déformations d'éprouvettes protégées de tout échange avec l'extérieur dès le début de la prise hydraulique. Toutefois, pour des raisons évidentes liées à la tenue des blocs, les éprouvettes fabriquées par désaérage-essorage ont été extraites 20 heures après fabrication. Les éprouvettes PR1, quant à elles, ont été extraites des dalles environ 6 jours après fabrication (délais de livraison par l'industriel allemand).

Les modes de conservation des éprouvettes sont récapitulés dans le tableau IV.6. Notons que le bloc n°48 comprend un anti-retrait (Eclipse dosé à 2% par rapport à la masse de ciment).

Tableau IV.6 : Conservation des éprouvettes

		Bloc n°41	Bloc n°43	Bloc n°48	Bloc n°49	PR1	PN
Emballées, puis déballées à 160 jours	ED160	x	x			x	
Emballées puis déballées à 28 jours	ED28	x	x			x	x
Non emballées, conservées à l'air	AIR	x	x	x	x	x	x
Conservées dans l'eau	EAU			x	x		

II.2.2. Résultats

Les résultats obtenus sont présentés sous la forme de graphiques (Planche graphique IV.1 et IV.2). Ils représentent le retrait mesuré à plusieurs échéances (entre 1 et 300 jours pour les éprouvettes 41 et 43, entre 1 et 100 jours pour les éprouvettes 48 et 49 et les éprouvettes de pierre naturelle (PN), et entre 1 et 160 jours pour les éprouvettes issues des dalles de fabrication allemande (PR1), ainsi que les variations de masses correspondantes.

Les éprouvettes de pierres reconstituées emballées dans un film adhésif en aluminium ne présentent aucune perte de masse ce qui confirme l'efficacité de l'emballage. Le retrait enregistré, retrait endogène, est très faible et ne dépasse généralement pas 50.10^{-6} , à long terme (28 ou 90 jours).

D'une façon générale, les déformations mesurées se développent dès les premiers jours d'exposition à l'air (retrait de dessiccation). A 90 jours, il atteint et parfois dépasse 1000.10^{-6} pour les éprouvettes 41, 43, et 49. Les éprouvettes 48 et PR1 contenant respectivement un anti-retrait et des fibres synthétiques atteignent à 90 jours, un retrait de 700.10^{-6} pour les premières et 900.10^{-6} pour les secondes. Les fibres et l'adjuvant anti-retrait permettent, semble-t-il, de diminuer le retrait de dessiccation. C'est toutefois avec prudence que l'on peut quantifier cette diminution à environ 30 %, car plusieurs autres paramètres entrent en jeu (rapport E/C, dosage en ciment...).

On voit, en outre, que les séries d'éprouvettes ED28 et ED160 développent un retrait de dessiccation moins important. Pour les blocs n°41 et 43, ce retrait est inférieur (environ 100 à

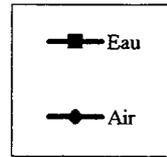
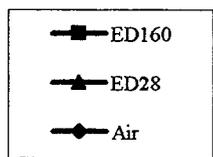
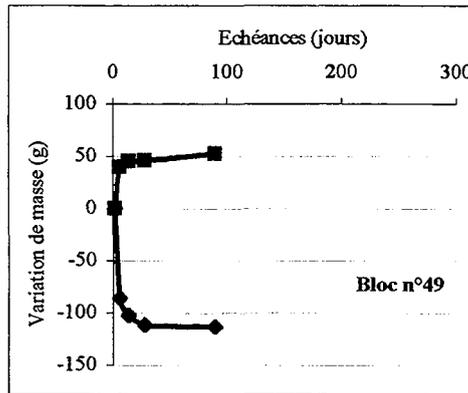
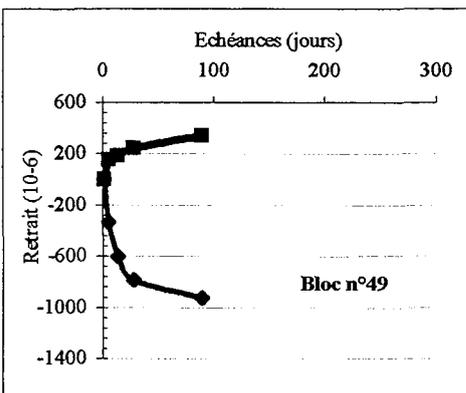
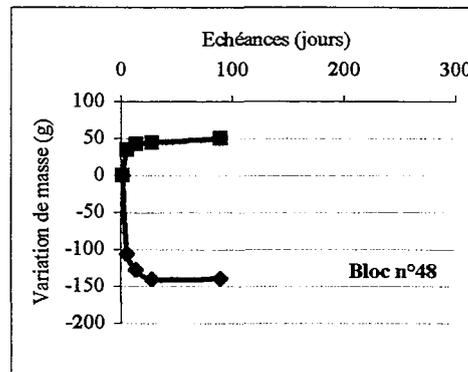
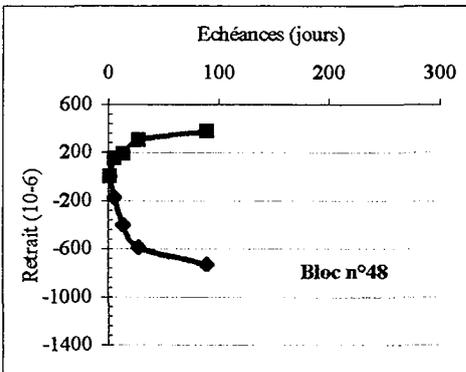
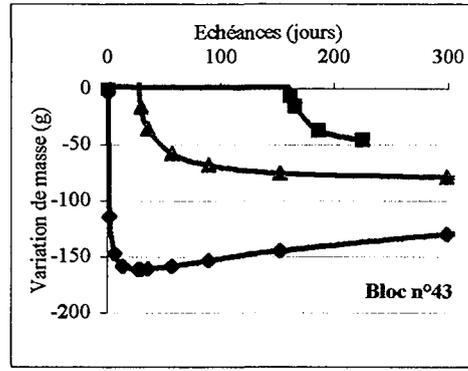
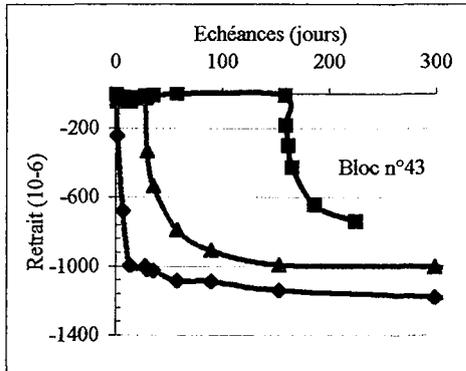
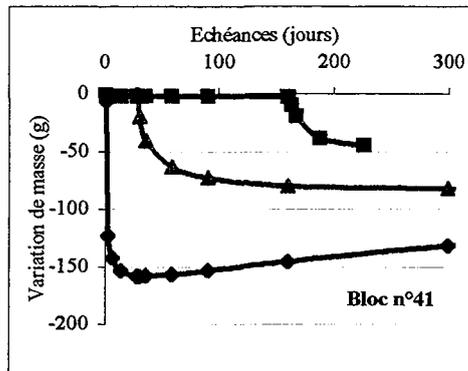
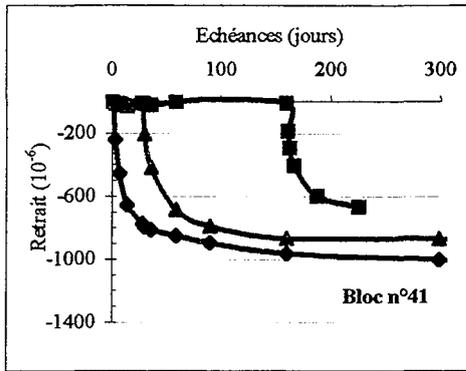


Planche graphique IV.1 : Retrait et variation de masse
Fabrication par désaérage-essorage

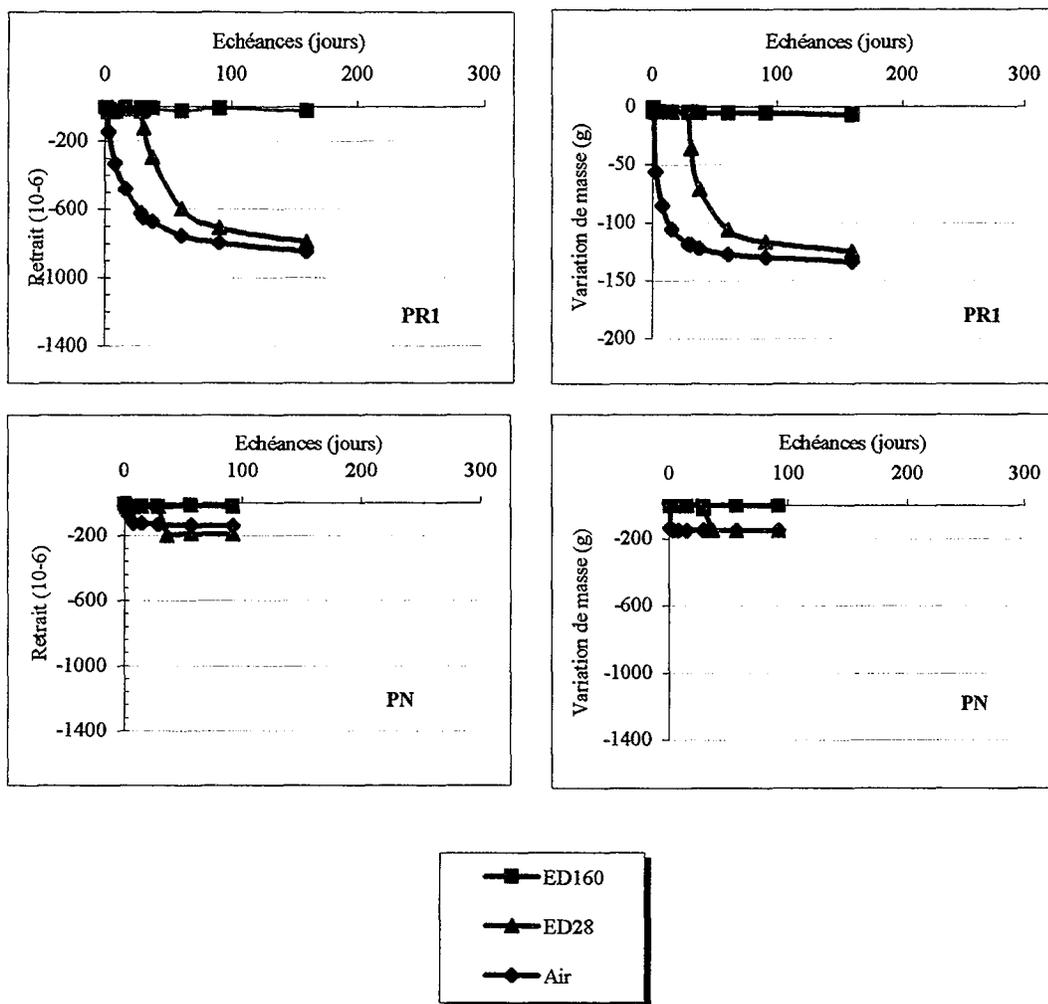


Planche graphique IV.2 :

Retrait et variation de masses de la pierre fabriquée par compression (PR1) et de la pierre naturelle (PN)

200.10⁻⁶) à celui développé par les éprouvettes exposées à l'air dès le premier jour des essais. De même, les pertes de masses correspondantes sont moins importantes, d'autant que l'emballage est maintenu plus longtemps. On voit que les éprouvettes ED160 des pierres 41 et 43, donc emballées puis déballées 160 jours après fabrication, développent un retrait respectif de 700.10⁻⁶ et 800.10⁻⁶, 90 jours après déballage, ce qui représente une amélioration de près de 30% par rapport aux éprouvettes de même formules exposées à l'air.

En ce qui concerne les éprouvettes PR1, l'emballage pendant 28 jours ne permet pas de limiter le retrait, puisqu'il atteint la même valeur que pour les éprouvettes maintenues à l'air. Toutefois, la protection en aluminium a été appliquée près de 6 jours après fabrication, pendant lesquels une dessiccation s'est produite. La protection n'a donc eu aucun effet sur ces éprouvettes.

Pour confrontation, des mesures de retrait ont également été effectuées sur des éprouvettes de Grès naturel (PN). On remarque qu'un retrait se développe rapidement lorsque les éprouvettes sont maintenues dans l'ambiance du laboratoire et atteint près de 200.10⁻⁶ en quelques jours. Les granulats issus du concassage de cette pierre présentent donc un retrait dont il sera nécessaire de tenir compte, notamment lors de la modélisation des déformations.

Enfin, les éprouvettes maintenues dans l'eau (bloc n°48 et 49) développent une déformation qui se traduit par un gonflement d'environ 400.10⁻⁶. Les variations dimensionnelles totales pour certaines pierres sont de l'ordre de 1500.10⁻⁶.

II.2.3. Calcul d'un indice de fissuration

A partir de ces mesures, il peut être intéressant d'évaluer la prédisposition de ces matériaux à la fissuration. Pour cela, on compare le retrait total (ε_{rt}) à la contrainte en traction (f_t en MPa) en faisant intervenir le module élastique différé du matériau ($E'd$ en MPa). Celui-ci tient compte de l'effet de fluage du matériau, et est généralement estimé au tiers du module élastique instantané [Dreux et al, 1999] mesuré sur les éprouvettes (II.1.4,c). On établit alors, un indice de fissuration théorique qui traduit une fissuration potentielle s'il est supérieur à 1 :

$$I_f = \frac{\varepsilon_{rt} E'd}{f_t} \quad (IV.11)$$

Avec

$$E'd = \frac{E}{3} \quad (IV.12)$$

Notons toutefois, que la résistance à la traction a été mesurée sur des éprouvettes prismatiques (de dimensions 40 x 40 x 160 mm) alors que la relation fait intervenir la résistance à la traction mesurée sur des éprouvettes cylindriques 160 x 320 mm. Conformément aux travaux de Lecomte [Lecomte, 2000], on affecte donc un coefficient α de 0,45 à nos valeurs expérimentales.

Les tableaux IV.7 a et b présentent les indices de fissurations des blocs n°41, 43, 48 et 49 ainsi que de la pierre naturelle, calculés en tenant compte des valeurs brutes des résistances à la traction, des modules et des retraits mesurés.

Tableau IV.7 a et b : Indices de fissuration

Mesures à des échéances différentes					Mesures à 90 jours					
			41	43				48	49	PN
ED160	ft (90 j)	MPa	9,85	9,37				-	-	
	E (90j)	MPa	35100	34850				-	-	
	ϵ_{rt} (300j)	10^{-6}	650	743				-	-	
	If	-	1,7	2,04				-	-	
ED 28	ft (90 j)	MPa	9,13	9,79				-	-	
	E (90j)	MPa	28500	29950				-	-	
	ϵ_{rt} (300j)	10^{-6}	870	1006				-	-	
	If	-	2,01	2,28				-	-	
Air	ft (90 j)	MPa	6,7	8	ft	8	9,35	6		
	E (90j)	MPa	19150	20450	E	21800	28950	6500		
	ϵ_{rt} (300j)	10^{-6}	900	1180	ϵ_{rt}	729	928	200		
	If		1,90	2,23	If	1,47	2,13	0,16		

Tous les indices de fissuration sont supérieurs à 1, sauf celui de la pierre naturelle, ce qui théoriquement présage d'une fissuration pour les pierres reconstituées.

Exceptés pour les pierres 48, 49 et PN, ces résultats ne sont pas tout à fait rigoureux dans la mesure où les différentes propriétés sont comparées à des échéances différentes, compte tenu du calendrier des essais (90 jours pour les résistances en traction et les modules et 300 jours pour le retrait total). On peut toutefois supposer que le rapport E/ft évolue peu jusqu'à 300 jours. Dans ce cas, on constate que les éprouvettes protégées de la dessiccation pendant une longue échéance présente le risque de fissuration le plus faible. Par contre, celles ayant subi un séchage après 28 jours, sont potentiellement les plus sujettes à la fissuration. Celles

conservées dans l'air dès le départ, présentent un risque intermédiaire. Ce constat étonnant est lié aux bonnes résistances en traction mesurées à 90 jours sur ces produits. Cependant, cela ne présage pas d'une fragilité précoce de ces pierres puisque le retrait total est important dès les premiers jours, alors que les résistances en traction sont faibles (Figure IV.20 et IV.22), et que les modules (non mesurés à court terme) le sont probablement aussi. Ces résultats suggèrent que la conservation contre la dessiccation doit être prolongée pour être bénéfique.

Par ailleurs, on constate que les éprouvettes issues du bloc contenant l'anti-retrait Eclipse (n°48) présente l'indice le plus faible des pierres reconstituées, ce qui confirme son efficacité. En outre, on remarque que le mélange comprenant des fillers et des fumées de silice à hauteur de 10 et 3% de la masse de ciment présente un risque de fissuration plus important que si aucune addition n'est apportée au mélange (n°43).

Enfin, l'indice de fissuration de la pierre naturelle est estimé à 0,16. En raison de son élasticité, elle présente un risque de fissuration négligeable, comparé à celui des pierres reconstituées.

II.3. CONFRONTATION AUX MODELES

L'exploitation de ces nombreuses mesures de variations dimensionnelles nécessite le recours à un ou des modèles destinés à établir un lien cohérent avec les différents paramètres des formules. Ce long travail est en cours de réalisation et fera l'objet d'une publication prochaine intitulée « Variations dimensionnelles de mélanges hydrauliques fins » [Lecomte, Vulcano-Greullet, Steichen, Scharfe, 2001]. On présente ici la démarche adoptée avec, pour chaque étape, un ou des exemples illustratifs.

Les outils retenus pour cette étude sont notamment les modèles de résistance et de déformations associés au logiciel BétonlabPro dédié aux bétons hydrauliques [de Larrard, 2000].

Dans cette approche, on parvient à évaluer avec précision *la déformation totale à long terme*¹ à partir :

- du module élastique E_g des granulats,

¹ la modélisation du retrait endogène, qui participe, avec le retrait de dessiccation, au retrait total n'est pas abordée ici, en raison notamment de sa faible amplitude pour ces pierres artificielles qui ne contiennent pas d'eau en excès (voir les courbes expérimentales précédentes).

- du module élastique différé E_{md} de la matrice, lui-même reliée à la résistance à la compression f_c du matériau, et des paramètres g et g^* , les volumes granulaires réel et maximum du mélange.

La résistance en compression dans le temps est calculée à partir du dosage et des propriétés des constituants, à savoir :

- la composition et la montée en résistance du ciment,
- l'activité K_{p_i} des additions éventuelles,
- les propriétés d'adhérence p et d'effet limitant q des granulats.

La résistance en traction dépend d'un coefficient k_t fonction de la nature des granulats. Tous ces éléments sont connus pour les matériaux utilisés (cf. annexe 3 et § II.1), exceptés ceux relatifs aux granulats (p , q , k_t et E_g). Ils font donc l'objet d'une caractérisation spécifique préalable.

On a vu par ailleurs que la plupart des blocs présentaient une variation de compacité dans la hauteur. En considérant que les constituants solides sont uniformément répartis dans le mélange, il faut alors déterminer la quantité effective d'eau efficace E (ou le rapport E/C) de chaque tranche d'où sont tirées les éprouvettes. Ce calcul a été réalisé en ajustant par itération la quantité E de la formule jusqu'à retrouver simultanément la masse volumique initiale et la porosité mesurée à long terme de la tranche considérée. Dans ce deuxième cas, on déduit l'eau mobilisée par les hydrates de l'eau utile E , selon l'approche présentée au § II.1.2.

Les résistances calculées par ces modèles doivent alors, en principe, coïncider avec les mesures expérimentales. Pour aborder la modélisation des déformations, il faut encore vérifier, pour ces mélanges, la validité de la relation entre la résistance en compression et le module élastique. Le retrait total théorique calculé pourra alors être confronté aux mesures présentées ci-avant. Enfin, après ajustement éventuel des paramètres, ces modèles pourront permettre d'estimer un indice de fissuration potentiel pour chaque formule et, finalement, apporter une aide à la désignation des pierres artificielles les moins propices à la fissuration.

II.1.1. Mesures des paramètres p , q , et k_t des granulats

L'ensemble des propriétés nécessaires aux simulations (masses volumiques, absorption, granularité, compacités des tranches, performances des liants, etc.) sont inventoriées et

détaillées dans les chapitres précédents. Restent à déterminer les paramètres des granulats intervenant dans les modèles de résistances. Les mesures ne se font pas directement sur matériaux, mais sur des mélanges de qualité contrastée. En théorie, pour chaque granulats, on fabrique au moins deux bétons (avec différentes coupures en proportions optimisées), l'un faiblement et l'autre fortement dosés en ciment, pour lesquels on calcule la résistance $f_{c,m1}$ et $f_{c,m2}$ de leur matrice selon la relation suivante :

$$f_{c,m}(t) = 13.4\sigma \left[d(t) - 0,0023 \frac{d(7)}{t} \cdot \frac{\sum S_{fi} f_i}{t} + \left(1 + \rho_c \frac{e+a}{c_{eq}} \right)^{-2,85} \right] EMP^{-0,13} \quad (IV.13)$$

La matrice étant la pâte formée par le mélange du liant équivalent, de l'eau efficace (e), et de l'air occlus (a). Cette relation a été établie à partir des travaux de Féret [Fertet, 1892], dont la loi a été vérifiée et ajustée ; la résistance de cette pâte est donc fonction de la classe vraie du ciment à 28 jours (σ) et du rapport $(e+a)/c_{eq}$. En outre, cette résistance est renforcée par la présence éventuelle de fillers qui entrent dans la relation au travers de leur surface spécifique (S_{fi}).

Notons la contribution d'un terme cinétique $d(t)$ qui rend compte de l'évolution de la montée en résistance, et du terme EMP (Epaisseur Maximale de Pâte), qui correspond à la distance moyenne entre deux granulats de taille D_{max} , et tient compte des volumes granulaires réel g et maximum du mélange g^* :

$$EMP = D_{max} \left(\sqrt[3]{\frac{g^*}{g}} - 1 \right) \quad (IV.14)$$

On mesure alors leurs performances en compression f_{c1} et f_{c2} obtenues sur cylindres, à 28 jours par exemple. Un système de deux équations à deux inconnues, appliqué à la relation IV.15, permet alors de trouver le coefficient d'adhérence p et le coefficient d'effet limitant q du granulats.

$$f_c(t) = \frac{p \cdot f_{c,m}(t)}{q \cdot f_{c,m}(t) + 1} \quad (IV.15)$$

De même, la comparaison des résistances en compression et en traction permet de trouver le coefficient k_t , d'après la relation IV.16.

$$f_t = k_t f_c^{0,57} \quad (IV.16)$$

En pratique, on a fait le choix de mesurer ces paramètres sur des mélanges dosés à la quantité de ciment CEM I habituellement utilisée dans les blocs (540 kg/m^3), avec soit 100% de sable S1 ou de sable S2, soit 50% de l'un et de l'autre. Les paramètres ont alors été trouvés par itérations successives, en utilisant le solveur de Excel® et en respectant les plages de validité admises pour les granulats [de Larrard, 2000], par recherche de l'écart minimum entre les résistances théoriques calculées avec le modèle et les mesures expérimentales.

Les valeurs obtenues, données dans le tableau IV.8, paraissent vraisemblables compte tenu de la nature des granulats, par comparaison aussi à celles d'autres matériaux de nature similaire [Lecomte, 2000]. Le sable correcteur, totalement siliceux, présente une adhérence médiocre, sans aucun effet limitant. Le sable d'Ernzen a une meilleure adhérence, mais un effet limitant significatif qui peut être rapproché à la présence de carbonate. La figure IV.33 montre l'influence de ces paramètres sur la résistance en compression.

Le coefficient k_t a été déduit des essais de fendage sur cylindres (relation IV.16).

Tableau IV.8 : Indices de fissuration

	p	q	k_t
	Effet d'adhérence	Effet limitant	Coefficient de traction
S1	0,84	0,005	0,46
S2	0,80	0	0,48

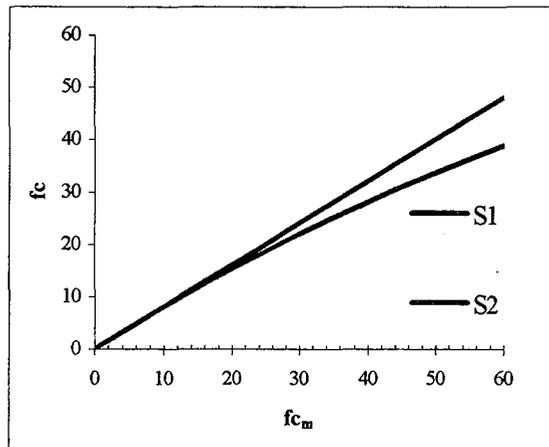


Figure IV.33 : Influence des paramètres p et q sur la résistance à la compression

II.1.2. Ajustement des formules

Les résistances et les déformations dépendent étroitement de la composition du mélange. Il importe donc de préciser la composition rigoureuse des éprouvettes soumises aux essais, sachant qu'elle peut varier selon la position dans le bloc de la tranche d'où elles sont tirées

(rappelons que les blocs présentent souvent, jusqu'à présent, une variation verticale de compacité liée aux aléas du procédé développé).

L'ajustement d'une composition est présentée brièvement ci après, en prenant pour exemple la « tranche du haut » du bloc n° 41 qui a été soumise aux essais de retraits. Ce bloc ne contient aucune addition et il a été essoré uniquement par le haut (le système d'essorage par le bas étant défectueux au moment de l'essai). Dans le premier tableau, on trouve les compositions du bloc au terme de chaque étape du procédé ; coulage, désaéragage, essorage (données tirées de l'annexe 3).

Tableau IV.9 : Evolution de la formule du bloc n° 41 durant l'application du procédé.

Matériaux		Formule ajustée au m ³										
		CEMI	S1	S2	FC	FS	P	Adj	E eff.	a	Masse totale *	V réel
		kg (masses sèches)							l	kg	l	
Stade	Préparation fraîche	492	604	641	0	0	1.16	0	302	58.5	2049	1000
	Après désaéragage	520	638	677	0	0	1.22	0	319	5**	2166	1000
	Eau essorée								-73.6			
	Après essorage	561	689	731	0	0	1.32		266	5**	2260	1000

Les éprouvettes prélevées le lendemain de la fabrication ont été conservées emballées sous protection étanche en aluminium pendant 160 jours. Leur masse volumique réelle initiale a été déterminée avec précision, ainsi que leur porosité à 90 jours (à partir de petits échantillons conservés dans les mêmes conditions que les éprouvettes). La quantité d'eau efficace nécessaire pour retrouver simultanément, par itérations, ces deux propriétés mesurées est donnée dans le tableau IV.10 qui présente aussi les dosages « définitifs » au m³ des autres constituants de la formule. Les relations qui lient la porosité après hydratation (partielle ou totale) à l'eau efficace sont présentées au § II.I.2. On constate que le volume d'eau efficace de cette tranche est sensiblement plus faible que celui du bloc entier, à cause vraisemblablement de l'essorage asymétrique. Les autres termes de la formule varient donc aussi. Pour d'autres blocs, les différences sont moindres.

Tableau IV.10 : Formule « définitive » de la tranche du haut du bloc n° 41 après ajustement de la quantité d'eau efficace.

	Formule ajustée au m ³											Mesures	
	CEMI	S1	S2	FC	FS	P	Adj	E eff	A	Masse totale *	V réel	Masse volumique à 1 J	Porosité à 90 jours
	kg (masses sèches)								l	kg	l		
Eau essorée								-96.4					
Après essorage	575	706	749	0	0	1.35		247	5**	2292	1000	2292	18

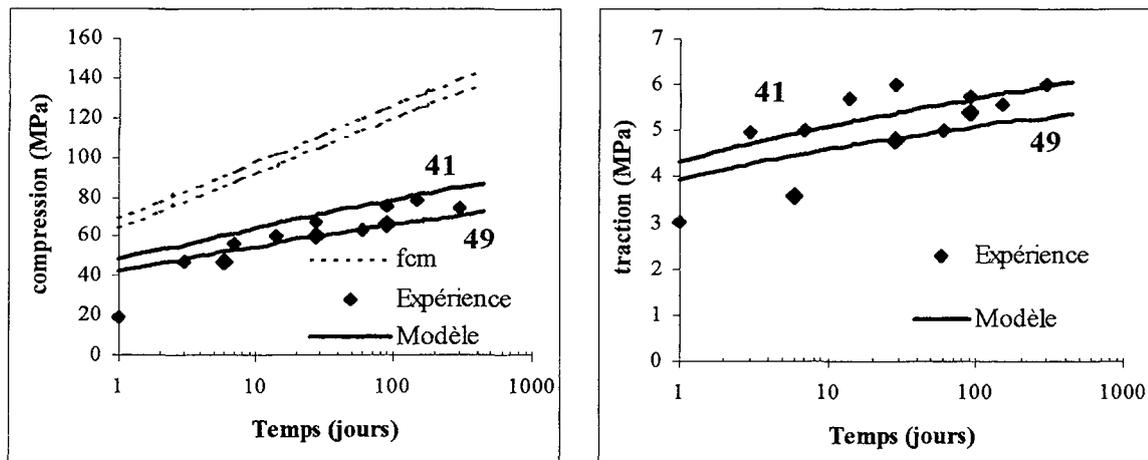
* dont eau absorbée - **estimation

II.1.3. Modélisation des résistances

Connaissant les dosages de chaque tranche, la résistance en compression entre 1 jour et le long terme est calculée par étapes successives, en cherchant tout d'abord la quantité de liant équivalent dans le temps selon la relation suivante :

$$c_{eq}(t) = c \left[1 - 1,1 \left(1 - \exp \left[- \frac{\sum K_{p,i}(t) \cdot p z_i}{c} \right] \right) + 0,017 t_{C3A} \left(1 - \exp \left[- 79 \frac{\sum f_i}{t_{C3A} \cdot c} \right] \right) \right] \quad (IV.17)$$

La résistance de la matrice est également calculée à l'aide des relations données précédemment (relations IV.13 et IV.14) ainsi que celle du mélange contenant les granulats (relation IV.15). Dans le cas présent, même si aucune addition n'est apportée directement, il faut tenir compte des fillers calcaires présents dans le CEM I (4%) et dans les fines du sable S1 (dont 50% environ sont de nature carbonatée) pour déterminer le liant équivalent. Ces fillers ont une activité liante et ils accélèrent le durcissement, dans une certaine limite toutefois [Caré et Al, 2000]. Le paramètre cinétique déduit de la fiche ciment, les quantités de liant équivalent, d'eau et d'air, ainsi que l'épaisseur maximale de pâte permettent de calculer la montée en résistance de la matrice f_{c_m} . Enfin, la résistance en compression du mélange est calculée avec les paramètres p et q ; la résistance en traction est ensuite trouvée avec le paramètre k_t . Les figures IV.34 et IV.35 confrontent les résistances mesurées aux résistances calculées selon cette approche. On constate qu'il existe une concordance satisfaisante, ce qui démontre la validité de ces modèles de résistance pour ces mélanges hydrauliques fins.



Figures IV.34 et IV.35 : Validation des modèles de résistances sur les pierres 41 et 49

II.1.4. Modélisation des modules

Le module instantané E de la pierre n° 41 n'a pas été mesuré à différentes échéances. Pour vérifier la concordance entre modules théoriques et expérimentaux, on utilisera donc ici les mesures faites sur une autre pierre de formule similaire, mais conservée dans l'eau (pierre n° 49). La formule exacte, la résistance de la matrice et la résistance en compression de cette pierre ont été calculées de la même façon que précédemment, et les modèles de résistances donnent des valeurs qui s'ajustent tout aussi convenablement aux valeurs expérimentales (figures IV.34 et IV.35). Le module E_m de la matrice est alors déduit de la résistance en compression :

$$E_m = 226f_c \quad (IV.18)$$

Et celui de la pierre de la relation IV.19 où interviennent aussi le module du granulat E_g et les paramètres g et g^* :

$$E = \left(1 + 2g \frac{E_g^2 + E_m^2}{(g^* - g)E_g^2 + 2(2 - g^*)E_g E_m + (g^* + g)E_m^2} \right) E_m \quad (IV.19)$$

Comme ces pierres sont façonnées avec deux sables de nature différente, on considère un module E_g moyen pondéré au prorata des dosages respectifs. On a pris pour S1 et S2 des modules de 54000 et 75000 MPa respectivement, valeurs trouvées dans la littérature pour des granulats issus de roches similaires [Arquié et Tourenq, 1990]. On trouve alors une concordance satisfaisante entre les modules mesurés et calculés (figure IV.36), ce qui, à ce stade, valide le modèle des bétons hydrauliques pour le module de ces mélanges fins.

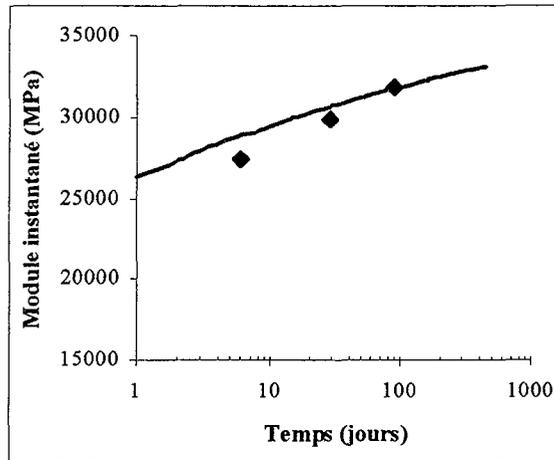


Figure IV.36 : Validation du modèle du module élastique sur la pierre n° 49

II.1.5. Modélisation des déformations

Le modèle associé à BétonlabPro qui permet d'estimer la déformation totale à long terme a été validé sur des bétons conservés à 20°C et 50% HR, après une cure de 28 jours dans de l'eau à 20°C.

L'évaluation du retrait total peut s'effectuer à partir de la relation suivante :

$$\varepsilon_{\tau} = \varepsilon_{\tau}^g + \frac{\left(1 + \frac{E_{md}}{E_g}\right) \left(1 - \frac{g}{g^*}\right) + \frac{4 \frac{E_{md}}{E_g} (1 - g^*) \frac{g}{g^*}}{g^* + \frac{E_{md}}{E_g} (2 - g^*)}}{1 + \frac{g}{g^*} + \frac{E_{md}}{E_g} \left(1 - \frac{g}{g^*}\right)} (\varepsilon_{\tau}^m - \varepsilon_{\tau}^g) \quad (IV.20)$$

Elle fait intervenir un certain nombre de paramètres et notamment le retrait de la matrice (E_m) qui s'obtient par l'application de la relation suivante :

$$E_m = 226f_c \quad (IV.21)$$

Le paramètre E_{md} correspond au module différé sans séchage de la matrice prenant en compte le fluage. La relation prend en considération la résistance en compression du matériau (f_c), les compacités réelle et virtuelle du mélange (α et β), ainsi qu'une fonction ψ qui correspond à la contribution des pouzzolanes :

$$E_{md} = \alpha(1 + \beta\Psi)f_c \quad (IV.22)$$

Enfin, ε_{τ}^m correspond au retrait total de la matrice :

$$\varepsilon_{rt}^m = 0,0286f_c^{-0,414} \quad (IV.23)$$

Et ε_{rt}^g au retrait du granulat. En effet, le retrait de séchage du granulat S1 a été intégré au calcul, car le grès d'où est tiré ce sable présente un retrait de dessiccation non négligeable, approchant $200 \cdot 10^{-6}$ (Planche graphique IV.2). Ce retrait, baptisé $\varepsilon_{rt(S1)}^g$, a été estimé à la moitié du retrait à long terme du grés.

La considération de ces paramètres permet alors de calculer un retrait final total tout à fait vraisemblable pour ces pierres (relation IV.20), du même ordre que celui que l'on obtient si l'on extrapole les mesures expérimentales (figure IV.37).

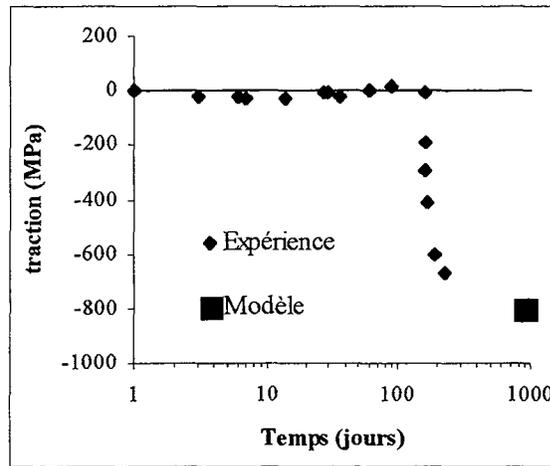


Figure IV.37 : Evolution du retrait total de la pierre n° 41 déballée après 160 jours de cure sous emballage hermétique et prévision du modèle de retrait total correspondant.

II.1.6. Indice de fissuration théorique

Ces calculs conduisent naturellement à comparer la contrainte engendrée par le retrait total à la résistance à la traction f_t du matériau, faisant intervenir E'_d le module différé en condition sèche déduit de la relation suivante :

$$E'_d = \left(1 + 2g \frac{E_g^2 + E'_{md}{}^2}{(g^* - g)E_g^2 + 2(2 - g^*)E_g E'_{md} + (g^* + g)E'_{md}{}^2} \right) E'_{md} \quad (IV.24)$$

E'_{md} correspond au module élastique différé avec séchage et est déduit d'une relation similaire à celle permettant l'estimation de E_{md} (relation IV.22) où interviennent des compacités réelles et virtuelles calibrées expérimentalement.

Dans le cas de la pierre n° 41, l'application numérique de la relation IV.11 permet d'obtenir pour I_f une valeur d'environ 1,7. Sur l'ensemble des mesures, I_f varie de 1,2 à 2,1

selon les formules testées et le mode de conservation, ce qui concorde avec les indices de fissuration expérimentaux. Une fois encore, on peut juger de la validité du modèle.

II.2. CONCLUSION

Les résultats obtenus en résistance sont similaires à celles des bétons courants, voire supérieurs. Pour une même formule, les résistances sont meilleures pour les éprouvettes conservées soit sous emballage étanche en aluminium adhésif, soit dans l'eau pendant 90 jours. Les mesures de modules élastiques suivant la norme DIN1048 montrent également la même tendance. Lorsque les éprouvettes sont protégées de la dessiccation, les modules atteignent 30 à 35 000 MPa. Lorsqu'elles sont exposées à l'air leurs modules élastiques dépassent à peine 20 000 MPa.

Les mesures de déformations montrent que, sans protection, les éprouvettes peuvent atteindre, et voire dépasser 1000.10^{-6} de retrait. Les plus fortes valeurs étant obtenues par les éprouvettes exposées à l'air du bloc n°43 contenant des fillers et des fumées de silice à hauteur respective de 10 et 3 % par rapport à la masse de ciment. Ce retrait est essentiellement dû à la dessiccation puisque les éprouvettes protégées par du film aluminium adhésif, ont développé un retrait endogène très faible, n'excédant pas 50.10^{-6} . On a également constaté l'effet de l'adjuvant anti-retrait Eclipse de la société Grace ; à 90 jours, le retrait mesuré (éprouvettes du bloc n°48) est notablement inférieur à celui développé par les autres éprouvettes, bien que les comparaisons soient difficiles, en raison des nombreux autres paramètres (dosage en ciment, rapport E/C). Enfin, des mesures sur éprouvettes issues de dalles fabriquées par compression et incorporant des fibres montrent que celles-ci influent positivement sur les valeurs de retrait qu'elles permettent de réduire, et surtout de répartir.

Les indices de fissuration, quant à eux, sont élevés et présagent l'apparition de fissures. Ces indices sont toutefois diminués par une cure en ambiance humide ou par une cure à l'écart de toute dessiccation par un emballage sous aluminium. L'indice de fissuration obtenu sur les éprouvettes maintenues à l'air du bloc n°48 est le plus faible, ce qui confirme que l'utilisation de l'adjuvant anti-retrait Eclipse est un recours plus efficace encore que les protections contre la dessiccation des matériaux.

Enfin, on a vu que les nombreuses mesures de retrait réalisées sur ces différentes pierres peuvent servir à étendre aux mélanges hydrauliques fins la validité des modèles de résistances et de retraits associés au logiciel BétonlabPro. Dans le cas de mélanges conservés au moins 28 jours sous eau ou sous protection étanche, les modèles initialement validés pour les bétons donnent des ordres de grandeur satisfaisants. Par contre, lorsque les préparations sont

exposées à une dessiccation prématurée, les retraits mesurés sont supérieurs aux prévisions (données à paraître dans la publication annoncée). A l'inverse, lorsque des fibres ou des adjuvants anti-retrait sont utilisés, les retraits mesurés sont plus faibles que ceux prévus. Il convient donc d'amender le calibrage de ces modèles pour prendre en compte ces comportements. Enfin, un indice de fissuration supérieur à 1 n'est pas synonyme de l'apparition obligatoire de fissures, même de peau, car les retraits pris en compte dans le calcul sont ceux qui apparaissent au terme d'une exposition prolongée dans un environnement à hygrométrie peu élevée, rarement rencontré sur une longue période dans nos régions. C'est pourquoi d'autres modèles sont aussi testés dans l'article projeté, afin de comparer la cinétique du retrait à la montée en résistance des mélanges (calculée à partir des outils de BétonlabPro), en tenant compte de la dimension des pièces soumises aux essais.

CHAPITRE III

RESISTANCE AU GEL

L'une des spécifications que doit respecter la pierre artificielle est d'être résistante face au gel avec et sans sels de déverglaçage. Notons toutefois que cette spécification est très sévère, puisqu'en général, on recommande d'éviter l'utilisation de sels de déverglaçage sur les pierres naturelles.

Pour déterminer la résistance au gel, on a effectué des mesures suivant les recommandations de la RILEM CDC2 de 1977 sur des échantillons provenant de la pierre naturelle (PN), de la pierre artificielle fabriquée par compression en Allemagne (PR1) et de la pierre artificielle fabriquée par le procédé mis en place (PR2). Les essais ont été effectués au Laboratoire d'Essais des Matériaux du Luxembourg. On présente ici les résultats obtenus et on se propose de les interpréter par l'utilisation de techniques de caractérisation tels que la diffraction des rayons X, la Microscopie Electronique à Transmission, l'observation de lames minces, et par l'analyse des informations recueillies par porosimétrie au mercure.

III.1. DEROULEMENT DES CYCLES GEL DEGEL

Les échantillons soumis au gel simple sont des prismes de 4 x 4 x 16 cm. Ceux soumis au gel avec sel sont des prismes de 15 x 15 x 10 cm d'épaisseur. Les éprouvettes de pierres reconstituées sont au moins âgées de 28 jours, de sorte que l'hydratation du ciment soit maximale. Les recommandations de la RILEM CDC 2 de 1977 prévoient une cure dans une ambiance humide pendant au moins 14 jours, suivi d'une cure dans une ambiance sèche jusqu'au 28^{ème} jour. Avant l'essai, on façonne, sur une des faces, un emplacement circulaire, à rebord, d'environ 10 cm de diamètre, destiné à accueillir une solution saline de NaCl dosé à 3 % en masse. Les autres faces de l'éprouvette sont soigneusement recouvertes de résine Epoxy pour empêcher toute évaporation d'eau. La solution saline doit recouvrir la surface d'environ 1 à 2 mm. Au cours de l'essai, la quantité de solution est régulièrement vérifiée et ajustée si nécessaire. Pour chaque type d'échantillons, deux éprouvettes au minimum subissent l'essai. Les éprouvettes destinées au gel sans sels sont simplement déposées dans la chambre de congélation sans préparation préalable.

La chambre de congélation à disposition au Laboratoire d'Essais des Matériaux du Luxembourg est totalement automatisée. Les variations de température lors des cycles sont enregistrées. Un cycle de gel comprend 10 heures de gel à $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$, suivi d'une montée en température et de 10 heures de dégel à $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Les montées et descentes en température s'effectuent progressivement en 7 heures.

L'expérience s'achève au terme de 25 cycles. Les dommages causés par le gel sont examinés et les écailles éventuellement formées sont pesées et exprimées en mg/mm^2 . Une perte de masse comprise entre $0,5$ et $3\text{ mg}/\text{mm}^2$ est tolérée pour un produit hydraulique par la RILEM. En deçà de $0,5\text{ mg}/\text{mm}^2$, le matériau est considéré comme hautement résistant au gel, au delà de $3\text{ mg}/\text{mm}^2$, il est faiblement résistant au gel.

En raison des dérives de compacités observées dans la hauteur des blocs de pierres fabriquées par désaérage-essorage, il a semblé utile de distinguer les échantillons provenant du haut (H), du milieu (M) et du bas du bloc (B).

Pour déterminer l'incidence de la saturation en eau des matériaux étudiés, on a modifié les conditions de cure pour certains échantillons destinés aux essais de gel en présence de sel (tableau IV.11). La série N correspond aux échantillons dont la conservation suit les recommandations de la RILEM (les 14 jours précédents les essais, les échantillons sont conservés à l'air). La série S correspond aux échantillons conservés en condition sèche pendant 12 jours dans une étuve à $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Au terme de ces 12 jours, les échantillons ont été entreposés à l'air pendant 2 jours, pour les recouvrir de résine Epoxy.

Tableau IV.11 : Conditions de cure

	Gel en présence de sels
SERIES N	Eau 28 jours, air 14 jours
SERIES S	Eau 28 jours, Etuve 50°C 12 jours, Air 2 jours.

III.2. PRESENTATION DES RESULTATS

Trois séries de résultats sont présentées ici. Il s'agit tout d'abord des résultats des essais de gel concernant le grès naturel et les dalles de pierres reconstituées fabriquées en Allemagne

par compression (Tableau IV.12). Dans ce tableau figure également les pertes de masses constatées sur des échantillons provenant de blocs fabriqués à Ernzen.

Le grès d’Ernzen ainsi que la pierre reconstituée en Allemagne par le procédé par compression sont considérés ingélifs, suivant le protocole de la RILEM 1977. Ils ne présentent, en effet, aucune altération visible au terme de 25 cycles de gel, en présence ou non de solution saline. De même, la pierre reconstituée par le procédé mis en place, quelque soit sa composition et le numéro de l’essai, ne subit jamais d’altération au terme de 25 cycles de gel sans sels. Toutefois, lorsqu’une solution saline est déposée en surface, un écaillage de surface plus ou moins important se produit souvent (figure IV.38). La profondeur de l’écaillage est rarement supérieure à 1 mm.

Tableau IV.12 : Résultats de gel sans et avec sels de déglaçages

	Gel simple	Gel en présence de sels
Grès d’Ernzen	Aucune altération	Aucune altération
Pierre reconstituée par compression	Aucune altération	Aucune altération
Pierre reconstituée par désaérage-essorage (exemple du bloc n°14)	Aucune altération	Ecaillage Entre 0 et 10 mg/mm ²



Figure IV.38 : Blocs de pierres reconstituées par désaérage-essorage au terme de 25 cycles de gel-dégel en présence d’une solution saline NaCl dosé à 3 % en masse.

De manière à enrayer la défaillance des pierres fabriquées par désaérage-essorage vis à vis du gel avec sels, plusieurs séries d’essais ont été menées. Dans un premier temps, on a tenter d’augmenter la compacité du mélange, de sorte de réduire la porosité du matériau et

ainsi de limiter la diffusion de la solution saline. On a également fabriqué quelques blocs de pierres avec des ciments comportant une plus faible teneur en C_3A et C_3S). De plus, on a utilisé un entraîneur d'air pour créer un réseau de bulles d'air au sein du matériau et faciliter ainsi le déplacement de l'eau lors du gel.

On peut constater que l'utilisation d'un ciment type CEM II (CEM II 42,5 CBR), et de fillers calcaires ou siliceux, pour augmenter la compacité, n'a pas permis d'améliorer la résistance au gel (figure IV.39 ; essais 22 et 23).

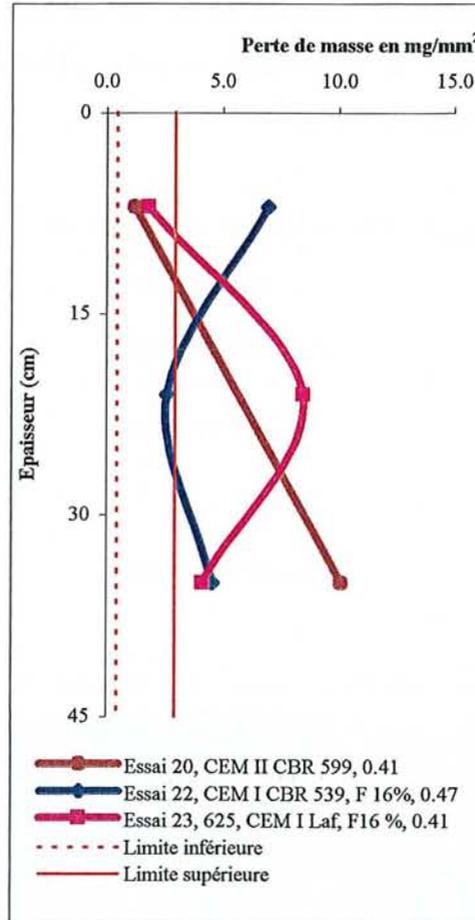


Figure IV.39 : Importance de l'écaillage suite aux essais de gel avec sels sur des échantillons de blocs

En comparant l'importance de l'écaillage des échantillons de blocs provenant du haut, milieu ou bas du bloc aux porosités correspondantes, aucun lien n'est véritablement possible à établir (figure IV.4). Par exemple, l'essai n°20 pour lequel les mesures de porosité ont révélé une valeur inférieure à celle de la pierre naturelle (15 % en moyenne - figure IV.4) répartie de façon homogène dans tout le bloc, ne résiste pas au gel en présence de sels et s'écaille très fortement notamment pour l'échantillon provenant du bas du bloc. On peut donc penser que la valeur de la porosité du matériau n'a pas d'incidence sur son comportement vis à vis du gel en

présence de sels. Ce fait est confirmé par la haute résistance au gel en présence de sel obtenue sur des échantillons provenant de l'essai 51 (figure IV.40) qui comporte un entraîneur d'air à fort dosage et présente une porosité élevée (23 % en moyenne – figure IV.4).

De même, la modification de la composition du ciment (CEM I 42,5 CBR ou CEM I 42,5 de Lafarge, -essais n°22 et 23- ou CEM I 52,5 Dyckerhoff - essai n°50, figure IV.40-) n'a pas permis d'améliorer cette résistance. La composition chimique du ciment (teneur en C_3A et en C_3S – différences principales constatées entre ces ciments et récapitulées en tableau II.4), dans le cas particulier des pierres reconstituées par ce procédé, n'a pas d'incidence particulière sur la résistance au gel, bien que d'autres paramètres peuvent entrer en jeu, notamment la présence de fillers calcaires dans le bloc n°23.

On présente en figure IV.40, les pertes de masses constatées au terme des cycles de gel en présence de sels sur des échantillons de pierres reconstituées extraits au centre des blocs. Ces échantillons ont subi une cure de maturation différente, comme indiqué dans le tableau IV.12. On constate que lorsque les échantillons issus des blocs n°45 ou n°49 ont été préalablement étuvés à 50 °C pendant 12 jours, ils présentent une résistance accrue face aux sels de déverglaçage. La quantité d'eau susceptible de geler étant plus faible, on peut penser que les dommages soient moins importants. On ne peut toutefois pas valider totalement ce fait car ces résultats ne sont pas confirmés au travers d'autres essais (essais 48, 50, 51 et 52 la tendance est inversée).

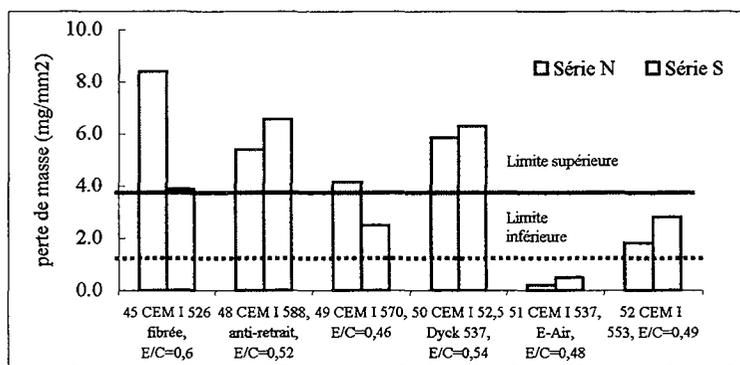


Figure IV.40 : Ecaillage d'échantillons de pierres reconstituées ayant subi une cure suivant les recommandations de la RILEM ou sèche.

On remarque, d'autre part, que les échantillons issus du bloc n°51, contenant 1% d'entraîneur d'air, ne sont pratiquement pas endommagés par le gel en présence de sels. Ils peuvent donc être considérés comme hautement résistants au gel avec sels, puisque l'écaillage constaté est en deçà de la limite inférieure de tolérance prévue par la RILEM. La présence d'un réseau de bulles d'air permet donc de rendre le matériau quasiment ingélif. Dans le cas

des pierres reconstituées, les réserves souvent émises [Rilem CDC2 1977, Pleau, 1998] concernant l'intérêt d'un réseau de bulles d'air pour éviter l'écaillage ne sont pas valides car les dommages causés par les sels de déverglaçage sont évités par la présence d'un entraîneur d'air.

III.3. ANALYSE DES ECHANTILLONS ET INTERPRETATION

On constate au vu des résultats de résistance au gel que les pierres reconstituées par compression et par désaérage-essorage sont toutes deux insensibles au gel simple. Toutefois, lorsqu'une solution saline dosé à 3 % de NaCl est en contact avec le matériau, la pierre reconstituée par le procédé inventé présente souvent un écaillage de surface plus ou moins important. La présence de sel est donc particulièrement néfaste. Pour comprendre si cette action est d'ordre chimique ou physique, quelques techniques de caractérisation ont été utilisées, afin de constater l'action du sel sur les composés formés par l'hydratation du ciment.

L'observation de lames minces issues d'échantillons ayant été endommagés par le gel en présence de sels illustre l'action chimique mais démontre également une action physique qui s'explique par l'analyse des résultats obtenus en porosimétrie mercure.

III.3.1. Caractérisation des phases présentes

Trois échantillons ont été analysés ; il s'agit d'un échantillon provenant du cœur d'un prisme de pierre reconstituée par désaérage-essorage issu du bloc n°49 (PR2-témoin), des écailles détachées d'un prisme de ce même bloc soumis et endommagé par le gel en présence de sels (PR2-Gel) et de la surface (intacte) d'un échantillon de pierre fabriquée par compression (PR1-gel) et soumis au gel en présence de sel. Les échantillons ont été soigneusement séchés à l'étuve à une température modérée de sorte que les hydrates ne soient pas endommagés ($T = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, jusqu'à masse constante). Ces échantillons ont ensuite été finement broyés.

Au moment de l'essai, les échantillons n° 49 sont âgés de près de 5 mois et ceux provenant de la fabrication allemande de plus de 3 mois.

a) Diffraction des rayons X

Les analyses ont été effectuées au Service Commun de Chimie Minérale de l'UHP de Nancy I.

L'objectif de l'analyse par la diffraction des rayons X est de caractériser les cristaux qui composent le matériau en question. Lors du gel en présence de sel NaCl, les ions Cl⁻ peuvent destructurer les hydrates, voire en dissoudre certains pour en reformer d'autres, provoquant ainsi des tensions de cristallisation, et l'écaillage du matériau. Certains auteurs constatent la formation d'hydrates gonflants répondant à la formule CaCl₂.Ca(OH)₂. H₂O provenant de l'action la combinaison du chlore avec la portlandite. Des chloroaluminates C₃A,CaCl₂,10H₂O (C₄A Cl₂H₁₀ en notation cimentière) peuvent également se former par l'action du chlore sur les aluminates (ettringite et/ou monosulfoaluminate). La diffraction des rayons X au travers d'échantillons soumis au gel avec sels peut révéler la présence de ces hydrates, et dévoiler l'action de Cl⁻ au sein de la structure.

Une anticathode (il s'agit ici d'une anticathode de Cobalt) génère des rayons X de longueur d'onde λ connue ($\lambda_{Co} = 1,7889$) sur la poudre de l'échantillon à analyser. Les réseaux cristallins diffractent les rayons X suivant des angles 2θ caractéristiques des distances inter-réticulaires $d(hkl)$ de chaque phase. Les angles 2θ sont enregistrés ainsi que leur amplitude et la loi de Bragg permet de retrouver les $d(hkl)$ correspondants :

$$d(hkl) = \lambda / (2 \sin \theta) \quad (IV.24)$$

Les clichés de diffraction ont été analysés par l'emploi du programme informatique DIFFRAC-AT [Caussin et Al, 1988] à disposition au laboratoire de Chimie Minérale de Nancy I ainsi que manuellement par l'emploi de fiches ASTM, qui répertorie les séries $d(hkl)$ de chaque minérale. On présente dans le tableau IV.13 les principaux cristaux et intensités de raies de diffraction observés sur les clichés.

Les clichés obtenus (figure IV.41) sont quasiment identiques. On distingue majoritairement les pics correspondants au quartz et à la calcite provenant des sables. On note la présence de quelques pics de portlandite. Les matériaux analysés étant constitués d'une majorité de sable (Rapport S/C > 2,5), les raies de diffraction de la silice et du carbonate sont prépondérants et semblent noyer les raies correspondant aux hydrates recherchés. Le dépouillement manuel des petites raies ne permet pas, non plus, de révéler la présence de chloroaluminates certainement en trop petite quantité pour être observés.

Tableau IV.13 : Raies de diffraction des composés recherchés dans les spectres de diffraction

Composés	Formules chimiques	Notation cimentière	Fiche ASTM	Théta (θ)	d(hkl)	Intensité
Calcite	CaCO ₃	C \bar{C}	5-586	17,14	3.03	100
				19,7	2.65	18
				21,67	2.42	18
Quartz	SiO ₂	S	33-1161	15,51	3,342	100
				12,13	4,257	22
				29,48	1,8179	14
Portlandite (Chaux éteinte)	Ca(OH) ₂	CH	4-733	19,9	2.63	100
				10,52	4.9	74
				27,66	1.93	42
Ettringite	3CaO.Al ₂ O ₃ .3CaSO ₄ .32H ₂ O	C ₆ A \bar{S}_3 H ₃₂	41-1451	5,28	9.72	100
				9,17	5.61	76
				13,35	3.87	31
Monosulfo aluminate	4CaO.Al ₂ O ₃ .CaSO ₄ .12H ₂ O	C ₄ A \bar{S} H ₁₂	42-65	5,87	8.74	100
				11,80	4.37	70
				18,11	2.88	45
Chloroaluminate	Ca ₄ Al ₂ O ₃ Cl ₂ .10H ₂ O	C ₄ ACl ₂ H ₁₀	28-207	18,11	2,88	100
				6,49	7,92	60
				21,4	2,45	60

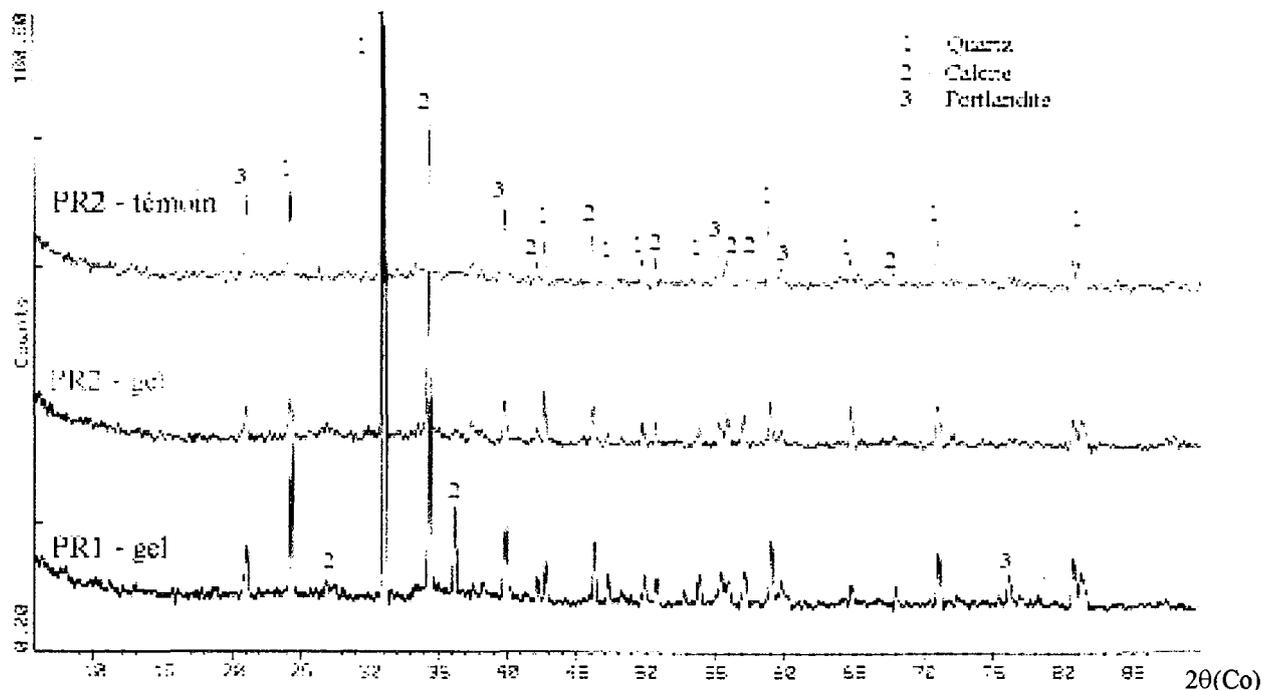


Figure IV.41 : Clichés de diffraction des échantillons de pierres reconstituées par désaéragé-essorage témoin et soumis au gel (49-témoinet 49-gel) et par compression soumis au gel (A-gel).

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse largement utilisée et très précise pour la caractérisation des matériaux lorsqu'il s'agit de phases pures. L'analyse d'un mortier tel que celui de la pierre reconstituée est plus complexe, car c'est un mélange de plusieurs phases, contenant, en outre, une forte proportion de sable.

b) Microscopie Electronique à Transmission

Les analyses ont été effectuées au Service Commun de Microscopie Electronique à Transmission de l'UHP de Nancy I.

La Microscopie Electronique à Transmission est une méthode qui permet l'analyse ponctuelle et précise des cristaux, à l'échelle nanométrique. Elle est souvent utilisée en complément de la diffraction de rayons X.

Le microscope utilisé (Philips CM 20) opère à 200 keV et conduit à un pouvoir séparateur de 0,305 nm. Il est couplé à un spectromètre X en dispersion d'énergie (EDS) qui permet le dosage des éléments. Sous l'intensité du faisceau certaines phases se décomposent et perdent quelques molécules d'eau. On remarquera que les formules chimiques des composés présents peuvent parfois s'écarter des formules théoriques par le nombre de molécules d'eau liée aux hydrates. En outre, un effet de radiolyse peut souvent avoir lieu. Il correspond à la migration des ions alcalins, et se traduit, ici, par un sous-dosage en chlore dans les formules des chloroaluminates observés par rapport aux formules théoriques. Pour limiter ces phénomènes, l'analyse doit être effectuée dans les plus brefs délais dès lors que l'image se forme à l'écran.

L'échantillon à analyser est réduit en poudre fine puis mis en solution dans de l'éthanol absolu. Il est ensuite soumis aux ultrasons quelques minutes pour une dispersion optimale des particules. Une goutte de cette solution est déposée sur une grille d'observation en cuivre, laquelle est recouverte d'un film de carbone amorphe. Le porte échantillon est alors introduit dans le microscope où l'on applique une dépression de l'ordre de 10^{-6} Pa.

Les résultats obtenus sont sous la forme de spectres de diffraction et de clichés photographiques.

L'échantillon témoin issu du bloc de pierre n°49 (PR2-témoin) est constitué de plusieurs hydrates rencontrés généralement dans les matériaux à matrice cimentaire. Il s'agit d'un gel de C_3S hydraté CSH (figures IV.42 a et b), de l'ettringite caractéristique par sa forme en aiguilles (figures IV.43 a et b), de la portlandite CH (ou $Ca(OH)_2$) (figure IV.44), et du

monosulfoaluminate en plaquette (figure IV.45). On observe également des cristaux de silice SiO_2 provenant des grains de sables (figure IV.46).

Echantillon PR2-témoin

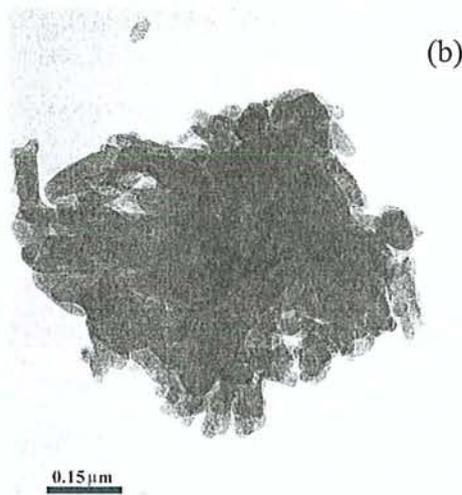
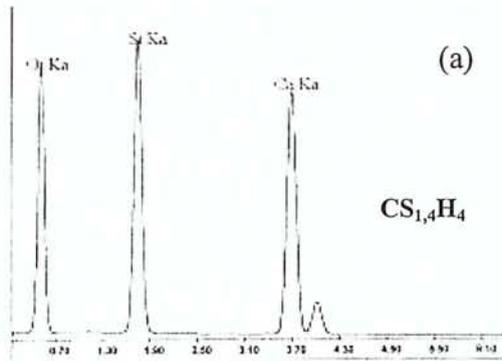


Figure IV.42 (a) et (b) : Spectre et cliché photographique d'un gel de CSH

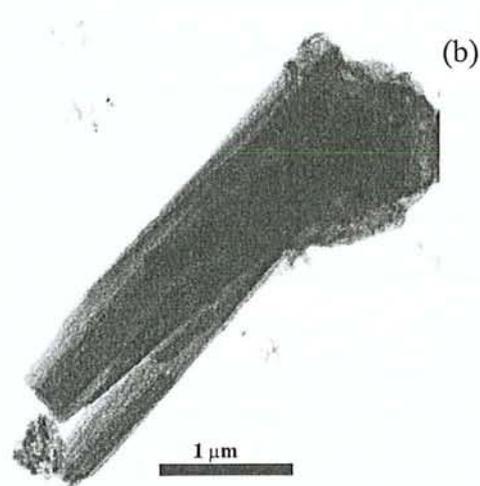
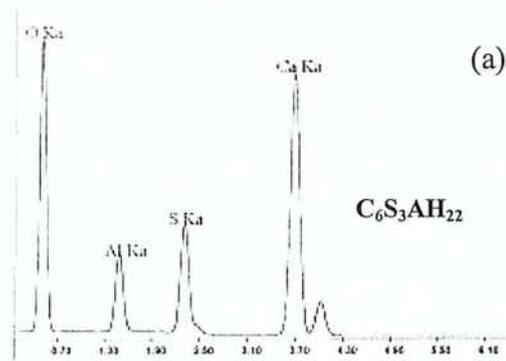


Figure IV.43 (a) et (b) : Spectre et cliché photographique d'un faisceau d'aiguilles d'ettringite

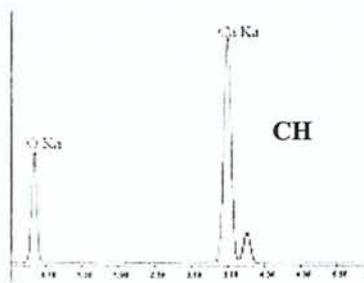


Figure IV.44 : Portlandite

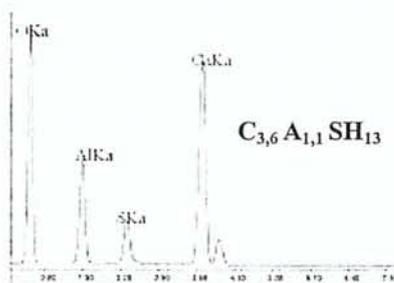


Figure IV.45 : Monosulfoaluminate

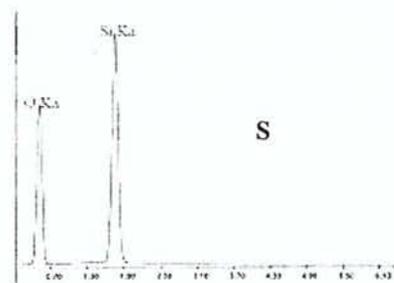


Figure IV.46 : Quartz

Les mêmes composés ont été observés dans l'échantillon issu du bloc n°49 soumis au gel (PR2-gel) hormis le monosulfoaluminate. On trouve, par contre, la présence d'un nouveau composé de formule $(\text{C}_4\text{AlCl}_{1,3}\text{H}_6)$ qui s'approche de la formule théorique du chloroaluminate

($C_4ACl_2H_{10}$). La formation de cet hydrate peut être due à la substitution des ions SO_4^{2-} du monosulfoaluminate par les ions Cl^- . Dans l'échantillon analysé, on ne trouve plus aucune trace du monosulfoaluminate, ce qui suggère que cette substitution est systématique. Ce nouvel hydrate s'accompagne généralement d'un gonflement [Taylor, 1992], il peut donc contribuer à la formation d'écailles.

On présente ici le spectre ainsi que le cliché photographique de l'ettringite (figure IV.47 a et b) et du chloroaluminate (Figure IV.48 a et b).

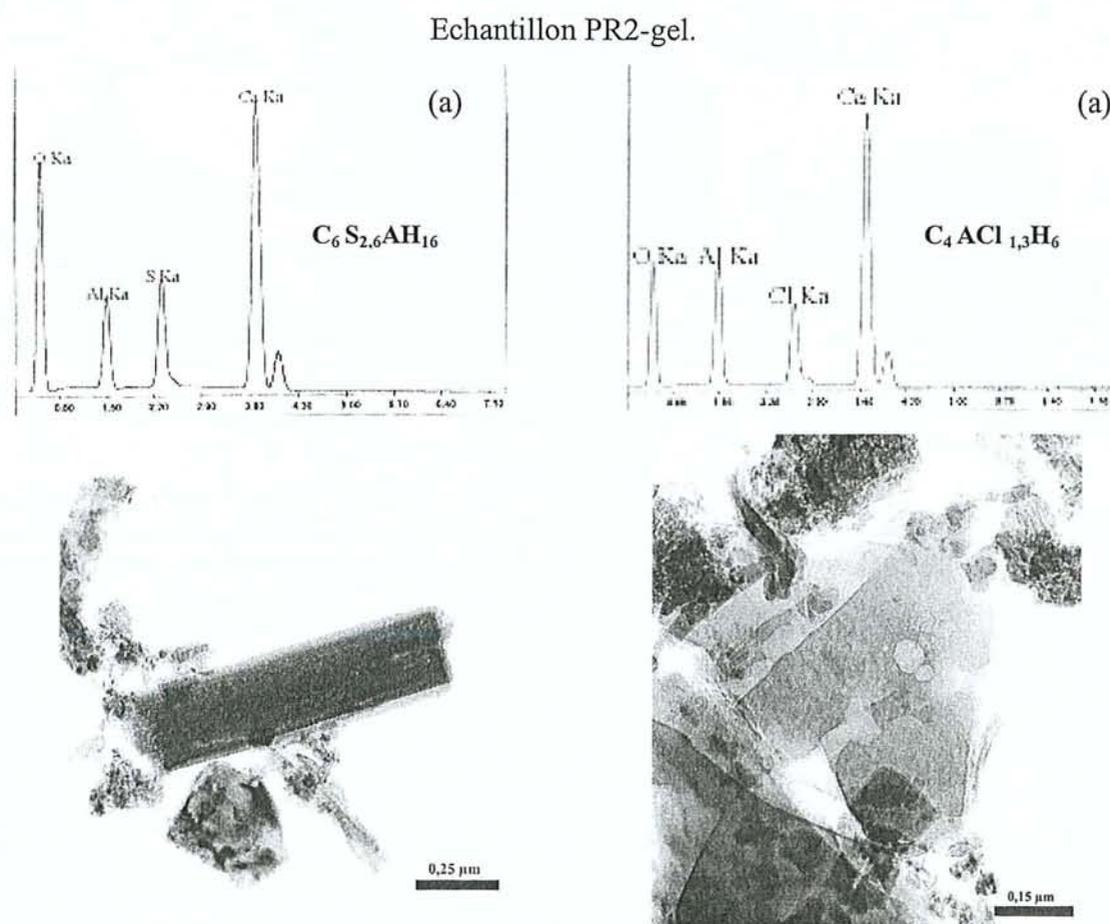


Figure IV.47 (a) et (b) : Spectre et cliché photographique d'aiguilles d'ettringite

Figure IV.48 (a) et (b) : Spectre et cliché photographique d'un chloroaluminate

Enfin l'analyse de l'échantillon intact issu de la pierre reconstituée par compression (PR1-gel) soumis au gel en présence de sel révèle la présence de portlandite, d'ettringite et de gel CSH. On a pu observer plusieurs cristaux répondant à la formule du monosulfoaluminate et de chloroaluminate. La coexistence de ces deux composés révèle que la substitution ici n'est pas systématique contrairement l'échantillon PR2-gel.

On présente en figure IV.49 a et b, IV.50 a et b, IV.51 a et b, les spectres et photographies correspondant au gel de CSH, au monosulfoaluminate et au chloroaluminate.

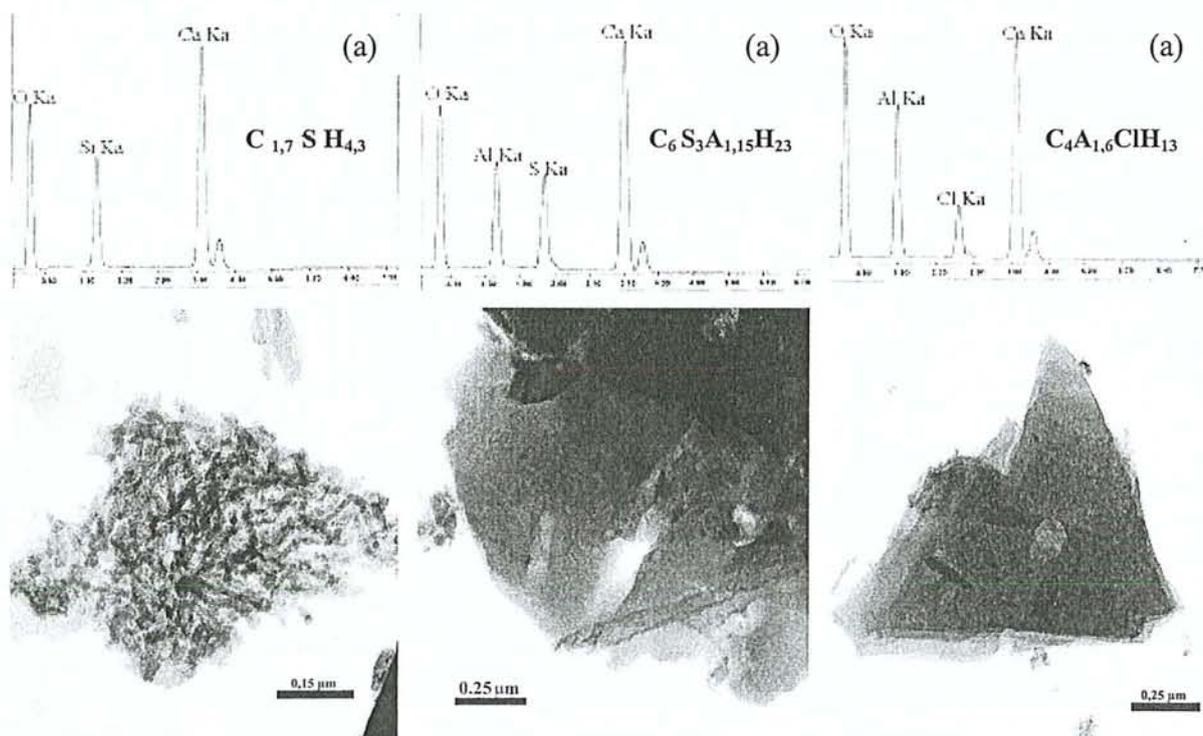


Figure IV.49 (a) et (b) : Spectre et cliché photographique de d'un gel de CSH

Figure IV.50 (a) et (b) : Spectre et cliché photographique d'un monosulfoaluminate

Figure IV.51 (a) et (b) : Spectre et cliché photographique d'un chloroaluminate

Echantillon issu du procédé allemand soumis au gel avec sel et non endommagé

La différence majeure qui existe entre les deux pierres artificielles réside dans la formation du chloroaluminate qui est systématique au sein de la pierre fabriquée par désaérage-essorage (PR2-gel, endommagée par le gel en présence de sel), et occasionnelle dans le cas de la pierre fabriquée par compression (PR1-gel, insensible à ce même traitement). On peut penser que la différence de comportement vis à vis du gel en présence de sel peut être, en partie au moins, attribuée à ce constat.

La coexistence des deux phases au sein de l'échantillon PR2-gel insensible aux attaques par le gel trouve son explication au travers des informations fournies par les mesures de capillarité et de porosimétrie mercure. On a vu, au chapitre I de cette partie, que la pierre reconstituée par désaérage-essorage présente un réseau poreux plus fin que la pierre reconstituée par compression. On peut donc logiquement penser que les ions Cl^- sont plus facilement diffusés au travers du matériau de fabrication allemande, ce qui disperse leur

action vis à vis du monosulfoaluminate dans un espace plus étendu. Au contraire, au sein de l'échantillon fabriqué par désaéragage-essorage, les ions Cl^- demeurent localisés à la surface du matériau, en raison de la structure poreuse plus fine, et peuvent donc l'endommager en transformant tout le monosulfoaluminate présent à proximité en chloroaluminate.

III.3.2. Observation de lames minces

Des lames minces issues de pierres fabriquées par désaéragage-essorage endommagées par l'action du gel en présence de $NaCl$ ont été observées. On présente ici trois clichés caractéristiques des échantillons observés. La figure IV.42 est une vue d'ensemble où l'on peut discerner une fissure horizontale correspondant au détachement d'une écaille (bande de couleur noire). On peut voir sur la figure IV.43, un grain de quartz brisé par l'action du gel ainsi que les prémices de la formation d'une écaille (en bas à gauche du grains de quartz). Enfin, au centre de la figure IV.44, on voit que la matrice est endommagée (trous noirs) ce qui suggère qu'il y eu une dissolution de la matrice par le sel.

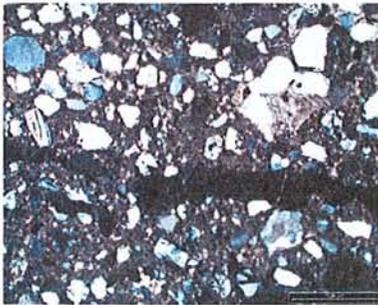


Figure IV.52 :
Formation d'une écaille

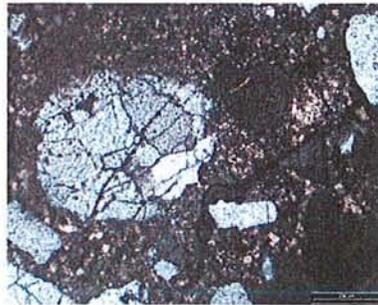


Figure IV.53 :
Brisure d'un grain de quartz

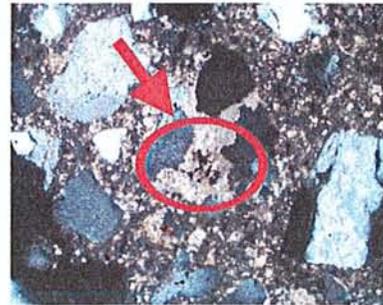


Figure IV.54 :
Dissolution de la matrice

L'observation de ces clichés, et particulièrement la figure IV.54 où l'on peut observer la dissolution partielle de la matrice démontre que l'action du gel peut être attribuée en partie par une action chimique due au sel présent, ce qui rejoint l'analyse des résultats obtenus en Microscopie Electronique à Transmission. L'endommagement est également, de façon indéniable, du à une action physique puisqu'on peut voir les prémices de la formations d'écailles et en figure IV.53 un grain de quartz présentant de nombreuses brisures. Cette action physique trouve son explication au travers des résultats obtenus en porosimétrie mercure qui révèle que la pierre reconstituée par désaéragage-essorage présente une structure poreuse extrêmement fine, dont la porosité piégée n'excède pas $0,194 \mu m$, qui ne permet joue pas le rôle d'échappatoire à l'eau lors de sa transformation en glace.

III.4. INTERPRETATION ET CONCLUSION

Au travers de ces caractérisations et analyses, on peut penser qu'il s'agit à la fois d'une action chimique et d'une action physique qui sont à l'origine des dommages causés par le gel en présence de sels. Les résultats obtenus par les mesures de capillarité et de porosimétrie mercure aident à comprendre l'action chimique du sel sur le monosulfoaluminate contenu dans l'échantillon de la pierre reconstituée par désaéragement-essorage. La structure poreuse de ce matériau est très fine ; son spectre de porosité s'étale de 0,0170 à 0,200 μm , contrairement au spectre de porosité de la pierre fabriquée par compression dont le réseau poreux s'étale de 0,0170 à 0,800 μm . On peut penser logiquement que la diffusion des ions Cl^- est plus facile au travers de ce dernier, ce qui disperse leur action dans tout le matériau. Au sein de la pierre fabriquée par désaéragement-essorage, les ions Cl^- restent confinés en surface et se substituent à tout le monosulfoaluminate présent à proximité. Cette substitution s'accompagne d'un gonflement et un réarrangement des hydrates qui contribuent à la destruction par écaillage de surface du matériau.

Les pores piégés de la pierre sensible au gel en présence de sels n'excèdent pas 0,194 μm et sont en outre, en déficit par rapport aux pores libres. Les pores non totalement remplis d'eau sont donc très peu nombreux et de faibles diamètres d'accès, et lors du gel, l'eau gelable ne peut se transformer en glace librement, en raison d'une carence en exutoires suffisamment large. En outre, la circulation de l'eau et les mouvements de celle-ci par pression osmotique (théorie des pressions osmotique par Powers et Helmuth, 1953) sont empêchés ; des tensions se produisent, incriminés par les réactions chimiques induites par l'action du sel, ce qui favorise le détachement d'écaillés. La structure poreuse de la pierre reconstituée, quant à elle, par compression présente une porosité piégée plus grossière qui s'étend jusqu'à 0,830 μm et majoritairement située autour de 0,30 à 0,40 μm . Cette porosité semble suffisante pour protéger le matériau contre le gel en présence de sels.

Ceci suppose donc que le gel simple peut également causer des dommages au sein de la pierre reconstituée par le nouveau procédé, alors qu'il n'en est rien au terme de 25 cycles. Rappelons alors que l'action du sel diminue la température de cristallisation [Neville, 1995] et accélère donc les phénomènes dommageables. On pourrait donc penser logiquement que les dommages peuvent apparaître au terme d'un plus grand nombre de cycles, à la fois au sein de la pierre fabriquée par le nouveau procédé et la pierre fabriquée par compression. Toutefois, en pratique, il est peut vraisemblable que des dommages se rencontrent en cas de gel sans sels, car l'essai de résistance au gel qui prévoit 25 cycles, rend compte du pessimisme.

CONCLUSION DE LA PARTIE IV

Cette partie a permis de caractériser le matériau fabriqué par désaéragage-essorage. On a vu qu'il pouvait présenter des hétérogénéités de compacité dans la hauteur, surtout lorsque le mélange granulaire a une tendance à la ségrégation. La ségrégation des constituants freine et rend discontinu l'étape d'essorage. Ces hétérogénéités se répercutent sur les propriétés physiques et mécaniques, et le bloc présente alors une porosité plus élevée, et des résistances plus faibles au milieu du bloc. On a montré, au travers notamment des mesures de porosités, que les blocs de plus faibles épaisseurs (30 cm), sont tout a fait homogènes.

Les mesures de capillarité ainsi que les mesures de porosité effectuées au porosimètre à mercure ont montré que la pierre naturelle est de structure macroporeuse, contrairement au produits artificiels à base de liants hydrauliques. La pierre fabriquée par désaéragage-essorage présente un spectre de porosité très étroit localisé vers des petits rayons d'accès (entre 0,017 et 0,200 μm) dû au mode de fabrication qui comprend deux étapes influant sur le réseau poreux . La première étape expulse les bulles d'air supérieures à 0,5 μm de diamètre et la seconde écrasent celles qui n'ont pas été évacués. Sans être moins poreuse, la pierre artificielle ainsi fabriquée est constituée d'un réseau de pores extrêmement fins. Cette structure rend la pierre sensible au gel lorsque du sel de déverglaçage (NaCl à 3 % en masse) est mis en présence, contrairement à la pierre fabriquée par compression en Allemagne qui est, elle, constituée d'un réseau de pores de plus grands diamètres d'accès (entre 0,0170 et 0,830 μm). L'espace poreux est trop fin pour laisser l'eau liquide se transformer en glace et augmenter de volume librement. Des pressions internes se créent, accentuées par celles occasionnées par l'action chimique du NaCl, dont les ions Cl^- viennent se substituer aux ions SO_4^{2-} des monosulfoaluminates présents à proximité, pour former un hydrate gonflant : le chloroaluminate. Au sein de la pierre reconstituée par compression en Allemagne, aucun dommage n'est constaté en présence ou en l'absence de sels, car son réseau poreux présente naturellement des tailles de rayons d'accès comparables à ceux que l'on introduit par l'utilisation d'agents entraîneur d'air. L'eau peut alors circuler plus librement et se transformer en glace sans engendrer des pressions dommageables. Les ions Cl^- , quant à eux, sont diffusés au sein du matériau entier, ce qui disperse leur action et n'engendre aucun dommage localisé. Pour rendre le produit fabriqué par désaéragage-essorage, on a vu qu'il est possible d'utiliser un agent entraîneur d'air, en présence duquel, aucun dommage n'est constaté au terme de 25 cycles de gel.

Enfin, les mesures de déformations ont montré qu'un retrait total important se produit lorsque les pierres artificielles ne sont pas protégées contre la dessiccation. Il peut atteindre et voire dépasser 1000.10^{-6} . Ce retrait total est en majeure partie un retrait de dessiccation, car les mesures de retrait endogène sur éprouvettes protégées, révèlent que celui-ci n'excède pas 50.10^{-6} . Les éprouvettes protégées pendant 28 ou 160 jours, contre la dessiccation développent un retrait moindre de 20 à 10% selon que la protection est maintenue plus ou moins longtemps. De plus, on a pu constater du bénéfice des fibres au travers de mesures effectuées sur éprouvettes issues de dalles allemandes, ainsi que de l'effet positif d'un anti-retrait (Eclipse de Grace, dosé à 2 % par rapport à la masse de ciment). Les indices de fissuration calculés à partir des modules élastiques et des retraits mesurés montrent toutefois, que l'on peut craindre une fissuration au sein de tous ces matériaux, mais nettement moindre pour les formules incorporant l'agent anti-retrait.

Le principe et la démarche adoptée pour la modélisation de ces nombreuses données, ainsi qu'un exemple illustratif ont été présentés. Au travers d'un exemple illustratif, on a pu constater que le modèle utilisé [de Larrard, 2000], destiné à l'origine au cas des bétons, est valide pour le cas des mélanges hydrauliques fins, car les calculs théoriques concordent de façon satisfaisante aux données expérimentales.

CONCLUSION

Le grès naturel d'Ernzen a été utilisé pendant de nombreuses années en pierre de taille pour la construction de nobles édifices au Luxembourg. Mais, aujourd'hui, son extraction rentable n'est plus possible en raison des nombreuses fracturations qui parcourent le gisement exploité par la société Carrière Feidt à Ernzen. Il est donc apparu nécessaire de produire un substitut de qualité esthétique et mécanique comparable. Pour la reconstitution du Grès d'Ernzen, on utilise le sable provenant du concassage de la roche naturelle en proportion majoritaire, ainsi qu'un sable alluvionnaire, de couleur rosé, provenant de la région de Strasbourg. La granulométrie de ces sables (0/1) est nécessairement proche de celle des grains constituant le Grès naturel afin d'obtenir un produit de texture et d'apparence identique. Pour les mêmes raisons, le ciment utilisé est de couleur blanche, ce qui limite son choix. Plusieurs types de ciments (CEM I 42,5 et 52,5 ; CEM II 42,5) provenant de cimenteries situées à proximité du lieu de production (CBR, Dyckerhoff) ont été utilisés. On a recours, en outre, à un pigment colorant de couleur ocre.

Les principales techniques de fabrication de pierres artificielles connues présentent toutes des inconvénients liés soit à l'envergure de l'appareillage nécessaire, soit à la qualité du produit fini. La technique par compression, sous traitée depuis peu en Allemagne, pour la fabrication de dalles de Grès d'Ernzen reconstitué n'est pas totalement satisfaisante car elle ne permet de produire les blocs de grandes épaisseurs nécessaires parfois aux architectes pour la construction de nouveaux édifices, ni d'utiliser le matériel de coupe du carrier. On a donc inventé un nouveau procédé de fabrication par « désaéragage-essorage », qui permet, à ce jour, de produire des blocs homogènes de 35 à 50 cm d'épaisseur. Objet d'un brevet international, il comporte deux étapes majeures qui sont le désaéragage rapide du mortier frais suivi de l'évacuation de toute l'eau excédentaire par un essorage sous vide. Ces deux étapes sont essentielles à l'esthétique et à la qualité du matériau fini. Pour satisfaire la première étape, le mortier frais doit présenter une certaine fluidité obtenue par l'utilisation d'un excès d'eau et d'un adjuvant type fluidifiant-réducteur d'eau. Le départ des bulles est alors favorisé par une mise en dépression associé à une vibration adaptée. La seconde a été pensée pour retirer l'excès d'eau nuisible à la qualité du produit de façon à atteindre une compacité telle que le matériau fini présente des performances mécaniques et une durabilité optimales. La mise au point de ce procédé a tout d'abord nécessité la maîtrise théorique des étapes qui le constituent. En considérant que les plus petites bulles d'air susceptibles d'être inesthétiques ont un diamètre de 0,5 mm, on a établi les relations qui existent entre la remontée de ces bulles d'air au sein du mélange hydraulique et les paramètres rhéologiques de celui-ci, à savoir le seuil de cisaillement et la viscosité plastique. Le premier paramètre détermine la mise en mouvement

des bulles d'air et le second sa vitesse de remontée. Pour le désaéragé sous vide en 15 minutes des plus petites bulles d'air considérées, le seuil doit être au maximum de 10 Pa et la viscosité plastique de 2,3 Pa.s. Ces valeurs sont très faibles et ne peuvent être obtenues que par l'action conjointe d'un adjuvant fluidifiant et d'un très grand excès d'eau. Mais, même si cet apport d'eau peut être évacué dans l'étape d'essorage suivante, il ne peut être excessif car il favorise la ségrégation des constituants du mélange, créant ainsi des défauts inesthétiques et des variations de compacité. On utilise donc une vibration intense et appropriée pour que le seuil de cisaillement du mélange soit réduit au maximum. L'essorage, quant à lui, est effectué de façon symétrique, à la fois par le haut et par le bas, suivant une technique qui s'apparente à l'essorage du béton utilisé fréquemment dans les pays scandinaves et germaniques. L'efficacité de ce traitement est grandement conditionnée par la qualité du mélange ; une ségrégation des constituants qui est apparue souvent pendant la mise en vibration (surtout si elle est inadaptée) a rendu l'essorage plus difficile et aléatoire que prévu, surtout pour les blocs les plus épais. Ces aléas se répercutent alors sur le matériau fini créant ainsi des différences de compacité, et donc de propriétés physiques et mécaniques.

La composition du mélange, parallèlement, a fait l'objet d'une étude à part entière car elle détermine les qualités esthétiques, mécaniques et la durabilité du produit fini. En se basant sur le principe largement admis qu'une compacité élevée est gage d'un produit fini de qualité, on s'est efforcé à obtenir un mélange granulaire à la fois stable et de forte compacité. L'objectif premier a été d'atteindre une compacité telle que le produit fini présente au moins la porosité du Grès naturel, c'est-à-dire 17 %. Pour ce faire, on a utilisé les récents modèles de formulation associé au logiciel BétonlabPro du LCPC, dont le Modèle d'Empilement Compressible ou MEC [De larrard, 2000], par lequel il est possible de prévoir la compacité et la structure d'un mélange de grains, dont découlent les nombreuses propriétés du produit (stabilité du mélange à l'état frais, résistances mécaniques, modules élastiques, déformation, risques de fissuration). Avec les matériaux à disposition, il s'avère que la compacité optimale ne correspond pas à la formule la plus stable. Un compromis a donc été fait, et c'est un mélange comportant un rapport sable d'Ernzen/sable alluvionnaire équivalent à 85/15 qui a été retenu.

Les étapes du procédé correspondent chacune à un indice de serrage de l'empilement granulaire qui a pu être modélisé (objet d'une communication au Colloque « Physique et mécanique des matériaux granulaires » à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées en septembre 2000). Ce paramètre permet, alors, de prévoir notamment quelle quantité d'eau il est nécessaire d'introduire lors du gâchage pour permettre un désaéragé rapide et efficace du

mélange frais, et la quantité d'eau à essorer pour atteindre la compacité élevée qui satisfait les propriétés définies au cahier des charges ; il est donc utilisé comme valeur cible aux différents stades de la fabrication.

Plus de 50 essais ont été nécessaires pour maîtriser l'appareillage, ajuster les simulations réalisées avec le MEC et optimiser les propriétés désirées. Ainsi, les filets de laitances inesthétiques liées au désaéragage ont pu être largement diminués par l'emploi d'un adjuvant fluidifiant ; le retrait de dessiccation a été atténué avec un adjuvant anti-retrait ; la résistance au gel avec sels a été atteinte grâce à un entraîneur d'air ; la diminution et la répartition des éventuelles fissures a été obtenue avec des fibres synthétiques.

Les blocs de grande épaisseur (supérieurs à 50 cm) ont présenté souvent des défauts de compacité, plus ou moins marqués, dans la hauteur à cause essentiellement de la ségrégation des constituants, qui influent aussi sur la qualité de l'essorage. Ces défauts de compacité se répercutent sur les valeurs de porosité et de résistance mécanique. Ils sont inexistantes au sein des blocs de plus faible épaisseur (30 à 40 cm).

Les mesures de déformations réalisées avec la collaboration du LEMPC, ont montré qu'un retrait important (de l'ordre de 1000.10^{-6}) se produit généralement dès lors que le matériau est exposé à l'air. Une cure de 28 jours et plus, permet de diminuer l'ampleur de ce retrait. L'utilisation d'un agent anti-retrait (Eclipse de Grace) est un recours intéressant, tout comme l'emploi de fibres synthétiques dont la présence ne semble pas empêcher un désaéragage efficace. Les risques de fissuration sont prévisibles par la comparaison entre les déformations mesurées, le module élastique et la résistance à la traction. L'indice calculé pour les formules testées est pessimiste et suggère un risque de fissuration non négligeable. La formule incorporant l'agent anti-retrait semble toutefois moins sensible. La comparaison rigoureuse de ces comportements ne peut être établie que par l'emploi d'un modèle couplé de résistance et de déformation, en raison, des différences de composition. Ce travail fera l'objet d'une publication. La démarche adoptée est présentée ici, accompagnée d'un exemple illustrant la pertinence des modèles initialement écrits pour les bétons sur ces mélanges granulaires fins.

Le comportement de ces produits vis-à-vis du gel suggère quelques problèmes qui ont pu être résolus par l'utilisation d'un agent entraîneur d'air. Le gel simple, sans sels de déverglaçage ne cause aucun dommages au terme de 25 cycles, contrairement au gel en présence de sels NaCl dosé à 3 %, qui écaille le matériau en surface. Le procédé inventé donne un produit présentant une structure poreuse extrêmement fine révélée par des essais au porosimètre à mercure. Cette structure est due aux étapes du procédé, qui pour l'une expulse les bulles d'air jusqu'à une certaine taille, et pour l'autre « écrasent » celles demeurées dans le

matériau. Les essais de capillarité et les mesures de porosité à l'eau montrent que le matériau n'est pourtant pas moins poreux pour autant. Cette structure fine est responsable des dommages causés par le sel de déverglaçage. Celui-ci se trouve localisé à la surface du matériau et crée des dommages en se combinant aux hydrates présents. Les ions Cl^- se substituent aux ions SO_4^{2-} des monosulfoaluminates et forme des hydrates gonflants qui contribuent à l'écaillage du matériau. L'utilisation d'un agent entraîneur d'air permet de réduire et de protéger le matériau de ces dégradations.

En résumé, le bilan de ce travail est très positif. Il permet de proposer à l'industriel associé à ce projet un procédé simple pour produire les éléments épais dont il a besoin. Ce procédé a été conçu, développé et éprouvé à un stade semi-industriel en franchissant par étapes successives les difficultés inhérentes à la mise au point de tout nouveau procédé. Il dispose maintenant d'un ensemble d'outils qui mettent en relation les termes de la formules, aux différents stades du procédé, avec les caractéristiques des mélanges et les propriétés d'usage du produit. Ces outils sont destinés à choisir les formules les plus appropriées, compte tenu des matériaux à disposition. Des dalles, doublement plus épaisses que celles fabriquées par compression en Allemagne, présentant les garanties requises, peuvent d'ores et déjà être fabriquées. Des améliorations techniques permettront de toute évidence d'augmenter encore les épaisseurs. Ce procédé pourra aussi être adapté à d'autres produits de la construction, notamment dans le domaine de la préfabrication. Ces nouvelles recherches bénéficieront de l'expérience acquise dans ce travail.

S.C.D. - U.H.P. NANCY 1
BIBLIOTHÈQUE DES SCIENCES
Rue du Jardin Botanique - BP 11
54601 VILLERS-LES-NANCY Cédex

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AGUIRRE-PUENTE J. & BERNARD J.J.(1977) : - Le comportement thermique des matériaux dans la construction. Séminaire à St Rémy-lès Chevreuse, *Fédération nationale du bâtiment-C.I.S.C.O.*, pp 29-79.
- BALOGH A. (1996), - New admixture combats concrete shrinkage. *Concrete Construction*, Vol. 41, N. 7, pp.546-551.
- BAROGHEL-BOUNY V. (1994), - Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons, méthodes, analyses, interprétation. *Presses de l'Ecole Nationales des Ponts et Chaussées*.
- BARON J., SAUTEREY R. (1982), - Le béton hydraulique, connaissance et pratique. *Presses de l'Ecole Nationales des Ponts et Chaussées*.
- BAZANT Z.P., (1982) – « Mathematical models for creep and shrinkage in concrete », *Creep and Shrinkage in Concrete Structures*, édité par Z.P. Bazant et F.H. Wittmann, Wiley & Sons.
- BERTROUILLE H. (1979) : -Gélifraction des roches humides. 6^{ème} Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente Ed.*, vol 2, pp 315-328.
- BRESSON J. (1995), - Bétons frais et durcis. Recommandations pour obtenir un bel aspect en démoulage différé. *Publication du Centre d'Etude et de Recherche sur l'Industrie du Béton*.
- BRESSON J. (1996), - Fabrication des produits en bétons ; choix des vibrations. *Publication du Centre d'Etude et de Recherche sur l'Industrie du Béton*, pp 507-539.
- BRESSON J. (1998), - Composants préfabriqués en béton. *Techniques de l'ingénieur. Doc. C2 260. Presses de l'Ecole Nationales des Ponts et Chaussées*.
- BRESSON J. (1999), - Vibrations ; effets sur les bétons. *Publication du Centre d'Etude et de Recherche sur l'Industrie du Béton, doc. N°19, Edition 1*.
- CARE S., LINDER R., BAROGHEL-BOUNY V., DE LARRARD F., CHARONNAT Y. (2000), - « Effet des additions minérales sur les propriétés d'usages des bétons ». Plan d'expérience et analyse statistique. *Editions du Laboratoire Centrale des Ponts et Chaussées*.
- CASBONNE-RENAUD F. (1998) : -Comportement aux cycles gel-dégel des bétons de granulats calcaires. Thèse I.N.P.L., 195p.
- CHHABRA R. P. (1993), - Bubbles, Drops, and Particles in Non-Newtonien Fluids., *CRC Press, Inc.*,
- CHLOUP BONDANT (1996) – Etude des mécanismes réactionnels dans l'hydratation des silicates et aluminates tricalciques en présence d'un filler calcaire ». Thèse de l'Université Henri Poincaré – Nancy I, 156p.

- Cimbéton (1998), - La vibration des bétons. *Collection Technique Cimbéton*, 1^{ère} édition, sept.
- COLLEPARDI M. (1980), - *Scienza e tecnologia del calcestruzzo*, Hoepli, Milano.
- COLLIN J.P. (1976), - La vibration du béton. *Les chroniques du CATED. Note technique. Le bâtiment-Bâtir*, Decembre.
- COUARRAZE. G, GROSSIORD (1991)– « Initiation à la rhéologie » *Lavoisier Tec & Doc.*,
- De LARRARD F., SZITKAR J.C, HU C., (1993), - Conception d'un rhéomètre pour béton fluide. *Bulletin de liaison des Ponts et Chaussées*, N°186, juil-août.
- De LARRARD F., BOSCH F. CATHERINE C., DEFLORENNE F., (1996) – « La nouvelle méthode des coulis de l'AFREM pour la formulation des bétons hautes performances ». *Bulletin du Laboratoire des Ponts et Chaussées*, n°202, mars -avril, pp.61-69.
- De LARRARD F. (2000), - « Structures granulaires et formulations des bétons », traduit de l'anglais par A. Lecomte, *Etudes et recherches des laboratoires des Ponts et Chaussées*, avril, 414p.
- DUPAIN R., LANCHON R., SAINT-ARROMAN J-C. (1995) – « Granulats, sols, ciments, et bétons ». *Collection A Capliez*, 235p.
- EVERETT. D.H.(1961) : -Thermodynamics of frost damage to porous solid. *Trans. Faraday Soc.*, vol. 57, pp1541-1551.
- EVRARD O., CHLOUP-BONDANT M. (1994), - Réactivité chimique des calcaires en milieu basique : Application aux ciments et aux bétons, *Annales du Bâtiment et des Travaux Publics n°529*, décembre 1994.
- FAGERLUND G. (1971) : -Degré critique de saturation. Un outil pour l'estimation de la résistance au gel des matériaux de constructions. *Mater. Constr.*, vol 4 (23), pp 2-30.
- FARRIS R. J. (1968), « Prediction of the viscosity of Multimodal Suspensions from Unimodal Viscosity Data », *Transactions of the Society of Rheology*, Vol. 12 N°2, pp281-301.
- FERET R. (1892) : - « Sur la compacité des mortiers hydrauliques ». *Annales des Ponts et Chaussées*, Série 7, Volume 4, pp.5-164.
- FERRARIS C. F., DE LARRARD F. (1998), - Testing and Modelling of fresh Concrete Rheology, NISTIR 6094, *National Institute of Standards and Technology*, 59 p., February.
- FOLLIOT A., BUIL M., (1982) – « La structuration progressive de la pâte de ciment » in « Le béton hydraulique ». Paris, *Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*.
- GEOFFRAY J.M. (1996), - Béton hydraulique. Mise en œuvre. Techniques de l'ingénieur. Doc. C2 230. *Presses de l'Ecole Nationales des Ponts et Chaussées*.

- GETTU R., MARTIN M. A., AGULLO A et L (1999) – An experimental study of concretes incorporating a shrinkage reducing admixture, Laboratorio de tecnologia de estructuras, Barcelona
- GRANGER L. (1996), «Comportement différé du béton dans les enceintes de centrales nucléaires : analyse et modélisation », Thèse de Doctorat de l'ENPC et Etudes et recherches des LPC, OA21, 381p. LCPC, Paris.
- GRANDET J, OLLIVIER J.P. (1980), - Etude de la formation du monocarboaluminate de calcium hydraté au contact d'un granulat calcaire dans une pâte de ciment portland. *Cement and concrete research*. Vol.10, 1980.
- HOFFMAN R. (1982) – Rapport interne des Ponts et Chaussées du Luxembourg « Le grès de Larochette ». Juin
- HU C. (1995) –« Rhéologie des bétons fluides », Etudes et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, OA16,203p.
- HUBERTY M., (1997) – « Memento ciments, bétons ». Fedelcem *Fédération de l'Industrie Cimentière Belge*.
- KRIEGER I. M., DOUGHERTY T. J. (1959) – Transactions of the Society of Rheology » Vol. III, pp.137-152.
- LECOMTE A. (1998) –Ajustement des méthodes de formulation au m³ en tenant compte du volume réel. Annales du Bâtiment et des travaux publics N°5, octobre-novembre,pp13-26.
- LECOMTE A.(2000) –Contribution à la valorisation des ressources minérales de la Lorraine et du Luxembourg, Application à des mélanges hydrauliques du génie civil de type bétons. Habilitation à Diriger des Recherches, Université Henri Poincaré, Nancy I, 163p.
- LECOMTE A, MECHLING J.M., VOIRIN J., VULCANO N. (1999) – « Analyse des propriétés des grains par mesure de la compacité des tranches granulaires ». Colloque des matériaux à l'ouvrage. AUGC- Poitiers, 6-7 mai
- LE ROY R. (1996)- « Déformations instantanées et différées des bétons à hautes performances », Etudes et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 350p. Septembre.
- LEGRAND C., (1982) – « Le comportement rhéologique des suspensions de ciment » in « Le béton hydraulique ». Paris, *Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*.
- LITVAN G.G. (1973) : -Frost action in cement paste. *Matériaux et Construction*. RILEM, vol.34, pp293-298.
- LLIBOUTRY L. (1964) : -Traité de glaciologie. Glaciers. Variations de climats. Sols gelés. *Masson Ed.*, Paris, 1033p.

- LUCIUS M., (1953), - Quelques aspects de la géologie appliquée dans l'aire de sédimentation luxembourgeoise. *Service Géologiques du Luxembourg*. Vol. IX. pp. 66-74, 230-234.
- MALHOTRA V. M.(1979), - Superplasticizers : Their effects on fresh and hardened concrete. CANMET Report 79-131, Ottawa, Canada.
- MANSOUTRE S. (2000), - Des suspensions concentrées aux milieux granulaires lubrifiés ; Etude des pâtes de silicate tricalcique » Thèse de l'Université d'Orléans,131p.
- MAMILLAN, M. (1973) – « Répartition de la teneur en eau dans le béton durci ». *Annales de l'I.T.B.T.P.*, n°309-310, pp30-34.
- MEKHATRIA A. (2001)- « Stabilité et sédimentation de sphères dans un fluide à seuil » Thèse I. N. P. de Grenoble. 175p.
- MELLOR M. (1983) : -Mechanical behaviour of sea ice. Monograph 83-1. *Cold Regions Research and Engeneering Laboratory (U.S. Army)*, Hanover, 103p.
- NEVILLE A. M. (1995) : « Properties of concrete », Longman, Harlow, 844p.
- OKUMURA, H. (1997) – « Self compensation high performance concrete ». *Concrete International*, Vol 19, N°17. pp.50-54
- PLEAU R. (1998) : - La prévention des attaques au gel dans « Formuler les bétons (1), des constituants aux performances ». *Ponts Formation Ed.*
- POWERS T.C. (1949) : -« The air requirement of frost resistance concrete ». *Proc. Highway Rese. Board*, Vol 29, pp184-211.
- POWERS T.C. & HELMUTH R. A. (1953) : -« Theory of volume changes in hardened Portland cement paste durins freezing ». *Proc. Highway Rese. Board*, Vol 32, pp285-297.
- PROST J., REYMOND A., IZORET L., GUERPILLON Y., (1992) : -Durabilité des bétons durcis soumis au gel, en présence ou non de sels déglaçants. *Annales de l'I.T.B.T.P.*, N°508, pp110-138.
- REGOURD M. (1986), - Caractéristique et activation des produits d'addition. *8^{ème} Congrès international de la Chimie des Ciments, Rio.*
- REMY J.M. (1993) : -Influence de la structure du milieu poreux carbonaté sur les transferts d'eau et les changements de phase eau-glace. Application à la durabilité des roches calcaires de Lorraine. Thèse I.N.P.L., 320p.
- SELLEVOLD J. & FARSTAD T. (1991) : -Frost/salt-testing of concrete : effect of test parameters and concrete moisture history. *Nordic Concrete Research*, N°10, pp121-128.
- SHAH S.P., KARAGULER M. E., SARIGAPHUTI M., (1992), - Effects of shrinkage-reducing admixture on restrained shrinkage cracking of concrete. *ACI Mater. J.*, Vol. 89, N°3, pp. 289-295.

- TAYLOR H.S. H. F. W. (1990), - « Cement chemistry ». *Academic press*. Great Britain 475 p.
- TONCELLI M. (1997), - Methods and apparatus for the manufacture of cementious slab products and the resulting products. *International application published under the patent cooperation treaty (PCT)*. N° WO 97/27982.
- TOUTLEMONDE F., LE MAOU F. (1996) – « Protection des éprouvettes de béton vis-à-vis de la dessiccation, le point sur quelques techniques de laboratoire » Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées n°203, mai-juin.
- VENUAT M. (1984) – Adjuvants et traitements, Ed. M. Vénuat
- VERNET C., CADORET G. (1992) – Suivi en continu de l'évolution chimique et mécanique des B.H.P. pendant les premiers jours, in « Les B.H.P., caractéristique, durabilité, applications. Presses de l'E.N.P.C., Paris, pp115-128.
- WALLER V. (1999) : « Relation entre composition, exothermie en cours de prise et résistance en compression des bétons », Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, Janvier.
- WENANDER H. (1975), - L'essorage sous vide est de retour. *Concrete Construction Magazine*.
- WITTMANN F.H., (1968) - Surface tension shrinkage and strength of hardened cement paste. *Materials and Structure*, vol. 1, n°6, pp 547-552.

ANNEXE 1



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁷ : C04B 28/02, 28/00, B28B 23/00	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 00/50356 (43) Date de publication internationale: 31 août 2000 (31.08.00)
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/EP00/01169</p> <p>(22) Date de dépôt international: 12 février 2000 (12.02.00)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 90354 24 février 1999 (24.02.99) LU</p> <p>(71) Déposant (<i>pour tous les Etats désignés sauf US</i>): CARRIERES FEIDT S.A R.L. [LU/LU]; 36, avenue des Archiducs, L-1135 Luxembourg (LU).</p> <p>(72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (<i>US seulement</i>): SCHARFE, Guy [LU/LU]; 44, rue de Bertrange, L-8216 Mamer (LU). FEIDT, Guy [LU/LU]; 8, rue De L'Europe, L-7225 Bereldange (LU). VULCANO, Nelly [FR/FR]; 271, route des Longènes, F-88290 Saulxures-sur-Moselotte (FR). LECOMTE, André [FR/FR]; 49, rue du Chanoine Boulanger, F-54220 Malzeville (FR). PIROTTE, Michel [BE/BE]; 65, rue du Beynert, B-6717 Metzert (BE). STEICHEN, Claude [LU/LU]; 9a, rue Principale, L-8612 Pratz (LU).</p> <p>(74) Mandataires: KIHN, Pierre etc.; Office Ernest T. Freylinger S.A., B.P. 48, L-8001 Strassen (LU).</p>	<p>(81) Etats désignés: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasiatique (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p>	
(54) Title: METHOD FOR PRODUCING ARTIFICIAL STONE		
(54) Titre: PROCEDE DE FABRICATION DE PIERRES RECONSTITUEES		
(57) Abstract		
<p>A method for producing artificial stone from a mixture of natural ground rock, water and a hydraulic binder. The natural ground rock, water and hydraulic binder are initially mixed, whereby surplus water is added in order to obtain a liquid mixture. The mixture is then cast in a mould and subsequently de-aired. The surplus water or at least part thereof is then dried. The artificial stone is demoulded when the de-aired and dried mixture has matured. The artificial stone displays physical and aesthetic properties that can be compared with the original stone. The invention is used in the construction, renovation and maintenance of buildings.</p>		
(57) Abrégé		
<p>On présente un procédé de fabrication de pierres reconstituées à partir d'un mélange de roche naturelle broyée, d'eau et d'un liant hydraulique. Tout d'abord, la roche naturelle broyée, le liant hydraulique et l'eau sont malaxés, l'eau étant ajoutée en excès de manière à obtenir un mélange fluide. Le mélange est alors coulé dans un moule, puis désaéré. Ensuite, l'eau en excès du mélange, ou au moins une partie, est essorée. Une fois le mélange désaéré et essoré arrivé à maturation, la pierre reconstituée est démoulée. La pierre reconstituée présente des propriétés physiques et esthétiques comparables à celles de la pierre originelle. Elle est utilisée notamment pour la construction, la restauration et l'entretien d'édifices.</p>		

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brsil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

Procédé de fabrication de pierres reconstituées

Introduction

La présente invention concerne un procédé de fabrication de pierres reconstituées, notamment pour l'ornementation.

Etat de la technique

Les pierres de taille font la beauté et la renommée de nombreux édifices. En plus de leur aspect séduisant, les pierres de taille possèdent d'excellentes caractéristiques mécaniques, garantie de pérennité pour les constructions. Les carrières locales, qui fournissent depuis longtemps ces pierres qui donnent leur caractère régional aux bâtiments, églises et places, sont très sollicitées pour la livraison de pièces pour la restauration et l'entretien, ainsi que pour l'insertion de nouvelles constructions dans des sites bâtis.

Malheureusement, les carrières ne sont pas toujours capables de fournir les pièces demandées. Tout d'abord, l'extraction de gros blocs intacts, dans des gisements souvent exsangues, conduit à des coûts élevés et s'accompagne d'une grande quantité de débris. De plus, il arrive que la roche n'ait plus exactement la même coloration que celle qui avait été utilisée dans la construction à restaurer.

Afin de remédier à ces difficultés, des procédés de fabrication de pierres reconstituées ont été développés depuis de nombreuses années. Une pierre reconstituée permet le recyclage des débris et la fabrication de blocs de pierre de taille prédéterminée. De plus, la coloration de la pierre peut être adaptée.

Un procédé de fabrication de pierres reconstituées est présenté dans la demande de brevet WO97/27982. Un matériau granuleux est mélangé, sous vide, à de l'eau, du ciment et des agents fluidifiants. Le rapport de la masse d'eau sur la masse de ciment du mélange se situe entre 0,25 et 0,36. Après un malaxage intime, le mélange est coulé, sous vide, dans un moule, puis désaéré

lors d'une étape combinant vide et mouvement vibratoire. Le moule est ensuite transféré vers une section de prise et de durcissement. La pierre reconstituée est démoulée et traverse une dernière étape de durcissement.

Les agents fluidifiants utilisés sont indispensables pour conférer au mélange une fluidité permettant la mise en oeuvre du procédé, notamment le coulage et le désaéragage. Ces agents sont bien connus, ce sont des condensats de mélamine ou de naphthalène sulphonée, des lignosulfates de calcium ou de sodium, polymérisés ou non. L'emploi de telles substances est un facteur de risque pour la pérennité de la pierre reconstituée, car leur stabilité dans le temps n'est pas d'une totale garantie. Le produit fabriqué risque donc de se dégrader en vieillissant.

Objet de l'invention (Problème à résoudre par l'invention)

L'objet de la présente invention est de proposer un autre procédé de fabrication de pierres reconstituées permettant d'obtenir des pierres reconstituées insensibles au vieillissement.

Description générale de l'invention revendiquée avec ses principaux avantages.

La présente invention est un procédé de fabrication de pierres reconstituées à partir d'un mélange de roche naturelle broyée, d'eau et d'un liant hydraulique, comprenant les étapes suivantes :

- a) malaxage de la roche naturelle broyée, du liant hydraulique et de l'eau, l'eau étant ajoutée en excès de manière à obtenir un mélange fluide ;
- b) coulage du mélange dans un moule ;
- c) désaéragage du mélange ;
- d) essorage d'au moins une partie de l'eau en excès du mélange ;
- e) cure du mélange désaéré et essoré ;
- f) démoulage de la pierre reconstituée.

La fabrication de pierres reconstituées par le procédé selon l'invention permet d'obtenir des pierres reconstituées qui ne présentent pas de problèmes lors du vieillissement, puisque le procédé n'emploie pas d'agents fluidifiants qui peuvent mettre en péril la stabilité et la pérennité de celles-ci. Les carriers
5 disposent ainsi d'un procédé de fabrication économique, simple à mettre en oeuvre, n'intégrant que des composants minéraux naturels et permettant d'obtenir des pierres reconstituées aux propriétés physiques et esthétiques comparables à celles de la pierre originelle.

Le procédé permet le recyclage des débris de carrières, produits en abon-
10 dance lors de l'extraction de blocs. En choisissant un moule adéquat, il est possible de réaliser des pièces de toutes tailles et de toutes formes, sur des épaisseurs pouvant atteindre 60 cm et plus. Par ailleurs, la reproductibilité du procédé permet de fabriquer des pierres reconstituées identiques. Il sera apprécié que le présent procédé utilise de l'eau en excès dans ses premières
15 étapes, afin d'obtenir un mélange fluide. De fait, le mélange possède une bonne maniabilité, sans emploi d'agents fluidifiants, ce qui présente un avantage pour le coulage. L'étape de désaéragage est facilitée en raison de la fluidité du mélange, favorisant l'ascension des bulles d'air emprisonnées pendant le malaxage et le coulage. On remarquera que l'eau ajoutée en excès est éliminée,
20 au moins en partie, lors de l'étape d'essorage.

Avant l'étape a), la granulométrie de la roche broyée peut être ajustée. Ceci permet de rapprocher la granulométrie de la roche broyée de la granulométrie de la roche naturelle. On peut alors calculer la fraction de vide et le dosage des constituants.

25 Le rapport de la masse d'eau sur la masse de ciment est au moins égal à 0.4, est de préférence supérieur à 0,55, et de manière la plus préférée supérieur à 0.7. Le mélange possède ainsi une bonne fluidité ou maniabilité, facilitant la mise en oeuvre.

De préférence, l'étape c) est réalisée sous un vide industriel qui n'est pas
30 inférieur à 20 mm de Hg, accompagné d'un mouvement vibratoire. L'air emprisonné pendant les étapes de malaxage et de coulage est évacué.

L'essorage de l'étape d) est avantageusement effectué par tapis filtrant. Cette opération permet l'extraction d'au moins une partie de l'eau qui a servi à fabriquer le mélange, et qui doit être évacuée pour garantir une bonne qualité de la pierre reconstituée.

- 5 Préférentiellement, l'étape e) se déroule dans un local à hygrométrie et température contrôlées. Ces conditions permettent une bonne prise hydraulique et limitent les phénomènes de retrait et de fissuration.

On prévoit avantageusement une étape de maturation après le démou-
lage, étape f). Les pierre reconstituées sont préservées de la dessiccation et
10 peuvent ainsi atteindre un degré de durcissement avancé, pendant cette
maturation finale.

Des agents de couleur inertes peuvent être ajoutés dans l'étape (a), tels
que des pigments naturels ou du sable, afin de moduler la couleur de la pierre
reconstituée. Les carriers peuvent donc fabriquer une pierre qui a sensiblement
15 la même couleur que les pierres déjà présentes dans l'édifice, lors d'une
restauration par exemple.

De préférence, on utilise un liant hydraulique dont la couleur est adaptée à
la couleur de la pierre à reconstituer, de manière à ne pas modifier la couleur
de la roche, surtout dans le cas d'une roche claire.

20 Des agents de texture inertes peuvent être ajoutés dans l'étape (b). On
peut ainsi corriger la texture de la pierre reconstituée en fonction de la roche
originelle, et ces agents inertes, par nature, n'affectent pas la stabilité du
matériau.

On peut avantageusement effectuer un traitement de surface entre les
25 étapes e) et f), c'est à dire juste après l'essorage. La surface qui a reçu le tapis
filtrant, et qui en porte l'empreinte, peut être remaniée par un surfaçage manuel
ou mécanique,

La pierre reconstituée peut être ouvrée et traitée comme une pierre natu-
relle après maturation finale. On peut alors lui donner la taille souhaitée, ou

encore lui faire subir différents traitements de surface pour retrouver l'aspect de la roche originelle.

Description détaillée d'au moins un mode de réalisation

5 D'autres particularités et caractéristiques de l'invention ressortiront de la description détaillée d'un mode de réalisation avantageux présenté ci-dessous.

Avant d'aborder le procédé proprement dit, il est intéressant de se rappeler le principe de la fabrication de pierres reconstituées.

10 Lorsqu'on fabrique des pierre reconstituées à partir de pierre naturelle broyée, d'un liant hydraulique et d'eau, il est impératif de remplir les vides qui sont créés ou qui demeurent entre les grains du mélange. En fait, plus le remplissage est dense, plus les propriétés et l'apparence du produit final se rapprochent de la pierre naturelle.

15 La quantité de vide, et donc la fraction de vide à combler entre les grains de pierre naturelle, dépend de la taille de ces grains. Le mélange, à base de ciment, d'eau et de pierre broyée, doit contenir une quantité d'eau suffisante pour que les réactions de prise et de durcissement puissent avoir lieu. Toutefois, cette quantité d'eau n'est pas suffisante pour conférer au mélange une bonne maniabilité ou fluidité. Mais l'excès d'eau nuit à la compacité de la pierre reconstituée en augmentant sa porosité, et altère ses propriétés mécaniques.

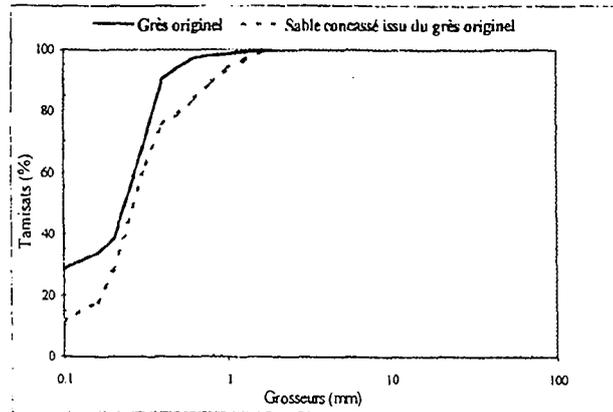
20 Il est possible d'obtenir un mélange fluide en utilisant des agents fluidifiants. Ces derniers sont néanmoins à éviter car ce sont des produits organiques qui peuvent se dégrader quand la pierre vieillit, altérant la qualité de la pierre reconstituée ; de plus, en déflocculant les particules fines des mélanges frais, il confèrent parfois aux pierres durcies une esthétique différente de celle
25 de la pierres naturelle. Dans le présent procédé, on obtient un mélange fluide en ajoutant de l'eau en excès ; mais cette eau est évacuée du mélange frais, une fois le mélange coulé et désaéré.

Les étapes du procédé, qui peut s'appliquer à la reconstitution toute pierre naturelle de nature sédimentaire ou non, sont décrites dans leur ordre chronologique, dans un mode préféré de réalisation, pour la fabrication de pierres reconstituées destinées principalement à l'ornementation. La roche naturelle
5 utilisée est une roche sédimentaire : le grès du Luxembourg, encore appelé pierre d'Ernzen.

1. matières premières

Des matières premières de qualité sont essentielles pour obtenir un bon
10 résultat. Il sera apprécié que la pierre reconstituée, selon le présent procédé, est fabriquée uniquement à partir de pierre naturelle, d'un liant hydraulique, d'eau, et éventuellement d'agents inertes correcteurs de texture ou de couleur.

Pour ce qui est de la roche originelle, elle provient directement de la carrière. Les débris et chutes d'abattage sont broyés ou concassés de façon à
15 ajuster leur granulométrie en fonction de la granulométrie de la roche naturelle à reconstituer. On obtient alors un sable, plus ou moins grossier, dont la granulométrie peut encore être modifiée par concassage ou criblage pour améliorer la perméabilité et la fluidité des mélanges au moment de leur traitement. La courbe 1 présente une courbe de répartition de la granulométrie du
20 grès du Luxembourg originel, et celle du sable utilisé pour la fabrication de pierres reconstituées. On remarquera que la taille des plus gros grains, environ 2 mm, du sable utilisé pour la reconstitution est la même que celle des plus gros grains du grès originel, des grains siliceux cimentés par 28% de carbonate de calcium.



Courbe 1

De préférence, le liant ne doit pas avoir d'incidence sur la coloration de la pierre à reconstituer, qui est souvent assez claire. Les ciments CEM III, IV ou V, sont à éviter, de par la variété et la nature de leurs constituants ; on leur préfère un liant blanc. Pour la reconstitution de grès du Luxembourg, un liant de type CEM I 42.5 blanc a été choisi. Toutefois, il faut préciser que la compatibilité chimique de ce type de liant avec la matière minérale a été vérifiée au préalable. De même, pour les pièces massives, le choix du liant est guidé par la recherche d'une faible teneur en C3A (aluminat tricalcique) afin de limiter le retrait thermique.

L'eau est le troisième constituant principal, sa qualité doit être surveillée. Pour le gâchage, la température de l'eau doit être maintenue supérieure à 15°C. De plus, elle ne doit pas apporter d'impuretés susceptibles d'altérer les propriétés physiques, mécaniques et de durabilité. L'eau potable du réseau public convient généralement.

Enfin, la couleur et/ou la texture de la pierre reconstituée peuvent être modifiées ou ajustées par l'ajout de sable ou de pigments naturels inertes. Le choix et le dosage de ces derniers se fait préférentiellement par colorimétrie différentielle. En ce qui concerne les agents de texture (non employés pour le grès du Luxembourg), il s'agit de sable correcteur d'autre origine que la pierre à reconstituer, p.ex. du sable alluvionnaire de quartz ayant une teinte similaire à celle de la pierre à reconstituer ; sorte de géotextile placé dans le moule avant coulage.

2. dosages

Les proportions des différents composants sont judicieusement choisies, de façon à reproduire le plus exactement possible les caractéristiques de la pierre originelle.

5 Comme on l'a déjà mentionné, le liant, avec ses éléments correcteurs, doit être présent en quantité suffisante pour combler les interstices (espaces vides) entre les grains de sable sec, de manière à atteindre la porosité de la pierre originelle.

10 Une faible proportion de sable légèrement rose, correcteur de couleur inerte, est utilisée.

Le dosage du liant, CEM I 42.5, a été calculé en fonction des données suivantes :

- porosité volumique de l'empilement sec de la matière minérale broyée, légèrement compactée : 30.5% ;
- 15 - porosité volumique de la pierre naturelle : 16% ;
- différence de porosité : 14.5%.

20 En conséquence, on utilise environ 450 kg de CEM I 42.5 pour 1 m³ de grès reconstitué. On observe par ailleurs, compte tenu des masses volumiques respectives, que cette quantité de liant représente environ 19% de la pierre reconstituée. Ce pourcentage, ajouté au pourcentage des plus petits granules de la matière minérale broyée équivaut alors approximativement à la teneur en ciment calcitique du grès originel (environ 30%, comme indiqué sur la courbe 1).

25 Le dosage en eau dépend de la consistance que l'on souhaite conférer au mélange. On fabrique ici un mélange fluide en ajoutant de l'eau en excès, pour faciliter sa mise en oeuvre et sa désaération. Le terme « en excès » signifie qu'il faut nettement plus d'eau que la quantité juste nécessaire à l'hydratation du ciment, mais pas plus que nécessaire à l'obtention d'une fluidité assurant le malaxage et le désaéragé. On obtient ainsi un mélange d'excellente maniabilité,
30 sans utilisation d'agents fluidifiants. Dans le cas présent, on utilise une quantité

d'eau permettant d'obtenir un rapport de la masse d'eau sur la masse de ciment, noté E/C, supérieur à 0,70. Pour mémoire, le rapport E/C minimal pour l'hydratation du ciment est de l'ordre de 0,33.

3. Malaxage

5 L'étape de malaxage consiste à mélanger ensemble tous les composants de façon à obtenir une pâte homogène, gage de la qualité esthétique finale du produit. Le calcul de dosage est effectué en prévision de l'étape de malaxage ; si le mélange est trop ferme, même les malaxeurs les plus puissants ne pourront pas réaliser un mélange homogène. C'est également une raison de
10 l'utilisation d'un mélange fluide. La maniabilité de ce mélange (E/C=0,70) est mesurée par le temps d'écoulement au cône de Marsh de 1 litre à travers un ajustage de 10 mm, ce temps est d'environ 50 s.

Dans l'étape de malaxage, on déverse dans une cuve les proportions calculées de matière minérale, de liant, d'eau, et de correcteur de couleur. Un
15 malaxage de 3 minutes dans une cuve permet d'obtenir une bonne homogénéisation du mélange.

4. Coulage

Le mélange fluide obtenu à l'étape de malaxage est ensuite coulé dans un moule. Ce dernier peut être de forme parallélépipédique régulière ou non. Les
20 dimensions des moules sont adaptées à l'utilisation future de la pierre reconstituée. Les moules, ou coffrages, sont généralement en acier, conçus pour de nombreuses utilisations et des démoulages faciles. Ils peuvent également être en bois (contre plaqué de coffrage) ou en matériaux plastiques. Les coffrages doivent être rigides et sont avantageusement équipés d'attaches pour la
25 manutention et le levage.

On notera que si le volume du coffrage à remplir dépasse la capacité du malaxeur, le malaxage et le coulage sont effectués en plusieurs fois, dans l'intervalle de temps le plus bref.

5. Désaéragé

Lors du malaxage et du coulage, des inclusions d'air se forment au sein du mélange. Il est nécessaire d'évacuer ces bulles d'air, tant que le mélange est frais, afin que le matériau puisse présenter les caractéristiques de la roche originelle. On considère que le seuil de perception, à l'oeil nu, des plus petites bulles d'air est de 0,3 mm, pour des roches claires. On remarquera toutefois que le désaéragé ne modifie pratiquement pas la porosité finale du matériau qui est fonction de la granulométrie de la matière minérale, des proportions respectives des constituants, et de la teneur en eau.

10 Le désaéragé est basé sur le principe d'Archimède. Au sein du mélange dans le moule, chaque bulle subit une poussée de bas en haut, fonction de son volume et de la densité du mélange. A cette force, le mélange oppose une résistance fonction notamment de la viscosité plastique et du seuil de cisaillement. Pour évacuer les bulles, on conjugue deux actions :

- 15
- on soumet le mélange à un vide industriel, provoquant l'augmentation de volume des bulles. Ces dernières subissent alors une poussée d'Archimède plus intense, favorisant leur ascension vers la surface.
 - on applique un mouvement vibratoire, ce qui permet d'abaisser le seuil de cisaillement du mélange, et donc de diminuer la résistance qui
- 20 s'oppose à l'ascension des bulles.

La combinaison de ces deux effets doit être réglée en intensité, afin d'évacuer jusqu'aux bulles les plus fines. La durée du désaéragé dépend de l'épaisseur du mélange dans le moule, c'est à dire de la longueur de parcours des bulles les plus profondes. On retrouve ici un autres aspect de l'intérêt du

25 mélange fluide, dont le faible seuil de cisaillement favorise l'ascension des bulles d'air.

Pour le grès du Luxembourg, on utilise préférentiellement une aire de désaéragé constituée d'une plaque métallique rigide montée sur amortisseurs. Elle est équipée de deux vibrateurs à fréquence variable fixés symétriquement.

30 La puissance, la force et la fréquence de ces vibrateurs sont choisies en fonction de la taille de l'installation. Sur cette aire est soudé un négatif

d'étanchéité destiné à recevoir une cloche de désaéragé en acier munie d'un joint. Cette cloche est reliée à une pompe à vide adaptée au volume de la cloche. Le moule rempli du mélange est donc disposé sur l'aire de désaéragé puis recouvert de la cloche. Un traitement de désaéragé n'excède généralement pas 20 minutes.

On utilise pour la fabrication de grès du Luxembourg reconstitués des moules de 1,20 m x 0,80 m, avec des épaisseurs variant entre 0,10 et 0,60 m. Un vide de l'ordre de 30 à 60 mm Hg est appliqué pendant 15 à 20 minutes. Une vibration modérée d'une fréquence de 60 à 100 Hz et d'une amplitude de 5 mm est appliquée simultanément.

6. Essorage

L'excédent d'eau qui a permis le mélange intime des constituants, puis l'élimination de l'air piégé, doit maintenant être évacué.

Dans cette étape du procédé, appelée essorage, le volume solide de la pierre augmente et les particules minérales se rapprochent les unes des autres jusqu'à atteindre l'empilement estimé lors du dosage, proche de celui de la pierre naturelle.

La porosité finale de la pierre reconstituée et ses propriétés sont grandement conditionnées par la qualité de ce traitement qui fixe le rapport E/C final.

On pratique ici l'essorage par tapis filtrant. Le tapis filtrant est constitué de deux membranes superposées et solidaires qui définissent ses deux faces. La membrane inférieure, alvéolée est en contact direct avec la surface libre du mélange désaéré. La membrane supérieure s'étend sur 5 cm au delà de la périphérie de la membrane inférieure, afin de réaliser un joint périphérique d'étanchéité entre le mélange et le tapis. La membrane supérieure est également connectée à une pompe à vide. Lorsque cette dernière est activée, la dépression créée sous le tapis permet de drainer des filets d'eau excédentaire vers la surface. L'eau est filtrée par les alvéoles de la membrane inférieure et est évacuée. On remarquera que les bords recouverts par la membrane supérieure servent de joint et ne sont pas totalement essorés. La profondeur d'action dépend directement de la perméabilité du milieu, elle même condition-

née par la granulométrie de la roche broyée et la teneur en liant. Une modification trop rapide de la perméabilité de la couche supérieure (par surabondance de fines) risque aussi de freiner l'ascension de l'eau sous-jacente. De plus, les fines particules, entraînées par un flux hydraulique trop intense vers la sous

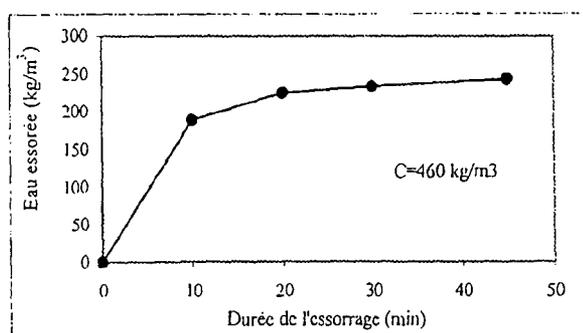
5 surface du tapis peuvent diminuer la perméabilité de ce dernier et créer une ségrégation au sein du matériau, au niveau de la couche supérieure. L'essorage mène au blocage de l'empilement minéral, il raffermi la préparation et permet une résistance précoce et un démoulage rapide.

Une autre méthode avantageuse d'essorage consiste à utiliser un tapis filtrant fixé sur une plaque rigide munie d'un joint d'étanchéité périphérique, prenant appui sur les joues du coffrage, ce qui permet d'essorer l'intégralité du mélange. Pour les pièces épaisses, un second tapis filtrant, adapté du procédé et protégé par un filtre papier ou synthétique perdu, peut aussi être placé au

10 fond du moule.

On notera que la plus grande partie de l'eau excédentaire est extraite après environ 15 minutes de traitement. Une prolongation de l'essorage n'améliore pas beaucoup le rendement, comme illustré courbe 2 (un exemple de pierres reconstituées de 15 cm d'épaisseur). Par ailleurs, une durée d'essorage trop longue risque d'enlever trop d'eau au mélange, plus que l'eau

20 excédentaire. Si la quantité d'eau du mélange n'est pas suffisante pour la prise et le durcissement, il subsiste des phases anhydres au sein du matériau pouvant mettre en péril la stabilité de la pierre reconstituée.



courbe 2

En somme, l'essorage doit être adapté à la composition de la pierre, l'intensité du vide et la durée doivent être soigneusement réglées. On remarque également qu'un essorage poussé n'est pas toujours nécessaire.

7. Traitement de surface

5 Lorsque l'essorage est terminé, la surface du mélange porte l'empreinte rugueuse du tapis filtrant. Si la pierre reconstituée est destinée à être scellée comme pierre de parement, elle pourra être utilisée telle quelle : on veillera à la fixer par sa face rugueuse.

10 Pour d'autres utilisations, la surface rugueuse subit un surfaçage manuel ou mécanique, juste après l'essorage.

8. Cure et démoulage

15 A ce stade du procédé, les mélanges présentent un rapport E/C généralement faible. Il est important de préserver leur humidité (cure) pour assurer une prise hydraulique satisfaisante et limiter les phénomènes de retrait et de fissuration. Les coffrages sont donc stockés dans des lieux à hygrométrie et température contrôlées. De préférence, les pierres reconstituées sont démoulées lorsque le matériau est devenu auto-portant, ce qui peut demander entre 16 et 36 heures.

20 Après démoulage, deuxième période de cure combinée à une maturation. Pendant plusieurs jours, les pierres reconstituées sont encore préservées de la dessiccation, pour atteindre un durcissement avancé.

9. Ouvrage de la pierre reconstituée durcie

25 Une fois la pierre reconstituée durcie, elle est équarrie, afin d'éliminer notamment les zones périphériques qui ont été plus modestement essorées. La pierre reconstituée peut être ensuite ouvrée comme de la pierre naturelle. En général, le travail de la pierre peut commencer après 7 jours de maturation. La résistance finale prévue pour la pierre n'est atteinte qu'au bout d'un mois.

On notera que la pierre reconstituée à forte teneur en liant peut s'avérer plus difficile à ouvrir que la roche originelle, requérant l'emploi d'outils plus résistants. Un traitement de surface spécifique, comme un sablage, permet de retrouver la texture ou le touché de la roche originelle, le cas échéant.

- 5 Pour le grès du Luxembourg reconstitué, on utilise un traitement à l'acide chlorhydrique, particulièrement pour les mélanges à forte teneur en ciment. Cela permet de dissoudre en surface le carbonate qui enrobe les grains de quartz, ils sont donc mis en relief, comme pour la pierre naturelle.

Revendications

1. Procédé de fabrication de pierres reconstituées à partir d'un mélange de roche naturelle broyée, d'eau et d'un liant hydraulique, comprenant les étapes suivantes :
 - 5 a) malaxage de la roche naturelle broyée, du liant hydraulique et de l'eau, l'eau étant ajoutée en excès de manière à obtenir un mélange fluide ;
 - b) coulage du mélange dans un moule ;
 - c) désaérage du mélange ;
 - d) essorage d'au moins une partie de l'eau en excès du mélange ;
 - 10 e) cure du mélange désaéré et essoré ;
 - f) démoulage de la pierre reconstituée.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'avant l'étape (a) on ajuste la granulométrie de la roche broyée, on calcule la fraction de vide d'un empilement compact de grains de roche broyée, et on calcule le dosage des constituants en fonction de la fraction de vide ;
- 15 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par un rapport de la masse d'eau sur la masse de liant hydraulique au moins égal à 0,55, et de préférence supérieur à 0,7.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'étape (c) se fait sous un vide qui n'est pas inférieur à 10 mm de Hg, avec application simultanée d'un mouvement vibratoire.
- 20 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'essorage de l'étape (d) est effectué par tapis filtrant.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'essorage de l'étape (d) se fait par deux tapis filtrants disposés sur
- 25 deux faces opposées du mélange dans le moule.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'hygrométrie et la température sont contrôlés pendant l'étape (e).
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par une étape de maturation finale suivant l'étape (f).
9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la pierre reconstituée est préservée de la dessiccation pendant la maturation finale.
10. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la pierre reconstituée est ouverte et traitée après maturation finale.
- 10 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par un ajout d'agents de couleur inertes dans l'étape (a).
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le liant hydraulique possède une couleur adaptée à la couleur de la pierre à reconstituer.
- 15 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par un ajout d'agents de texture inertes dans l'étape (a).
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par une étape de traitement de surface entre les étapes (e) et (f).
15. Pierre reconstituée fabriquée par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14.
- 20 16. Utilisation d'une pierre reconstituée pour l'ornementation, notamment pour la restauration et l'entretien d'édifices, ladite pierre reconstituée étant fabriquée par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 00/01169

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C04B28/02 C04B28/00 B28B23/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C04B B28B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 017 321 A (REIGHTER DAVID H) 12 April 1977 (1977-04-12) the whole document ---	1-4, 13
A	DE 261 454 C (INDUSTRIEWERKE G.M.B.H.) 25 August 1910 (1910-08-25) the whole document -----	1, 5, 11, 12, 15, 16

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

7 June 2000

Date of mailing of the international search report

15/06/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Gourier, P

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/01169

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4017321 A	12-04-1977	AU 497929 B AU 1548476 A CA 1061101 A	25-01-1979 05-01-1978 28-08-1979
<hr style="border-top: 1px dashed black;"/>			
DE 261454 C		NONE	
<hr style="border-top: 1px dashed black;"/>			

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem. Internationale No

PCT/EP 00/01169

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
 CIB 7 C04B28/02 C04B28/00 B28B23/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
 CIB 7 C04B B28B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 4 017 321 A (REIGHTER DAVID H) 12 avril 1977 (1977-04-12) le document en entier ---	1-4, 13
A	DE 261 454 C (INDUSTRIEWERKE G.M.B.H.) 25 août 1910 (1910-08-25) le document en entier -----	1, 5, 11, 12, 15, 16

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *Z* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

7 juin 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

15/06/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 851 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Gourier, P

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem. Internationale No

PCT/EP 00/01169

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4017321 A	12-04-1977	AU 497929 B AU 1548476 A CA 1061101 A	25-01-1979 05-01-1978 28-08-1979
DE 261454 C		AUCUN	

ANNEXE 2

L'HYDRATATION DU CIMENT

NOTATION CIMENTIERE

H=H₂O

\bar{S} =SO₃

K₂O

C= CaO

F=Fe₂O₃

N=Na₂O

S= SiO₂

M=MgO

T=TiO₂

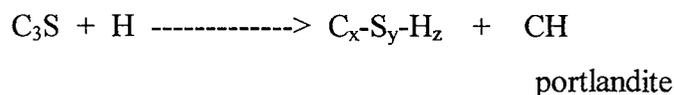
A= Al₂O₃

C=CO₂

FORMATION DES HYDRATES

Les réactions d'hydratations sont nombreuses et complexes. Les principaux constituants du clinker y participent en donnant divers hydrates responsables de la prise, puis du durcissement du ciment.

70 % du C₃S [TAYLOR, 1990] réagit pendant les 28 premiers jours pour donner 2 produits :



-La portlandite **CH**, est un composé défini et qui cristallise sous forme de plaque hexagonale.

-Le **CSH** est un composé non stœchiométrique, qui entoure les grains de clinker et leur donne un aspect d'oursin. Sa composition chimique varie avec le taux d'hydratation.

La réaction du C₂S avec l'eau donne les mêmes hydrates que le C₃S cependant elle est plus lente ; au bout de 28 jours, seulement 30 % du C₂S a réagi. De plus la quantité de CH produit est plus faible étant donné le plus faible rapport C/S de ce composé.

La réaction des aluminates du clinker est très rapide et entraîne l'inconvénient d'une pâte rapidement visqueuse et non maniable. C'est pourquoi l'addition de gypse C \bar{S} H₂ (CaSO₄, 2H₂O) est une pratique courante. En effet, en son absence, les hydrates sont rapidement formés :



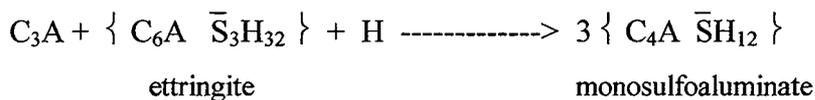
Ce qui entraîne la prise rapide du ciment hydraté.

Par contre, lorsque le sulfate est présent une réaction plus lente a lieu produisant de l'ettringite



L'ettringite se présente sous forme d'aiguilles qui s'allongent avec l'avancement de la réaction.

Lorsque le gypse est consommé, le C₃A éventuellement en excès réagit avec l'ettringite pour donner le monosulfoaluminate qui cristallise sous forme de plaquettes hexagonales.



L'hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C₄AF produit les mêmes produits que C₃A, en substituant aux aluminates les alumino-ferrites.

SEQUENCES DE L'HYDRATATION

Selon VERNET [VERNET,1992], l'hydratation du ciment est s'effectue en quatre périodes :

Période initiale : Elle commence dès le gâchage et se caractérise par un très fort dégagement de chaleur traduisant le passage en solution des ions calcium, silicates, aluminates, sulfates et alcalins. Au bout de quelques secondes, la solution est très sursaturée par rapport au silicate de calcium hydraté ou CSH, qui précipite rapidement, ainsi que l'ettringite.

Période dormante : Pendant une à quelques heures, les réactions précédentes se poursuivent lentement. Cette limitation de vitesse a pour origine la couche de CSH entourant les grains de C₃S qui constitue un écran entre les sites de dissolution du réseau anhydre et la solution.

Période de prise : Les réactions reprennent de la vitesse et forment des hydrates en abondance. Les cristaux de portlandite et le gel de silicate de calcium remplissent peu à peu les pores, ce qui donne à la pâte une certaine consistance. C'est à ce moment que les hydrates se connectent et que l'on atteint le début de prise.

Période de durcissement : Au bout d'une dizaine d'heures, la diffusion des ions est franchement ralentie car une épaisse couche d'hydrate enrobe les grains de silicates anhydres. Bien que ralentie, l'hydratation peut se poursuivre pendant des années et la résistance mécanique augmenter de façon progressive.

ANNEXE 3

		N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	
		Caractéristiques de la formule	CEM II CBR, Er/Cor=50/50	CEM II CBR, Er/Cor=50/50	CEM II CBR, Er/Co=50/50, OFT3	CEM II CBR, Er/Cor=50/50	CEM II CBR, Er/Cor=10/90	CEM II CBR, Er/Cor=50/50								
Propriété des matériaux	Ciment	p	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	
		% CEM	81	81	81	81	81	81	81	81	81	81	81	81	81	81
	FC	p	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70
	FS	p	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25
	Ernzen	p	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55
		w	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
	Correcteur	p	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63
		w	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.04	0.07	0.04	0.04	0.04	0.07
	Pigment	p	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10
		w	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15
Adjuvant	p	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	
	w	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	4.15	
Dans malaxeur (kg)	Ciment		59.5	86.4	32.4	139	55.5	115.7	138.9	138.9	115.6	139	159	139	159	
	Ernzen		79	148	32.4	186.4	73.2	198.8	183	38.1	199	172	197	172	308	
	Correcteur		84	158	34.5	198.5	78	211.7	195	341.6	207	185	212	185	113	
	FC/Fsil		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
	FS		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
	Pigment		0.35	0.173	0.065	0.23	0.1	0.23	0.23	0.23	0.23	0.231	0.26	0.23	0.26	
		hum	0	0	0.667	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
	Eau fabrication		44	76	22	108	36.9	85.4	92.3	91.9	102	79	88	72	94	
	Eau essorée		14.5	35	0	31	12.5	24	24.5	41	23.5	11.6	11.9	14.4	8	
	Intermédiaire (sec)	solide		80.2	142.4	35.6	188.9	74.5	190.9	186.2	184.5	189.3	179.9	206.0	180.0	212.5
eau			49.1	85.6	24.6	120.1	41.7	98.3	104.2	105.7	114.6	86.5	96.5	79.1	100.9	
total 1			129.4	228.0	60.2	309.0	116.1	289.2	290.4	290.1	303.9	266.3	302.5	259.1	313.4	
total 2			114.9	193.0	60.2	278.0	103.6	265.2	265.9	249.1	280.4	254.7	290.6	244.7	305.4	
Coulis	Eau		357	353	385	365	337	320	337	342	355	305	300	287	303	
	Air	%	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	
	Ernzen		574	610	506	567	592	646	592	123	615	607	612	624	924	
	Correcteur		573	612	505	567	593	646	593	1062	601	627	632	645	318	
		% vol	49	49	49	49	49	49	49	89	49	50	50	50	25	
	Ciment		432	356	506	423	449	376	450	450	358	491	494	504	477	
	FC		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	FS		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	Pigment		2.5	0.7	1.0	0.7	0.8	0.7	0.7	0.7	0.7	0.8	0.8	0.8	0.8	
	Adjuvant		0.0	0.0	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
Désaéré	Eau		380	376	409	389	359	340	359	364	377	325	319	305	322	
	Air	%	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
	Ernzen		611	649	538	603	630	687	630	131	655	646	651	664	983	
	Correcteur		610	651	538	603	631	687	630	1130	640	667	673	687	339	
		%	49	49	49	49	49	49	49	89	49	50	50	50	25	
	Ciment		460	379	538	450	478	400	478	479	380	522	526	536	507	
	FC		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	FS		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	Pigment		2.7	0.8	1.1	0.7	0.9	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.8	
	Adjuvant		0.0	0.0	2.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
Essoré	Eau		301	262	409	321	281	280	300	260	325	294	291	264	304	
	Air	%	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	Ernzen		688	767	538	671	706	750	688	153	710	675	678	703	1009	
	Correcteur		687	769	538	671	707	749	688	1316	693	697	700	727	347	
		%	49	49	49	49	49	49	49	89	49	50	50	50	25	
	Ciment		518	448	538	500	535	436	522	558	412	546	547	568	521	
	FC		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	FS		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	Pigment		3.0	0.9	1.1	0.8	1.0	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	
	Adjuvant		0.0	0.0	2.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
e/c		0.58	0.59	0.76	0.64	0.53	0.64	0.57	0.47	0.79	0.54	0.53	0.47	0.58		

		N°	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27		
		Caractéristiques de la formule	CEMII 42,5 CBR, Er/Co=66/33; OFT3	Essai labo	Essai labo	Formule 10 sans essorage	CEMII 42,5 CBR, Er/Co=66/33; OFT3	CEMII 42,5 CBR, Er/Co=66/33; OFT3	CEMII 42,5 CBR, Er/Co=66/33, Sika 3010	CEM I 42,5 CBR, Er/Co=66/33, OFT3	CEM I 42,5 CBR, Er/Co=50/50, 16% Fa, OFT3	CEM I 42,5 Laf, er/co=50/50, 16% Fpfb, OFT3	CEM II 42,5 CBR, Er/Co=50/50, 16% Fe, OFT3	CEM II 42,5 CBR, Er/Co=50/50, 15% Fs, OFT3	CEMII 42,5 CBR, Er/Co=50/50, 15% Fa, OFT3	CEMII 42,5 CBR, Er/Co=50/50, 16% Fpfb, OFT3		
Propriété des matériaux		Ciment	p	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10		
		% CEM	81	81	81	81	81	81	81	100	100	100	81	81	81	81		
		FC	p	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.60	2.60	2.60	
		FS	p	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	
		Ernzen	p	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	
			w	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.03	0.02	0.03	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
		Correcteur	p	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63
		w	0.07	0.07	0.07	0.04	0.08	0.08	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	
Pigment	p	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10		
Adjuvant	p	1.23	1.14	1.23	1.23	1.23	1.14	1.10	1.14	1.14	1.14	1.14	1.14	1.14	1.14	1.14		
	w	4.15	1.63	4.15	4.15	4.00	1.63	4.00	1.63	1.63	1.63	1.63	1.63	1.63	1.63	1.63		
Dans malaxeur (kg)		Ciment		143	2.16	2.16	139	132.8	143	159	143	143	165.6	143	79.5	143	79.5	
		Ernzen		246	4	4	172	217	246	258	251	187	178	185	103	184	102	
		Correcteur		135	2	2	185	124	136	136	129	191	183	190	105	189	105	
		FC/Fsil		0	0	0	0	0	0	0	0	23	20	21	12	23	13	
		FS		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
		Pigment		0.286	0.004	0.004	0.231	0.266	0.286	0.318	0.286	0.31	0.364	0.315	0.175	0.315	0.175	
		Adjuvant	hum	0.589	0.011	0.011	0	0.531	0.715	1.51	0.715	0.83	1.306	1.129	0.627	1.129	0.627	
		Eau fabrication		77	1.1	1.1	79	68	73	73	77	76	73	76	42	76	42	
		Eau essorée		15.2	0.115	0.115	0	14.2	15.8	19.2	11.1	17.3	9.2	12.35	6.8	12.1	7	
Intermédiaire (sec)		solide	191.0	3.0	3.0	179.9	172.0	191.0	200.8	191.2	197.7	199.8	198.1	110.3	198.5	110.3		
		eau	85.7	1.2	1.2	86.5	77.1	82.9	83.8	84.5	84.8	76.3	79.2	43.8	79.3	43.8		
		total 1	276.7	4.2	4.2	266.3	249.0	274.0	284.6	275.7	282.5	276.1	277.3	154.1	277.7	154.1		
		total 2	261.5	4.1	4.1	266.3	234.8	258.2	265.4	264.6	265.2	266.9	265.0	147.3	265.6	147.1		
Coulis		Eau		291	274	275	305	291	285	277	288	282	260	268	267	268	267	
		Air	%	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
		Ernzen		836	892	892	607	819	844	830	838	604	601	622	623	618	617	
		Correcteur		431	419	419	627	435	434	439	433	626	619	640	637	636	637	
		% vol	33	31	31	50	34	33	34	33	33	50	50	50	50	50	50	
		Ciment		486	482	482	491	501	491	525	488	476	564	485	485	484	485	
		FC		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	76.5	68.1	71.2	73.2	77.8	79.3	
		FS		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
		Pigment		1.0	1.0	1.0	0.8	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.2	1.1	1.1	1.1	1.1	
Adjuvant		0.4	0.9	0.5	0.0	0.4	0.9	1.0	0.9	1.0	1.7	1.5	1.5	1.5	1.5			
Désaéré		Eau		310	292	292	325	310	303	295	307	300	276	286	284	285	284	
		Air	%	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
		Ernzen		889	949	949	646	871	898	883	892	643	640	662	663	657	657	
		Correcteur		458	446	446	667	463	462	468	461	666	659	681	677	676	678	
		%	33	31	31	50	34	33	34	33	33	50	50	50	50	50		
		Ciment		517	513	513	522	533	522	559	519	506	600	516	516	515	516	
		FC		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	81.4	72.4	75.7	77.9	82.8	84.4	
		FS		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
		Pigment		1.0	1.0	1.0	0.9	1.1	1.0	1.1	1.0	1.1	1.3	1.1	1.1	1.1	1.1	
Adjuvant		0.4	1.0	0.5	0.0	0.4	1.0	1.1	1.0	1.1	1.8	1.5	1.5	1.5	1.5			
Essoré		Eau		270	272	272	325	268	260	243	277	254	251	252	251	253	250	
		Air	%	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
		Ernzen		941	976	976	646	924	953	947	929	685	662	693	694	687	688	
		Correcteur		485	458	458	667	491	490	501	480	709	682	713	709	707	710	
		%	33	31	31	50	34	33	34	33	33	50	50	50	50	50		
		Ciment		547	527	527	522	566	554	599	540	539	620	540	540	538	541	
		FC		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	86.7	74.9	79.2	81.5	86.6	88.4	
		FS		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
		Pigment		1.1	1.0	1.0	0.9	1.1	1.1	1.2	1.1	1.2	1.4	1.2	1.2	1.2	1.2	
		Adjuvant		0.4	1.0	0.5	0.0	0.5	1.1	1.1	1.0	1.2	1.9	1.6	1.6	1.6	1.6	
e/c		0.49	0.52	0.52	0.62	0.47	0.47	0.41	0.51	0.47	0.41	0.47	0.47	0.47	0.47			

		N°	28	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42		
		Caractéristiques de la formule	CEM II 42,5 CBR, Er/Co=50/50, 16%Fpkb, OFT3 CEM II 42,5 CBR, Er/Co=50/50, 10%Fpkb, 5%FS, sika 3010 CEM II 42,5 CBR, Er/Co=50/50, OFT3 CEM II 42,5 CBR, Er/Co=50/50, OFT3 CEM II 42,5 CBR, Er/Co=50/50, OFT3 CEM I 42,5 CBR, Er/Co=50/50, OFT3 CEM II 42,5 CBR, Er/Co=85/15, 10% Fa, 3% FS, OFT3 CEM II 42,5 CBR, Er/Co=85/15, 10% Fa, 3% FS, sika3vp CEM II 42,5 CBR, Er/Co=85/15, 10% Fa, 3% FS, sika3010 CEM II 42,5 CBR, Er/Co=85/15, 10% Fa, 3% FS, OFT3 CEM I 42,5 CBR, Er/Co=50/50															
Propriété des matériaux		Ciment	ρ	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10		
			% CEM	81	81	81	81	81	100	100	100	81	81	81	81	100	81	
		FC	ρ	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70
			ρ	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25
		Ernzen	ρ	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55
			w	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
		Correcteur	ρ	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63
			w	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.07	0.07	0.07	0.07
		Pigment	ρ	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10
			ρ	1.14	1.10	1.14	1.14	1.14	1.14	1.14	1.14	1.14	1.10	1.10	1.10	1.14	1.10	1.14
Adjuvant	w	1.63	1.63	1.63	1.63	1.63	1.63	1.63	1.63	1.63	4.00	2.33	4.00	1.63	4.00	1.63		
Dans malaxeur (kg)		Ciment	143	79.5	53	81	63.6	73.6	63.6	53	200.3	191	179	159	85	79.5		
		Ernzen	184	101	89	89	85	80	84	87	449	427	400	356	108	176		
		Correcteur	190	105	91	92	88	83	86	90	82	79	73	65	111	32		
		FC/Fsil	23	8	0	0	0	0	0	0	20	19	18	16	0	8		
		FS	0	4	0	0	0	0	0	0	6	5.7	5.4	4.8	0	3.97		
		Pigment	0.31	0.17	0.117	0.178	0.14	0.162	0.14	0.117	0.441	0.42	0.393	0.35	0.2	0.175		
		Adjuvant	hum	1.1	0.6	0.697	1.064	0.836	0.97	0.836	0.697	3	2.5	3.49	1.63	0	0.815	
		Eau fabrication	79.6	44.2	36	34.7	34.2	34.8	34.2	37.3	111.5	104	96.2	95.4	51.1	51.1		
		Eau essorée	17.2	17.2	9.7	3.5	5.5	1	5.2	13	13	9.5	9.5	11.8	12	9		
Intermédiaire (sec)		solide	198.2	109.4	86.7	96.2	87.5	86.9	86.3	85.5	282.2	269.0	250.5	222.8	109.5	111.1		
		eau	83.6	46.4	36.9	35.8	35.2	35.8	35.1	38.2	115.0	106.8	103.4	100.4	57.9	53.6		
		total 1	281.8	155.9	123.6	132.0	122.6	122.7	121.4	123.7	397.2	375.9	353.9	323.2	167.3	164.7		
		total 2	264.6	138.7	113.9	128.5	117.1	121.7	116.2	110.7	384.2	366.4	344.4	311.4	155.3	155.7		
Coulis		Eau	279	280	281	255	269	274	272	290	272	267	275	292	325	306		
		Air	%	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	
		Ernzen	609	604	676	632	650	612	649	660	1060	1066	1062	1035	607	1005		
		Correcteur	627	627	690	653	673	634	664	682	193	197	182	178	586	171		
		% vol	50	50	50	50	50	50	50	50	15	15	14	14	48	14		
		Ciment	477	479	403	577	488	564	492	403	474	478	475	462	478	454		
		FC	76.7	48.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	47.3	47.5	47.8	46.5	0.0	45.7		
		FS	0.0	23.9	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	14.2	14.3	14.3	14.0	0.0	22.7		
		Pigment	1.0	1.0	0.9	1.3	1.1	1.2	1.1	0.9	1.0	1.1	1.0	1.0	1.1	1.0		
Adjuvant	1.4	1.4	2.0	2.9	2.4	2.8	2.5	2.0	1.4	1.9	1.85	1.80	0.00	1.77				
Désaéré		Eau	297	298	298	271	287	292	289	309	290	284	292	311	346	325		
		Air	%	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
		Ernzen	648	643	719	673	692	651	690	702	1128	1134	1130	1102	645	1069		
		Correcteur	668	667	734	695	716	674	706	725	206	210	194	189	623	182		
		%	50	50	50	50	50	50	50	50	15	15	14	14	48	14		
		Ciment	507	510	429	613	519	600	524	428	504	508	506	492	508	483		
		FC	81.6	51.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	50.4	50.5	50.9	49.5	0.0	48.6		
		FS	0.0	25.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	15.1	15.2	15.3	14.9	0.0	24.1		
		Pigment	1.1	1.1	0.9	1.3	1.1	1.3	1.2	0.9	1.1	1.1	1.1	1.1	1.2	1.1		
Adjuvant	1.5	1.5	2.1	3.1	2.6	3.0	2.6	2.1	1.5	2.0	2.0	1.9	0.0	1.9				
Essoré		Eau	251	211	239	251	253	286	258	227	266	266	273	284	295	286		
		Air	%	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0		
		Ernzen	690	723	780	691	724	656	721	784	1166	1163	1161	1143	695	1130		
		Correcteur	711	750	797	714	749	680	738	811	213	215	199	196	671	193		
		%	50	50	50	50	50	50	50	50	15	15	14	14	48	14		
		Ciment	540	573	465	630	543	605	547	479	521	521	520	511	547	511		
		FC	86.9	57.7	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	52.1	51.9	52.3	51.4	0.0	51.4		
		FS	0.0	28.6	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	15.6	15.6	15.7	15.4	0.0	25.5		
		Pigment	1.2	1.2	1.0	1.4	1.2	1.3	1.2	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.3	1.1		
		Adjuvant	1.6	1.6	2.3	3.1	2.7	3.0	2.7	2.4	1.6	2.0	2.0	2.0	0.0	2.0		
		e/c	0.46	0.37	0.51	0.40	0.47	0.47	0.47	0.47	0.51	0.51	0.52	0.56	0.54	0.56		

		N°	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53
		Caractéristiques de la formule	CEM II 42,5 CBR, Er/Co=85/15, 10% Fa, 5% FS, OFT3										
			CEM I 42,5 CBR, Er/Co=85/15,										
			CEM I 42,5 CBR, Er/Co=85/15, of3 fibrée										
			CEM I 42,5 CBR, Er/Co=85/15, anti-retrait										
			CEM I 42,5 CBR, Er/Co=85/15, of3 témoin										
			CEM I 42,5 CBR, Er/Co=85/15, anti-retrait										
			CEM I 42,5 CBR, Er/Co=85/15, of3 témoin										
			CEM I 52,5 DYCKERHOFF, Er/Co=85/15,										
			CEM I 42,5 CBR, Er/Co=85/15, entraîneur d'air chryso										
			CEM I 42,5 CBR, Er/Co=85/15, optima 100										
			CEM I 42,5 CBR, Er/Co=85/15, ons 1000										
Propriété des matériaux	Ciment	ρ	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10
		% CEM	81	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	FC	ρ	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70
		FS	ρ	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25
	Ernzen	ρ	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55
		w	0.00	0.06	0.10	0.07	0.07	0.05	0.13	0.07	0.07	0.07	0.07
	Correcteur	ρ	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63
		w	0.07	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
	Pigment	ρ	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10	4.10
		ρ	1.19	1.19	1.19	1.00	1.19	1.00	1.19	1.19	1.19	1.00	1.06
Adjuvant	w	1.43	1.43	1.43	0.00	1.43	0.00	1.43	1.43	1.43	27.33	2.33	
												1.56	
Dans malaxeur (kg)	Ciment		79.5	175	174	130	130	130	133	126	76	130	
	Ernzen		174	442	404	279	302	272	303	289	174	298	
	Correcteur		32	75	70	49	53	49	60	50	30	52	
	FC/Fsil		8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
	FS		2.4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
	Pigment		0.175	0.29	0.38	0.21	0.21	0.14	0.14	0.13	0.08	0.16	
	Adjuvant	hum	1.6	0.66	1.25	2.59	1.26	2.59	1.26	1.26	1.13	1.30	
	Eau fabrication		42	106.3	84.0	71.4	61.7	67.2	45.8	61.6	38.4	57.2	
	Eau essorée		6.7	24.6	19	23	14.8	25.2	20.5	13	14.65	14.35	
													11
Intermédiaire (sec)	solide		109.9	248.5	226.7	165.1	173.1	164.5	171.4	166.0	99.5	170.8	
	eau		44.9	132.4	123.0	89.9	82.5	81.1	81.6	81.5	51.0	77.8	
	total 1		154.8	381.0	349.7	255.0	255.6	245.6	253.0	247.4	150.4	248.6	
	total 2		148.1	356.4	330.7	232.0	240.8	220.4	232.5	234.4	135.8	234.3	
Coulis	Eau		273	327	331	331	303	310	303	309	237	294	
	Air	%	6	6	6	6	6	6	6	6	30	6	
	Ernzen		1056	1029	984	961	1039	990	997	1026	755	1052	
	Correcteur		182	183	187	178	193	188	223	189	139	194	
		% vol	14	15	16	15.3	15.3	15.5	17.8	15.2	15.1	15.2	
	Ciment		483	432	468	478	477	496	493	479	352	490	
	FC		48.6	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	FS		14.6	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	Pigment		1.1	0.7	1.0	0.8	0.8	0.5	0.5	0.5	0.4	0.6	
	Adjuvant		4.00	0.67	1.38	9.56	1.91	9.92	1.93	1.97	0.19	1.47	
Désaéré	Eau		290	348	352	352	323	330	323	329	271	313	
	Air	%	0	0	0	0	0	0	0	0	20	0	
	Ernzen		1124	1095	1047	1023	1106	1053	1061	1092	863	1119	
	Correcteur		194	195	199	190	206	199	238	201	159	207	
		%	14	15	16	15	15	15.5	17.8	15.2	15.1	15.2	
	Ciment		513	459	498	508	507	528	524	509	402	521	
	FC		51.7	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	FS		15.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	Pigment		1.1	0.8	1.1	0.8	0.8	0.5	0.5	0.5	0.4	0.7	
	Adjuvant		4.3	0.7	1.5	10.2	2.0	10.6	2.0	2.1	0.2	1.6	
Essoré	Eau		258	303	314	288	281	254	263	292	208	271	
	Air	%	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	22.2	0.0	
	Ernzen		1175	1170	1107	1124	1174	1174	1154	1152	931	1187	
	Correcteur		203	208	211	209	218	222	259	212	171	219	
		%	14	15	16	15	15	15.5	17.8	15.2	15.1	15.2	
	Ciment		537	491	526	559	538	588	570	537	433	553	
	FC		54.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	FS		16.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	
	Pigment		1.2	0.8	1.1	0.9	0.9	0.6	0.6	0.6	0.4	0.7	
	Adjuvant		4.4	0.8	1.6	11.2	2.2	11.8	2.2	2.2	0.2	1.7	
e/c		0.48	0.62	0.60	0.52	0.52	0.43	0.46	0.54	0.48	0.49		

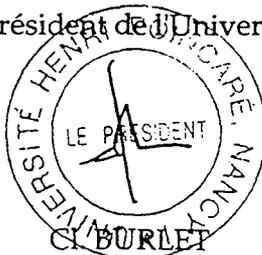
Madame VULCANO - GREULLET Nelly

DOCTORAT de l'UNIVERSITE HENRI POINCARÉ, NANCY-I
en CHIMIE APPLIQUEE AU GENIE CIVIL

VU, APPROUVÉ ET PERMIS D'IMPRIMER

Nancy, le 10 DEC. 2001 n° 610

Le Président de l'Université



RESUME / SUMMARY

Le travail présenté concerne la mise au point d'un nouveau procédé de fabrication de pierres reconstituées de grande taille et de grande épaisseur à partir d'un appareillage modeste accessible à une PME. Il est appliqué au Grès d'Ernzen largement utilisé au Luxembourg. Il comporte deux étapes principales, à savoir le désaéragé sous vide du mélange à l'état frais contenant un excès d'eau pour l'évacuation des bulles d'air inesthétiques, et l'essorage par dépression de cette eau excédentaire. La mise au point technique du procédé prend une part importante de l'étude. Ses différentes étapes sont reliées à des spécifications concernant les mélanges pour l'obtention d'un produit fini de qualité. On a réalisé des mesures de rhéologie pour évaluer les caractéristiques des mélanges à l'état frais qui permettent un désaéragé optimal et rapide. La formulation des mélanges, dont est largement tributaire la qualité du produit fini, est effectuée par l'utilisation des récents modèles de formulation (MEC) et d'étude des bétons développés par le LCPC, en se basant notamment sur un indice de serrage propre à chaque étape. Les mesures de retrait total, source potentielle de l'apparition de fissures, révèlent que ces produits présentent un retrait non négligeable qui, toutefois, peut être réduit par l'utilisation d'un adjuvant anti-retrait ou de fibres synthétiques. La confrontation des résultats aux prévisions du modèle permet de valider celui-ci au cas des mélanges hydrauliques fins. Enfin, par porosimétrie mercure, on constate que le produit présente une porosité encore plus fine que celle de pierres reconstituées fabriquées avec les mêmes matériaux selon un procédé courant par compression. Cette microporosité gêne la circulation de l'eau en cas de gel, et peut favoriser les dégradations constatées en présence de sels de déverglaçage (NaCl) : les ions Cl⁻ se combinant aux hydrates du ciment pour former des chloroaluminates. Ces dégradations sont quasi inexistantes par l'utilisation d'un agent entraîneur d'air.

Mots clés : grès d'Ernzen – liant hydraulique – pierre reconstituée – béton – procédé – désaéragé – essorage – formulation – indice de serrage – retrait – porosimétrie mercure – résistance au gel – chloroaluminate.

The present document deals with the development of a new process for the fabrication of large and thick artificial stones. This process requires affordable equipment so that small companies can use it. It is applied to Ernzen sandstone which is frequently used in Luxembourg. This process consists of two principal steps. During the first step, the mortar is submitted to a depression to expulse air bubbles, and during the second step, the excess of water is drained following-like the vacuum dewatered method. A large part of this study deals with the technical aspects. Each step has to follow specifications to ensure the quality of the product. Rheology measurements were carried out to estimate fresh mortar characteristics. The batching is realised with a formulation model developed by LCPC's French engineers and based on packing density. Deformability measurements revealed that the product develops a shrinkage which can be reduced by the use of adequate admixture or synthetic fibers. After comparison, the used model has been validate in the case of fine hydraulic mixtures.

The use of porosity Hg method revealed that the product has a finer porosity than artificial stones using compression methods. This microporosity hampers the water circulation when it is freezing, and so allow damage caused by salt deicer (NaCl). Chloride reacts with cement hydrates to form new components (chloroaluminate). These damage are non-existent when air entrainment admixture is used.

KEY WORDS : Sandstone – cement – artificials stones – concrete – process – depression – dewatering – proportionning – packing density – shrinkage – porosity Hg method – frost resistance - chloroaluminate