



**HAL**  
open science

**Transformations minéralogiques et texturales de  
matériaux rocheux, mortiers et bétons d'ouvrages variés.  
Approche de la cinétique des mécanismes et  
identification des facteurs responsables**

Bernard Quénée

► **To cite this version:**

Bernard Quénée. Transformations minéralogiques et texturales de matériaux rocheux, mortiers et bétons d'ouvrages variés. Approche de la cinétique des mécanismes et identification des facteurs responsables. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 1990. Français. NNT : 1990NAN10490 . tel-01754374

**HAL Id: tel-01754374**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01754374>**

Submitted on 30 Mar 2018

**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](mailto: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.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

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

UNIVERSITE DE NANCY I  
LABORATOIRE DE GEOLOGIE DES ENSEMBLES SEDIMENTAIRES  
EQUIPE DE GEOLOGIE APPLIQUEE

## THESE

Présentée le 30 Novembre 1990 à

l'Université de Nancy I

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE NANCY I**

(Géosciences et Matériaux)

par

*Bernard QUENEE*



**TRANSFORMATIONS MINERALOGIQUES ET TEXTURALES  
DE MATERIAUX ROCHEUX, MORTIERS ET BETONS D'OUVRAGES VARIES**  
Approche de la cinétique des mécanismes et identification des facteurs responsables

### JURY

<b>Président</b>	<b>B.Haguenaer</b>	<b>Professeur, Directeur de thèse, Université de NANCY I</b>
<b>Rapporteurs</b>	<b>J.Bébian</b>	<b>Professeur, Université de PARIS XI (ORSAY)</b>
	<b>J.Clermonté</b>	<b>Professeur, Université de NANCY I</b>
<b>Examineurs</b>	<b>M.Campy</b>	<b>Professeur, Université de DIJON</b>
	<b>P.Delétie</b>	<b>Ingénieur, EDF, Direction de l'Equipement, TEGG</b>
	<b>M.Hug</b>	<b>Ancien Directeur de l'Equipement d'EDF</b>
	<b>J.Kérisel</b>	<b>Professeur honoraire, ENPC</b>



**TABLE DES MATIERES**

AVANT-PROPOS .....	5
<b>INTRODUCTION</b> .....	9
<b>CHAPITRE I : CHOIX DE LA DEMARCHE ET DE L'ECHANTILLONNAGE</b> ...	11
<b>A] CHOIX DE LA DEMARCHE</b> .....	11
1.- LA DEMARCHE NATURALISTE .....	13
1.1.- Méthodologie .....	13
1.2.- Les méthodes employées : avantages et inconvénients .....	14
1.3.- Notion d'échelle d'observation .....	15
2.- MISE EN APPLICATION .....	16
2.1.- L'expérimentation naturelle .....	16
2.2.- Le parallèle avec la sédimentologie .....	16
<b>B] CHOIX DE L'ECHANTILLONNAGE</b> .....	17
1.- UTILISATION DES MONUMENTS HISTORIQUES ET OUVRAGES DE GENIE-CIVIL .....	17
1.1.- Avantages de cette démarche .....	17
1.2.- Les ouvrages échantillonnés .....	18
2.- LES MATERIAUX ETUDIES .....	18
2.1.- Les matériaux naturels .....	18
2.2.- Les matériaux artificiels .....	18
<b>CHAPITRE II : ETUDE DE DIFFERENTS CAS D'EVOLUTIONS DE MATERIAUX</b> .....	19
<b>A] LA DEGRADATION DES PAROIS BETONNEES DE LA GALERIE DU BOURGET (SAVOIE)</b> .....	20
1.- DESCRIPTION DE L'OUVRAGE .....	20
2.- NATURE DES DEGRADATIONS .....	21
3.- RECHERCHE DE L'ORIGINE DES DEGATS .....	22
3.1.- La molasse .....	23
3.1.1.- Description du faciès .....	23
3.1.2.- Principales altérations .....	25
3.1.3.- L'altération des pyrites .....	27
a) Mécanismes de leur oxydation .....	27
b) Observations microscopiques et analyse de leur oxydation .....	29
c) Forces de poussée exercées par leur gonflement .....	37
3.2.- Le béton .....	37
3.2.1.- Description .....	37
3.2.2.- Principales altérations .....	38
a) L'amorce d'une réaction alcali-granulats .....	39
b) L'ettringite .....	43
3.3.- Recherche d'une liaison entre l'altération du béton et de la molasse .....	45
4.- CONCLUSION .....	47
<b>B] LE GONFLEMENT DU BARRAGE DU CHAMBON (ISERE)</b> .....	48
1.- DESCRIPTION DE L'OUVRAGE .....	49
2.- NATURE ET HISTORIQUE DES DEGRADATIONS .....	50
3.- RECHERCHE DE L'ORIGINE DES DEGATS .....	50
3.1.- Revue des travaux antérieurs .....	51

3.1.1.- Synthèse des rapports .....	51
3.1.2.- Analyse critique .....	52
3.2.- Etude pétrographique d'une carotte de béton altéré .....	53
3.2.1.- Description .....	53
a) Les granulats .....	54
b) Le liant .....	56
3.2.2.- Analyse de l'altération .....	61
4.- CONCLUSION .....	63
<b>C] ANALYSE PETROGRAPHIQUE DES EVOLUTIONS DE MATERIAUX ISSUS DE DIFFERENTS MONUMENTS PERI-MEDITERRANEENS .....</b>	<b>65</b>
1.- ORIGINES DE CE CHOIX .....	65
2.- PETROGRAPHIE DES MATERIAUX ETUDIES .....	66
2.1.- La Pyramide de Khéops .....	66
2.1.1.- Les calcaires .....	66
2.1.2.- Les mortiers .....	68
2.2.- Comparaison avec d'autres monuments .....	70
2.2.1.- Les mortiers .....	71
a) Les mortiers au plâtre .....	71
b) Les mortiers à la chaux .....	71
2.2.2.- Les calcaires .....	72
2.2.3.- Les grès .....	73
2.2.4.- Les granites .....	76
2.2.5.- Le marbre .....	76
3.- LES ALTERATIONS .....	77
3.1.- Les néoformations argileuses .....	78
3.1.1.- Les argiles fibreuses .....	78
a) Observations .....	78
b) Occurrences de ces argiles .....	79
c) Datation de ces néoformations .....	80
d) Conséquences sur les matériaux .....	80
3.1.2.- Les kaolinites et les smectites .....	81
a) La kaolinite .....	81
b) L'association kaolinite-smectites ...	82
3.2.- Les néoformations salines .....	83
3.2.1.- Les cristallisations de sels .....	83
a) Origine des sels .....	83
b) Mécanismes de la cristallisation saline .....	84
c) Conséquences de ces néoformations ...	85
3.2.2.- Observations .....	86
a) Les cristallisations de chlorure de sodium .....	86
b) Les néoformations de gypse .....	88
b1) Observations microscopiques .....	88
b2) Recherche des causes .....	92
b3) Conséquences sur les mortiers ...	93
b4) Conclusion .....	95
c) La précipitation de saumures .....	95
d) L'oxydation de sulfures de fer .....	96
3.3.- La dissolution des marbres et calcaires .....	97
3.3.1.- Les marbres .....	97

3.3.2.- Les calcaires de la Pyramide de Khéops .....	97
3.3.3.- Les néoformations d'aragonite .....	98
a) Observations .....	98
a1) Morphologie microscopique .....	98
a2) Chronologie relative .....	100
a3) Analyse chimique .....	102
b) Recherche des causes .....	103
b1) Propriétés et occurrences de l'aragonite .....	103
b2) Recherche des facteurs responsables .....	105
c) Analyse de cette transformation .....	106
c1) Rôle de la pression partielle en CO <sub>2</sub> .....	106
c2) Influence des ions en présence ..	108
c3) Rôle des micro-organismes .....	108
c4) Rôle de l'eau .....	108
d) Implications sur la pérennité de ces matériaux .....	109
e) Conclusion .....	109
3.3.4.- Le site n°12 .....	110
a) Observations .....	111
* Les marques de dissolution .....	111
* Les sphéroïdes .....	113
b) Relations entre ces observations .....	115
3.4.- Les micro-fissurations de minéraux .....	116
3.4.1.- Les matériaux .....	116
a) Les grès .....	116
b) Les granites .....	117
3.4.2.- Analyse de cette fissuration .....	118
4.- CONCLUSION .....	120
<b>D] ANALYSE PETROGRAPHIQUE DES EVOLUTIONS DE MATERIAUX ISSUS DE DIFFERENTS MONUMENTS FRANCAIS .....</b>	<b>121</b>
1.- LES CHATEAUX DE L'EST DE LA FRANCE .....	121
1.1.- Description des matériaux et de leurs altérations .....	121
1.1.1.- Les grès .....	121
a) Description .....	121
b) Altérations .....	122
c) Analyse de ces altérations .....	124
1.1.2.- Les granites .....	125
1.1.3.- Les mortiers .....	127
1.2.- Conclusion .....	128
2.- L'ARC DE TRIOMPHE DE PARIS .....	129
2.1.- Présentation .....	129
2.2.- Description des altérations .....	129
2.2.1.- Le calcaire .....	129
2.2.2.- Les mortiers .....	130
2.3.- Analyse de l'altération des mortiers .....	133
2.4.- Conclusion .....	134
3.- LA PIERRE DE CAEN .....	134

3.1.- Description du faciès .....	134
3.2.- Analyse de l'effritement des calcaires .....	138
4.- CONCLUSION .....	138
<b>CHAPITRE III : LES MODALITES DU VIEILLISSEMENT .....</b>	<b>141</b>
<b>A] PROPRIETES ET COMPORTEMENT DES PRINCIPAUX MINERAUX ET MATERIAUX</b>	
<b>LORS DE LA MISE EN OEUVRE .....</b>	<b>141</b>
1.- LA CALCITE ET LES CALCAIRES .....	141
2.- LE QUARTZ ET LA SILICE .....	143
3.- LES FELDSPATHS .....	144
4.- LES MINERAUX ARGILEUX .....	145
5.- LES SELS .....	146
5.1.- Le chlorure de sodium .....	147
5.2.- Les sulfates de calcium .....	148
6.- LES PYRITES .....	149
<b>B] LES FACTEURS RESPONSABLES DE L'ALTERATION .....</b>	<b>150</b>
1.- RECENSEMENT DES DIFFERENTS FACTEURS .....	150
1.1.- Les facteurs d'altération liés à la mise en oeuvre .....	150
1.1.1.- L'action de l'eau .....	151
1.1.2.- L'aération .....	151
1.1.3.- La température .....	152
1.1.4.- Le pH .....	153
1.1.5.- Les combinaisons de minéraux .....	153
1.1.6.- La charge géomécanique .....	154
1.1.7.- Les micro-organismes .....	154
1.2.- Les facteurs d'altération intrinsèques aux matériaux .....	155
1.2.1.- La structure des matériaux .....	155
1.2.2.- Composition minéralogique .....	157
2.- RECHERCHE DES ASSOCIATIONS DE FACTEURS RESPONSABLES ..	157
2.1.- Approche envisagée .....	157
2.2.- Constitution d'une banque de données .....	158
2.3.- Consultation de la banque de données .....	158
2.3.1.- Sélection des caractères .....	158
2.3.2.- Traitement par analyse factorielle des	
correspondances des combinaisons de caractères .....	160
a) Combinaison du degré d'altération avec	
l'environnement et l'âge de mise en oeuvre .....	161
b) Combinaison du degré d'altération avec	
l'exposition .....	163
c) Combinaison du degré d'altération avec	
l'âge de mise en oeuvre .....	165
d) Combinaison du degré d'altération avec la	
porosité .....	166
e) Combinaison de la porosité avec l'humidité	
.....	168
f) Combinaison du degré d'altération avec les	
types de matériaux .....	169
2.4.- Conclusion .....	170
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>173</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>177</b>
<b>ANNEXES</b>	



## AVANT-PROPOS

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été entrepris à l'initiative conjointe de Monsieur Pierre Delétie, Ingénieur géologue à Electricité de France (Direction de l'Equipement) et de Monsieur Bernard Haguenauer, Professeur à l'Université de Nancy I. Le thème de cette recherche concrétise leur collaboration, souvent motivée par des problèmes de vieillissement de matériaux identifiés par Electricité de France à travers le monde, dans différents ouvrages de génie-civil mais aussi par le biais d'une action de mécénat technologique, dans divers sites archéologiques.



Arrivant au terme de ce travail, il m'importe de remercier les différentes personnes ou amis qui ont facilité sa réalisation, tant matérielle qu'intellectuelle.

En premier lieu, je veux exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur le Professeur Bernard Haguenaer, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire, pour sa confiance constante mais surtout, au-delà d'une sympathie toujours réconfortante et d'un support matériel efficace, pour son approche à la fois naturaliste et appliquée de la géologie qu'il m'a prodigué, m'ouvrant ainsi de nouvelles perspectives.

Ma profonde reconnaissance va aussi à Monsieur Pierre Delétie, Ingénieur géologue à EDF, pour la confiance qu'il a bien voulu m'accorder en me proposant cette étude qui lui tenait à coeur : son immense expérience, mais aussi ses critiques avisées m'ont servi de garde-fou; j'espère seulement que ce travail puisse répondre à ses questions.

Je tiens également à remercier très sincèrement Monsieur Jean Bébien, Professeur à l'Université de Paris-Sud, qui a manifesté depuis le début de ma thèse un vif intérêt et est toujours resté à mon écoute; il a aujourd'hui la lourde tâche d'être rapporteur, ce dont je suis chanceux et honoré, en raison de la grande clairvoyance de ses critiques, toujours justifiées et constructives.

Mes remerciements vont aussi à Monsieur Jacques Clermonté, Professeur à l'Université de Nancy I, pour son accueil dans le G.E.S. mais aussi pour l'intérêt porté à ce travail, dont il est aussi rapporteur.

Je ne peux que remercier encore Monsieur Michel Campy, Professeur à l'Université de Dijon, qui m'avait déjà mis sur la voie de la géologie appliquée à l'occasion de mon DEA mais aussi communiqué l'essence de l'esprit naturaliste; malgré mon départ à Nancy, ses précieux conseils m'ont aidé à entreprendre cette thèse, qu'il me fait aujourd'hui l'honneur d'examiner.

Mes remerciements les plus vifs vont également à Monsieur le Professeur Jean Kérisel, qui me fait le très grand honneur d'examiner ce travail et de partager ainsi son immense érudition.

C'est également la raison pour laquelle je ne peux que me réjouir d'avoir ce mémoire jugé par Monsieur Michel Hug, ancien Directeur de l'Équipement d'EDF puis des Charbonnages de France, que je tiens à remercier très sincèrement pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail depuis le commencement.

Ma profonde reconnaissance va aussi à Monsieur Jean-Pierre Prost, Maître de conférences à l'IUT Génie-Civil de Nancy, chef de l'Equipe de Géologie Appliquée, qui s'est comporté comme le meilleur des "pontes", drainant mon amitié et mon admiration par son dévouement mais aussi par la grande qualité de ses conseils.

Je tiens à remercier Messieurs Michel Martin et Jacques Montluçon d'Electricité de France, pour leur confiance et leur participation à cette étude.

Je tiens à remercier également Monsieur Georges Truc, Professeur à l'Université Claude Bernard à Lyon, pour les intéressantes réponses à mes questions et Monsieur Paul Vandangeon, Ingénieur à SIMECSOL, pour ses échantillons de l'Arc de Triomphe.

Je remercie et félicite Monsieur Hubert Galus, technicien, pour son savoir faire sans égal dans la réalisation de lames minces "difficiles", Monsieur Alain Kohler pour sa compétence et la qualité de ses photos au MEB, Monsieur Gilbert Even, Maître de conférences au G.E.S. remarquablement assisté de Mademoiselle Götz, pour ses analyses diffractométriques et nos discussions souvent enrichissantes, Madame Marchal, pour son amical et efficace dévouement en toutes circonstances tout comme Madame Retournard.

Je tiens aussi à remercier tout particulièrement mes amis et collègues de travail, en particulier Philippe Toffolini, pour nos discussions et ses intéressants conseils sur un sujet qui lui était encore étranger, Pascal Aigle pour son efficace dévouement tout comme André Lecomte, dont l'aide a très souvent débordé de la thèse, Anne Robinet (nouvellement Thomas) pour sa très sympathique présence et collaboration, François Desnouveaux pour son amitié souvent conseillère, Yves Michaud pour sa rapidité en toutes circonstances (traductions anglaises...) ainsi que Jacky Defez et André Boudon qui m'ont fait regretter de ne pas être arrivé plus tôt à l'IUT.

Le dernier remerciement, certainement le plus fort, va à mes parents et grands-parents, qui sont sans aucun doute les plus méritants de ce travail que je leur dédie bien volontiers.

Enfin, à Stéphanne, que j'adore plus que tout, merci de m'avoir donné une si belle raison de vivre.

## INTRODUCTION

"Pour qu'une chose soit intéressante, il suffit de la regarder longtemps"  
(Flaubert)

Le vieillissement des matériaux de construction est un souci posé aux bâtisseurs depuis l'antiquité, qui avaient beaucoup de temps mais peu de moyens techniques : leurs ouvrages étaient souvent surdimensionnés pour pallier d'éventuelles faiblesses des matériaux. Aujourd'hui, les contraintes de temps combinées avec l'évolution des techniques ont fait que la pierre de taille (jadis ressource locale) a été délaissée au profit du béton, matériau "ubiquiste". Les bâtisseurs actuels, qui ont peu de temps mais beaucoup de moyens, l'utilisent de façon quasi-universelle dans la construction; cependant, la dimension des ouvrages maintenant optimisée provoque l'apparition plus rapide de dégâts si d'éventuelles faiblesses des matériaux se révèlent.

Par ailleurs, le béton est un matériau encore jeune, dont l'évolution à long terme est inconnue et dépend pour partie de ses constituants granulaires. En effet, si la composition d'un ciment est sensiblement constante, il n'en est pas de même de la phase granulaire ajoutée : il existe pratiquement autant de bétons que de types de roches, les granulats employés représentant généralement la ressource locale en matériaux, prioritairement exploitée en raison des coûts exorbitants du transport.

Face à des constats récents de vieillissement prématuré d'un certain nombre d'ouvrages d'art, la naissance d'un doute s'est installée vis-à-vis de la pérennité des édifices de génie-civil, lié à leur sécurité d'utilisation immédiate mais aussi à propos de la notion d'héritage à laisser aux générations futures (problème d'éthique).

Ainsi, les congrès relatifs à ce sujet se multiplient, la pollution atmosphérique grandissante aggravant de surcroît les dégradations de monuments urbains.

Par ailleurs, il s'avère que parmi les matériaux de construction traditionnels (pierres de taille), certains vieillissent très bien quand d'autres voisins sont totalement dégradés : la classique "maladie de la pierre" ne suffit pas pour expliquer toutes les altérations observées.

Face à ce problème, un partenariat Industrie - Université s'est mis en place, dans lequel EDF pose un problème concret pour eux, qui est celui de la durabilité des matériaux de construction utilisés dans leurs ouvrages et autres galeries, l'Université apportant son savoir faire et ses moyens techniques pour tenter d'y répondre : c'est la tâche à laquelle je me suis attelé, un des aspects importants de ce travail étant d'établir le lien entre les constats d'évolution de matériaux rapportés par les professionnels et les observations purement pétrographiques.

Les objectifs de cette étude sont multiples : en premier lieu, recenser le plus grand nombre d'évolutions minéralogiques, dans tous les matériaux "pierreux" de construction (roches, bétons, mortiers...), issus d'édifices archéologiques, de monuments historiques mais aussi d'ouvrages de génie-civil récents, en variant les environnements et les âges de mise en oeuvre; après une analyse pétrographique complète de l'altération de ces matériaux, les modalités de l'altération sont étudiées, en identifiant les facteurs responsables, isolement mais aussi combinés entre eux, en s'appuyant sur les multiples exemples recensés dans une "banque de données" pétrographique. La finalité enfin serait de prévoir l'évolution future d'un matériau "nouvellement mis en oeuvre"...

Le plan adopté dans ce travail comporte 3 grands chapitres :

I] Choix de la démarche et de l'échantillonnage;

II] Etude de différents cas d'évolutions de matériaux;

III] Modalités du vieillissement : propriétés des principaux minéraux et matériaux lors de la mise en oeuvre et recherche des facteurs de l'altération.

Il ne s'agit donc pas d'un nouveau travail sur les maladies "épidermiques" ou altérations superficielles affectant la plupart des monuments urbains mais d'une étude plus profonde, plus synthétique, prenant en compte la combinaison des principaux facteurs de d'altération que sont la pétrographie (composition et structure), l'environnement du matériau et l'âge de mise en oeuvre.



## CHAPITRE I : CHOIX DE LA DEMARCHE ET DE L'ECHANTILLONNAGE

### A) CHOIX DE LA DEMARCHE

La définition de l'altération tirée des dictionnaires de français (Larousse, Littré...) est "un changement dans l'état d'une chose", un "changement défavorable" ou "de bien en mal"; le dictionnaire de géologie (Foucault et Raoult, 1980) fait état d'une "modification des propriétés physico-chimiques des minéraux, et donc des roches...", dont l'effet est généralement "de rendre les roches moins cohérentes, ce qui facilite leur désagrégation".

La notion d'altération est donc restrictive en ce sens qu'elle ne prend en compte que les changements défavorables; pourtant, il existe des cas d'altération de roches où le résultat peut être considéré comme positif, compte-tenu de l'effet recherché (formation de bauxites, de kaolinites par exemple). Il est donc important, avant d'appliquer cette définition, de se référer à l'utilisation future du matériau... Ainsi, le temps peut, selon les points de vue, avoir exercé une action bonifiante comme néfaste sur une même roche altérée.

C'est la raison pour laquelle il est plus juste dans certains cas de parler d'évolution pour qualifier les transformations minéralogiques de matériaux, devenus simplement différents par rapport à leur état initial... la notion d'utilisation du matériau étant ensuite applicable pour distinguer une altération d'une amélioration. De même, l'étude de ces matériaux restés apparemment stables au fil des années (en rapport avec leur mise en oeuvre) permet d'établir de nouvelles observations, de constats d'évolutions pas forcément nuisibles en termes de pérennité.

Comme il a déjà été dit dans l'introduction générale, il ne s'agit donc pas d'un nouveau travail sur l'altération, ou, en ce qui concerne les matériaux mis en oeuvre, d'une étude des maladies "épidermiques" qui affectent les monuments des agglomérations, comme l'apparition des croûtes, des cupules de desquamation ou autres écaillages... directement en relation avec la pollution atmosphérique contemporaine. Les travaux sur ce sujet abondent et il n'est pas possible ici d'en dresser une liste exhaustive; pour mémoire, voici quelques références significatives : Bourcart et al., 1949 ; Moret, 1953 ; Kauffmann, 1960 ; Paquet, 1964 ; Iniguez Herrero, 1967 ; Mamillan, 1968 ; Pochon, 1968 ; Jaton, 1971 ; Javey, 1972 ; Efes et Luckat, 1977 ; Jeannette, 1981 ; Mamillan et Bouineau, 1982 ; ; Amoroso et Fassina, 1983 ; Winkler, 1973, 1982, 1987, 1988, etc. Par ailleurs, les colloques et congrès ayant trait aux détériorations des pierres de construction de monuments se multiplient : Bruxelles (1968), La Rochelle (1972), Athènes (1976, 1988), Paris (1978), Venise (1979), Thessalonique (1981), Bologne (1967, 1975, 1981), Arles (1982), Lausanne (1985)...



Ce nombre est très révélateur de l'actualité et de la gravité du phénomène, qui a pris ces dernières années une acuité nouvelle; en effet, la bienveillance croissante portée aux monuments de l'antiquité par les pouvoirs publics est liée en partie à leur intérêt historique et culturel, mais aussi à la ressource économique et touristique qu'ils représentent... L'épidémie croissante de dégradations affectant certains édifices a révélé leur vulnérabilité (toutes les cathédrales sont affectées par cette "maladie de la pierre"), tout en rappelant leur caractère irremplaçable dans le patrimoine. La place au coeur des débats scientifiques de l'altération des monuments est peut-être aussi la conséquence d'un phénomène de société, à rapprocher de la prise de conscience générale de la pollution grandissante, qui touche tous les milieux et dont les effets nuisibles se manifestent de façon de plus en plus marquée... Ainsi, comme dit Tintant (1983) : "Tout chercheur vit dans une époque qui l'imprègne...".

Par ailleurs, une autre préoccupation, très actuelle, concerne les dégradations apparaissant à l'intérieur d'ouvrages de génie-civil récents en béton (ponts, barrages...). La mise en évidence de réactions "alcalis-granulats" (abordée dans les chapitres II.A et II.B) remet en cause la pérennité du béton, matériau artificiel trop longtemps considéré comme inaltérable...

Ce travail se situe donc comme un inventaire d'évolutions de matériaux - et de minéraux - survenues au cours des temps, dans des conditions diverses d'environnement et de mise en oeuvre, mais soustraits en principe de la pollution urbaine et de ses formes d'altération associées.

Comme il a déjà été énoncé dans l'introduction, la prise en compte de l'âge des matériaux reste un impératif; en effet, le temps est souvent délaissé dans les études sur l'altération, face à l'âge géologique démesurément grand des matériaux naturels; seuls les résultats de son action sont généralement pris en compte, sa part étant quasiment impossible à évaluer au milieu des facteurs de l'altération.

De la même façon, dans les études qui portent sur la décomposition contemporaine des pierres en milieu urbain, la corrélation entre ces dégradations et la pollution citadine est si évidente que ce n'est plus l'âge de mise en oeuvre du matériau qui importe mais la durée de son exposition vis-à-vis de ces agressions...

Dans la mesure où il est admis que nos ancêtres avaient choisi et sélectionné les meilleurs matériaux présents à leur époque - à priori sains - pour leurs édifices, la dégradation actuelle est bien la preuve que le stade de la mise en oeuvre est le point de départ d'une nouvelle forme d'altération. Or cette action anthropique a une signature archéologique, qui constitue l'instant " $t_0$ " à partir duquel il va évoluer à la recherche d'un nouvel équilibre; cependant, l'environnement parfois totalement différent va souvent modifier les conditions d'altérations, propres à cette nouvelle situation.

La mise en oeuvre et l'âge associé sont donc des paramètres importants dans cette étude (bien distincts de l'âge géologique du matériau et de la durée de son altération contemporaine pelliculaire), afin d'appréhender la cinétique d'évolution des matériaux. L'âge élevé - mais connu - de certains matériaux étudiés ici permet de prendre en compte les transformations lentes, dont le temps permet le cumul et la manifestation.

## 1.- LA DEMARCHE NATURALISTE

La démarche adoptée dans cette étude est typiquement "naturaliste", à savoir prépondérance de l'observation, suivie seulement de l'analyse des phénomènes et non pas expérimentation en laboratoire, modélisations, souvent théoriques et difficiles ensuite à comparer avec la réalité.

### 1.1.- Méthodologie

La démarche mais aussi la méthode sont celles utilisées communément en géologie et pédologie, qui consiste, après le prélèvement des échantillons sur le terrain, à pratiquer une analyse pétrographique à toutes les échelles, du macroscopique au microscopique, couplé à d'autres méthodes d'analyses en appoint. Ainsi, l'*analyse stadiale* est mise en oeuvre : il s'agit de la datation relative des événements à l'intérieur d'une roche (fissuration, dissolution, néoformation...) par l'observation des intersections des éléments.

En particulier, l'accent a été mis sur l'utilisation du microscope polarisant (qui nécessite néanmoins de préparer les matériaux en lame-mince, une consolidation par de la résine époxy étant souvent nécessaire) pour étudier des matériaux artificiels (mortiers, béton, etc.), traditionnellement observés avec des moyens plus sophistiqués (MEB, etc.).

Le microscope électronique à balayage (MEB), couplé à une microsonde de Castaing (permettant des analyses ponctuelles semi-quantitatives) est fréquemment utilisé en complément pour compléter ou confirmer les observations du microscope optique. Le MEB mis en oeuvre à l'Université de Nancy I est de marque Cambridge, modèle Stereoscan 250. La microsonde associée (ou Spectromètre dispersif d'énergie) est une Princeton Gamma Tech, permettant des analyses semi-quantitatives des éléments plus lourds que le Na; la résolution spatiale est de quelques  $\mu\text{m}^3$ .

D'autres techniques viennent également en appoint :

- colorations sélectives (recherche de minéraux);
- diffraction des rayons X (identification des minéraux argileux ou de minéraux particuliers). Appareillage : goniomètres Siemens D 501 (dépouillement automatique) ou F;

- microsonde de Castaing (micro-analyses chimiques ponctuelles quantitatives). Appareillage : Camebax (Cameca);
- fluorescence X (analyses chimiques quantitatives sur roche totale).

Ainsi, le choix de la méthode d'analyse d'un matériau dépend de sa nature et du problème posé d'une manière générale (fig.1).

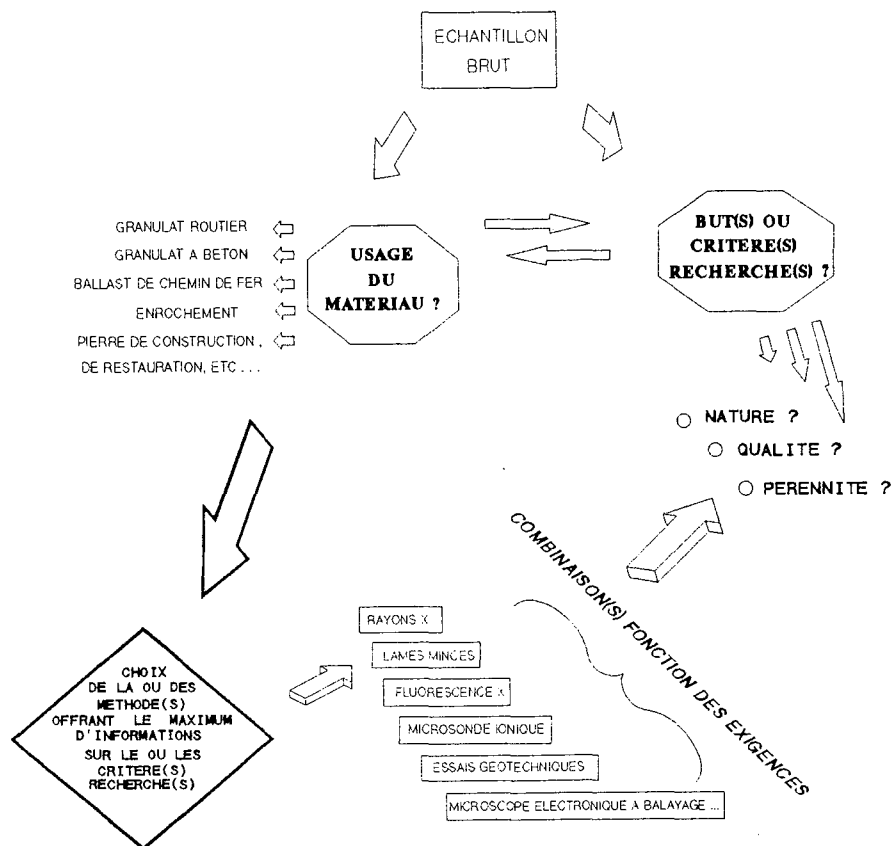


Fig.1.- Choix d'une méthode d'analyse dans le but d'estimer la valeur d'un matériau naturel ou artificiel destiné à être mis en oeuvre.

### 1.2.- Les méthodes employées : avantages et inconvénients

- Microscope optique : outil "de base" du pétrographe, il n'est pas exempt de critiques... Ainsi, la confection des lames-minces peut éliminer certains sels solubles par dissolution ou encore provoquer leur hydratation; de même, des micro-fissures peuvent être créées en bordure de lames-minces et ainsi difficiles à attribuer... (voir à ce sujet Farran, 1950).

Son utilisation peut être étendue à l'étude de matériaux autres que les roches : plâtres, mortiers, bétons, etc. Ainsi, de nombreux auteurs préconisent son emploi préalable pour l'étude des granulats et des bétons (Barisone, 1984 ; Le Roux et Cador, 1984 ; Le Roux, 1988 ; Gegout et Hornain, 1989 ; Jepsen et Christensen, 1989). Les inconvénients - pour l'étude des granulats - sont liés aux limites de détection d'une phase minérale très divisée à l'intérieur d'un granulat (silice par exemple)(Ranc et al., 1990);

- Microscope électronique à balayage : outre les immenses possibilités d'observation, souvent indispensables pour la compréhension ultime d'un phénomène - à condition d'être utilisé après le microscope optique - , le MEB apporte quelques avantages supplémentaires tels que la rétrodiffusion.

Il s'agit d'une technique d'analyse, dont le principe est de renseigner sur les variations de numéro atomique moyen des éléments dans un échantillon, par contraste de phase. Ce taux de rétrodiffusion est proportionnel au numéro atomique moyen des éléments constitutifs de l'objet à analyser et à la compacité de sa structure. Ainsi, une zone de couleur claire correspond à un objet dense (sulfures de fer par exemple) et inversement pour les objets légers. Un contrôle à la microsonde de Castaing de la composition chimique permet ensuite d'identifier l'espèce minéralogique ainsi mise en évidence. Les photos 7 et 8 (chapitre II.A.3.1.3.b) illustrent ainsi cette possibilité offerte par le MEB de détecter rapidement des pyrites (de forte densité : 4,99) à l'intérieur d'un échantillon rocheux.

Une de ses limites est qu'il ne permet pas l'observation de tous les hydrates du ciment en raison du faisceau d'électrons et du vide associé, ce qui peut également dans certains cas provoquer leur destruction en raison du vide et de la température (notamment dans le cas de la réaction alcali-granulats).

Enfin, la très petite plage observée (quelques mm<sup>2</sup>) limite considérablement la représentativité de l'échantillonnage par rapport à d'autres techniques d'observations;

- Microsonde de Castaing : la même limite d'utilisation apparaît lors de l'analyse d'hydrates du ciment (Autefage et Fontan, 1985) ainsi que de la très faible résolution spatiale de l'analyse (quelques μm<sup>3</sup>) imposant une reconnaissance exacte du corps étudié;

- Diffraction des rayons X : l'existence d'un seuil limite de détection lorsqu'une phase minérale est inférieure à quelques % nécessite l'emploi impératif d'autres méthodes de détection en parallèle, sous peine d'ignorer l'existence d'espèces minéralogiques capitales dans l'évolution d'un matériau (pyrites framboïdales par exemple)..

### 1.3.- Notion d'échelle d'observation

Les progrès de la technique combinés à la généralisation d'outils d'observation de plus en plus puissants et sophistiqués incitent certains chercheurs à utiliser directement ces outils et donc à observer directement à très fort grossissement, au risque de passer à côté d'observations élémentaires et de manquer ainsi l'essentiel ("l'arbre qui masque la forêt").

Par ailleurs, cette surenchère dans la puissance des moyens d'observation fait ressortir des signes de faiblesse intrinsèques aux matériaux (micro-fissures par exemple), jadis ignorées car impossibles à voir et par conséquent pas forcément aussi alarmants que l'on veuille

bien le croire; ceci impose de toujours relativiser l'importance d'un phénomène, mais surtout d'observer un matériau à tous les grossissements, sans "sauter" d'étapes et en gardant à l'esprit le grossissement utilisé (règle de base).

## 2.- MISE EN APPLICATION

### 2.1.- L'expérimentation naturelle

L'essence même de la démarche naturaliste est liée à son caractère fondamental et universel, selon lequel les faits restent (étant immuables à notre échelle) et sont indépendants de notre observation (ce sont les interprétations qui changent).

Ainsi, l'expérimentation sur le vieillissement des matériaux est encore trop récente pour pouvoir s'appuyer réellement dessus; quelques tentatives ont cependant été réalisées : Mamillan (1985), CNRS de Caen... Par ailleurs, les essais géotechniques classiques, véritables protocoles de mesures normalisés, n'ont pas été conçus pour ce problème de vieillissement et ne donnent donc pas de réponse satisfaisante car trop instantanée : pour un matériau bien précis dans une situation donnée, ils ne prennent ainsi jamais en compte la variabilité naturelle des matériaux. Plusieurs exemples montreront des limites d'utilisation des normes et des essais dans le temps...

La meilleure solution reste donc l'observation de tout ce qui a déjà subi l'épreuve du "temps qui passe" et du "temps qu'il fait", en particulier de ce que la nature nous offre et de ce que l'homme nous a laissé comme constructions.

Cela consiste donc à utiliser "ce que la nature a expérimenté pour nous", en étudiant des matériaux de construction de différentes époques dans des contextes climatiques variés.

### 2.2.- Le parallèle avec la sédimentologie

La sédimentologie dans les Sciences de la Terre a pour objet la recherche de l'environnement et des conditions de dépôt d'une roche sédimentaire, afin de reconstituer la paléogéographie de l'époque de sédimentation à partir d'un état actuel connu (par l'analyse des constituants); cette démarche est équivalente à un travail d'historien, qui remonte le cours de l'histoire à partir d'indices. La méthode adoptée dans ce travail est donc inverse, puisque le but est d'arriver à prévoir l'évolution future d'un matériau en partant d'un état actuel connu (constituants et milieu). Ainsi, en sédimentologie, la démarche actualiste impose la recherche d'indicateurs fiables (à l'intérieur d'une roche sédimentaire) pour reconstituer le paléomilieu (température, profondeur, salinité, énergie...); ici, un des buts sera la recherche d'indicateurs ou de marqueurs significatifs d'une évolution (minéraux gonflants, porosité "critique", environnement agressif...), afin de caractériser des paragenèses minéralogiques synonymes d'évolution.

## **B] CHOIX DE L'ECHANTILLONNAGE**

De nombreuses questions viennent à l'esprit :

- quels sont les matériaux les plus employés ?
- quels sont les matériaux les plus résistants ?
- résistent-ils tous de façon identique à l'altération ?
- une roche magmatique est-elle plus résistante qu'une roche sédimentaire ?
- y a-t-il une fatigue, une usure du matériau une fois celui-ci mis en oeuvre ?
- l'âge de formation du matériau intervient-il sur sa pérennité dans l'ouvrage ? Son âge de mise en oeuvre ?
- tous les matériaux évoluent-ils dans le sens d'une dégradation ?
- quel est le rôle de l'environnement sur la pérennité d'un matériau ?
- existe-t-il une forme d'altération biologique ?
- un liant artificiel réagit-il chimiquement avec les granulats à l'intérieur d'un béton ? (etc.).

L'origine du choix des matériaux a été en partie dictée par ces questions.

### **1.- UTILISATION DES MONUMENTS HISTORIQUES ET OUVRAGES DE GENIE-CIVIL**

#### **1.1.- Avantages de cette démarche**

La variété, le nombre, la nature, l'âge et la situation des monuments historiques font d'eux une véritable "banque de données" minéralogique, *foisonnant d'informations* concernant le vieillissement des matériaux, l'action des agents atmosphériques et autres facteurs physico-chimiques, l'influence de la mise en oeuvre... Ils complètent ainsi de façon idéale les travaux sur l'altération des roches à l'affleurement, en carrière (etc.), en constituant de véritables "bancs d'essai" pour tester la pérennité des matériaux, plus représentatifs. Ils permettent en effet de varier pour un même matériau l'environnement et l'âge de mise en oeuvre et de procéder ainsi à des comparaisons.

Par ailleurs, ces exemples se situent à un niveau réel d'utilisation et sont beaucoup plus représentatifs qu'une simulation ou qu'un essai.

Une nouvelle démarche consiste donc à transposer les acquis apportés par l'observation de leurs évolutions sur le choix des matériaux utilisés dans les ouvrages de génie-civil... avec l'optique d'en garantir une pérennité optimale et d'apporter un remède à certains constats de dégradations.

## 1.2.- Les ouvrages échantillonnés

Les monuments ou ouvrages étudiés vont de la Pyramide de Khéops en Egypte au barrage du Chambon et la galerie du Bourget dans les Alpes, en passant par l'Arc de Triomphe de Paris et le temple de Jerash en Jordanie...

Cependant, le codage de certains échantillons issus de monuments étrangers "péri-méditerranéens" a été rendu nécessaire pour des raisons "diplomatiques" et ceux-ci ne seront malheureusement nommés que par un numéro...

Une trentaine de sites au total ont fait l'objet de prélèvements.

## **2.- LES MATERIAUX ETUDIÉS**

2 grandes catégories de matériaux ont été étudiés :

- les matériaux naturels (faciès rocheux);
- les matériaux artificiels (utilisant une phase liante artificielle) tels que les mortiers et bétons.

### 2.1.- Les matériaux naturels

Ils concernent :

- les roches de fondations d'ouvrages (molasse, calcrètes);
- les roches employées seules (moellons) : calcaires, grès, granites, marbres;
- la phase sableuse (=granulats) utilisée à l'intérieur de bétons ou mortiers (calcaires, gneiss, micaschistes, molasse, granites, etc.).

### 2.2.- Les matériaux artificiels

Il s'agit de mortiers à la chaux, au gypse, d'enduits et de bétons.





## CHAPITRE II : ETUDE DE DIFFERENTS CAS D'EVOLUTION DE MATERIAUX

Les matériaux de construction étudiés ici sont toujours de nature "rocheuse" variée (voir chapitre I.B) et leur emploi dans la construction, très large, regroupe notamment :

- les pierres de taille, les moellons et les pierres d'ornementation;
- les mortiers et bétons, en particulier la phase granulaire;
- les enduits;
- les terrains de fondations, qu'il s'agisse des terrains de fouille ou des formations encaissantes lors du percement d'une galerie.

L'évolution "visible" de ces matériaux se traduit généralement par des désordres, d'ordre esthétiques comme architecturaux. Il peut s'agir d'un simple bombement de terrain (gonflement d'argiles) comme de la ruine d'ouvrages de génie-civil (éclatement d'un béton), en passant par la lente mais inéluctable dégradation des murs d'un édifice.

Par ailleurs, le constat de ces dégradations de matériaux est au départ celui de professionnels de la construction, voire d'archéologues ou de carriers, tandis que l'analyse des évolutions minéralogiques en cause est un constat purement objectif, géologique, donc à priori étranger à tous ces problèmes de vieillissement de matériaux de construction.

Le plan adopté représente une synthèse personnelle des évolutions, globalement classées par grands types (gonflements, ameublissements, etc.), avec cependant d'inévitables chevauchements du fait que certaines observations ne rentrent pas dans un cadre précis, en prenant en compte différentes modalités d'évolution.

Quelques exemples tirés de la bibliographie apporteront des cas supplémentaires d'évolutions, dans le but de compléter l'inventaire (sans pouvoir être exhaustif pour autant).

3 cas d'évolutions de matériaux seront plus particulièrement détaillés :

- le premier cas, qui est l'éclatement du revêtement bétonné de la galerie du Bourget, dans les Alpes (Savoie), en raison des évolutions de matériaux rencontrées;

- le deuxième cas a trait à une réaction de type alcalis-granulats née dans le béton du barrage du Chambon, dans le département de l'Isère, pour son caractère "école" et appliqué;

- le troisième cas concerne une néoformation d'aragonite dans des mortiers et calcaires antiques : leur origine tout comme leurs conséquences sont riches d'enseignements pratiques, ne serait-ce que pour la conservation du patrimoine archéologique...

#### A] LA DEGRADATION DES PAROIS BETONNEES DE LA GALERIE DU BOURGET (SAVOIE)

L'exemple abordé ici concerne la dégradation des parois d'une galerie alpine dite "du Bourget", qui sert à évacuer dans le Rhône les eaux usées, après épuration, des villes de Chambéry et Aix-les-Bains (Savoie), ainsi que les eaux profondes polluées du lac du Bourget. Cette galerie passe sous la Montagne du Chat, à 4 km au S du tunnel routier du Chat et à 9 km au N du tunnel autoroutier (A43) de l'Épine (fig.2).

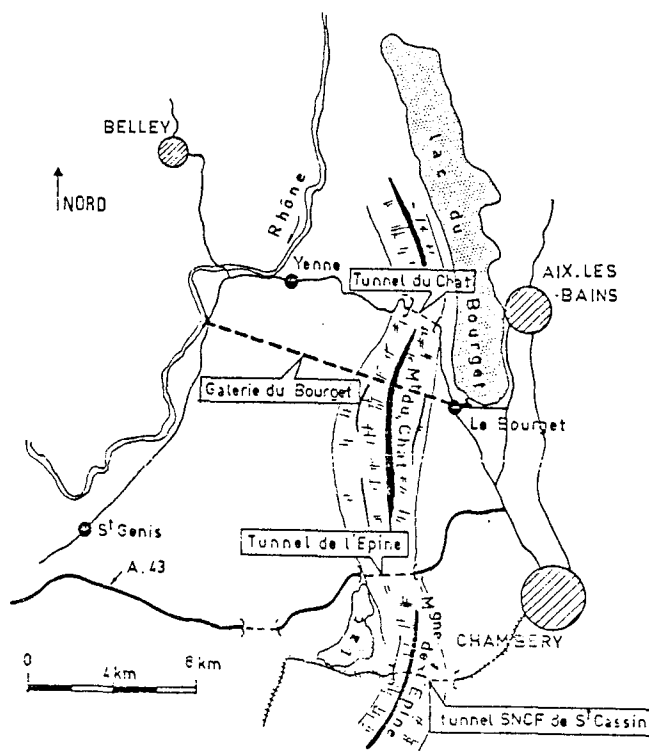


Fig.2.- Situation géographique de la galerie du Bourget (Savoie) par rapport aux tunnels voisins du Chat et de l'Épine (d'après Darcy, 1979).

#### 1.- DESCRIPTION DE L'OUVRAGE

Cet ouvrage, dont les travaux de percement ont commencé en 1974, a une longueur de 12,32 km et un diamètre moyen de 2,50 m; l'ouverture orientale se trouve à 225 m d'altitude.



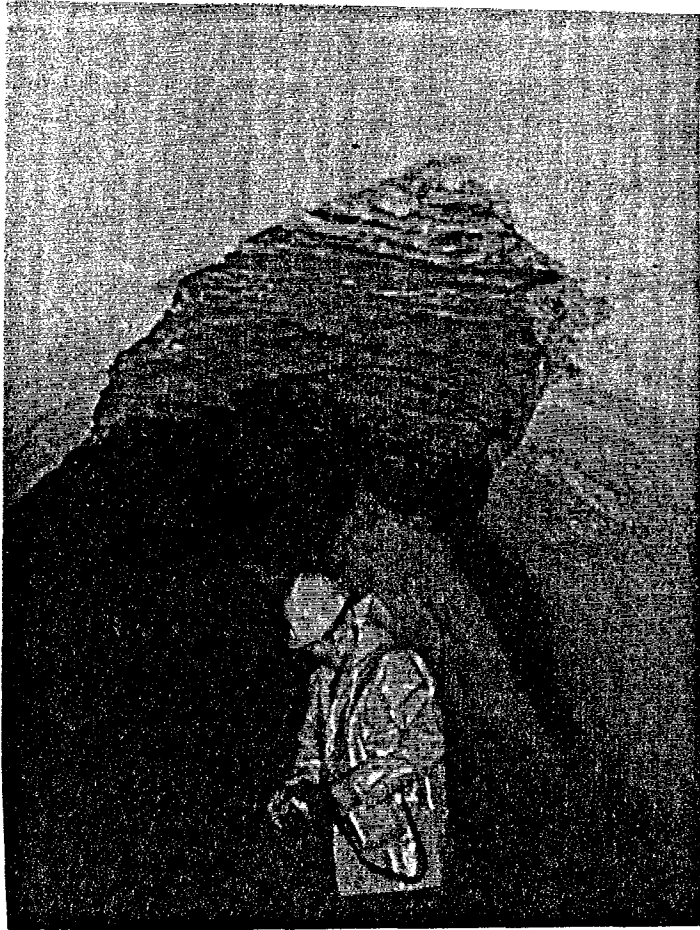


Photo 1.- Aspect d'un éclatement du revêtement bétonné dans la galerie du Bourget.

La mise en évidence de ces cavités en arrière du béton pouvait laisser prévoir l'existence d'autres vides; aussi, Electricité de France a proposé d'ausculter avec un radar à impulsions d'ondes électromagnétiques le revêtement de la galerie et de localiser ainsi d'éventuelles lacunes résiduelles (Delétie, 1988).

### 3.- RECHERCHE DE L'ORIGINE DES DEGATS

Ce phénomène d'éclatements s'est produit en quelques années et n'a affecté que les sections de galerie traversant les formations de molasse helvétique; l'examen des dégradations a montré que la cause n'est sans doute pas à rechercher dans une malfaçon du béton, mais dans l'association béton-molasse qui a pu évoluer, de 2 façons possibles :

- soit un gonflement généralisé de la molasse recouverte par le béton, provoquant son éclatement;

- soit une modification au contact de la molasse des composants du béton, qui se sont transformés et ont entraîné une diminution des propriétés mécaniques initiales.

Afin de vérifier ces hypothèses, et à la demande du Syndicat Intercommunal du Lac du Bourget (SILB), 4 carottages (diamètre 100 mm) ont été réalisés les 1er et 2 avril 1987 : 2 directement dans la molasse là où le béton avait éclaté (profils 8900 (calotte rive droite) et 9400 (pied droit, rive gauche - H = 140 cm)), 2 autres dans le béton projeté et la molasse (profils 8904 (pied droit, rive droite - H = 170 cm) et 8985 (pied droit, rive droite - H = 150 cm)).

Les carottes ont immédiatement été paraffinées et stockées dans des gaines en PVC, afin d'éviter toute oxydation des minéraux.

### 3.1.- La molasse

#### 3.1.1.- Description du faciès

La molasse, qui est un grès fin à éléments détritiques peu évolués, a une organisation litée bien marquée renfermant de nombreuses structures sédimentaires.

L'observation de lames minces au microscope polarisant, après consolidation des échantillons par une résine époxy, révèle une alternance de lamines fines ("pélitiques") et grossières ("gréseuses"), représentant des séquences sédimentaires distinctes :

- les lamines fines (taille moyenne des éléments de 20 $\mu$ m) sont essentiellement composées de calcite, de minéraux phylliteux (chlorites, micas, argiles), de quartz anguleux ainsi qu'en moindre proportion (moins de 1 %) de fines pyrites; un fond de matière organique diffuse peut encore subsister localement (fig.4);

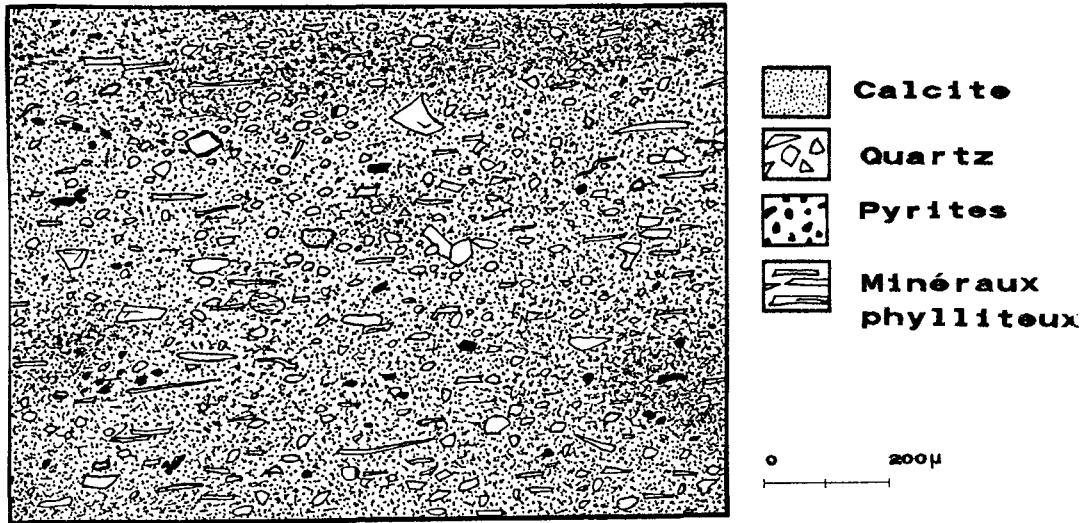


Fig.4.- Aspect d'une lamine fine de la molasse.

- les lamines grossières (taille des éléments de 250 $\mu$ m environ) comportent en majorité du quartz anguleux, des feldspaths potassiques (microcline) et du plagioclase (albite); il existe également quelques chlorites, glauconies, épidotes, quartzites ainsi qu'une faible proportion de pyrites (moins de 1%)(fig.5).

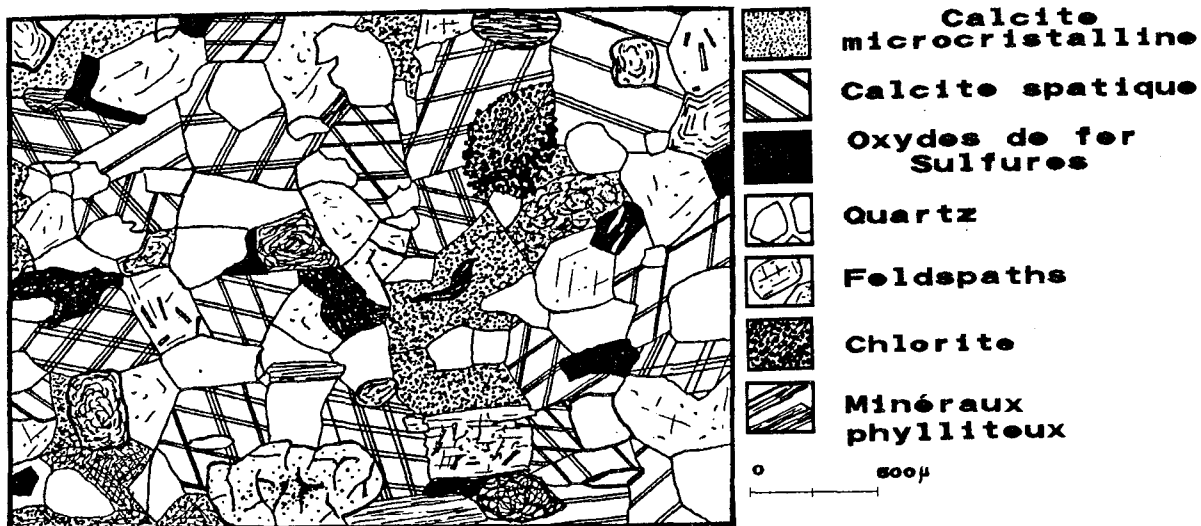


Fig.5.- Aspect d'une lamine grossière de la molasse.

La cohésion de ces différents minéraux est, pour les 2 types de lamines, toujours assurée par un ciment de calcite sparitique, pouvant localement devenir poecilitique.

La teneur moyenne en carbonates de calcium mesurée par calcimétrie sur 5 échantillons est de 18,5 % (+/- 2,1 %).

L'analyse diffractométrique aux rayons X a révélé, pour les 4 carottes (hormis le béton), le cortège argileux suivant : illite, chlorite et smectite, dont les proportions relatives sont respectivement 50, 30 et 20 % (fig.6). Il est à noter que les pyrites n'ont pas été détectées (proportion trop faible par rapport aux autres minéraux).

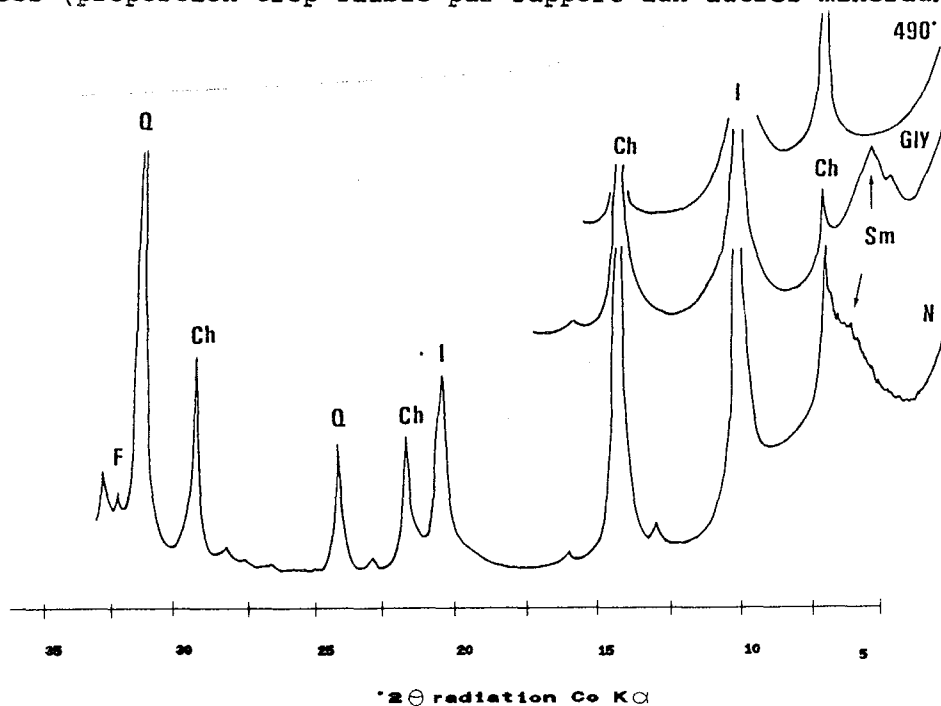


Fig.6.- Diffractogramme des rayons X de la molasse (Sm = smectite, Ch = chlorite, I = illite, Q = quartz, F = feldspath).

### 3.1.2.- Principales altérations

Les 15 premiers cm de molasse immédiatement en arrière du béton présentent un état d'altération avancé et ont perdu toute cohésion, surtout dans les profils où le béton a éclaté (profils 8900 et 9400); les structures sédimentaires ont parfois totalement disparu.

Une observation plus attentive révèle en fait un gonflement généralisé des lamines les plus fines, accompagné d'une microfissuration. La comparaison des minéraux de la molasse entre la partie au contact du béton et le reste de la carotte révèle peu de différences quant à leur état d'altération :

- les cristaux de calcite et de quartz ne sont pratiquement jamais corrodés;

- le microcline et l'albite sont fréquemment séricitisés et damouritisés, ceci tout au long du profil (figures 7 et 8). Certains plagioclases ont leurs clivages totalement envahis par la calcite du ciment; ce remplacement n'engendre pas à priori de gonflement visible. Selon Al-Droubi et al., 1978b, il se fait avec conservation des volumes, sans laisser de résidu argileux.



Fig.7.- Aspect de surface d'un microcline altéré, recouvert de paillettes de séricite (molasse).

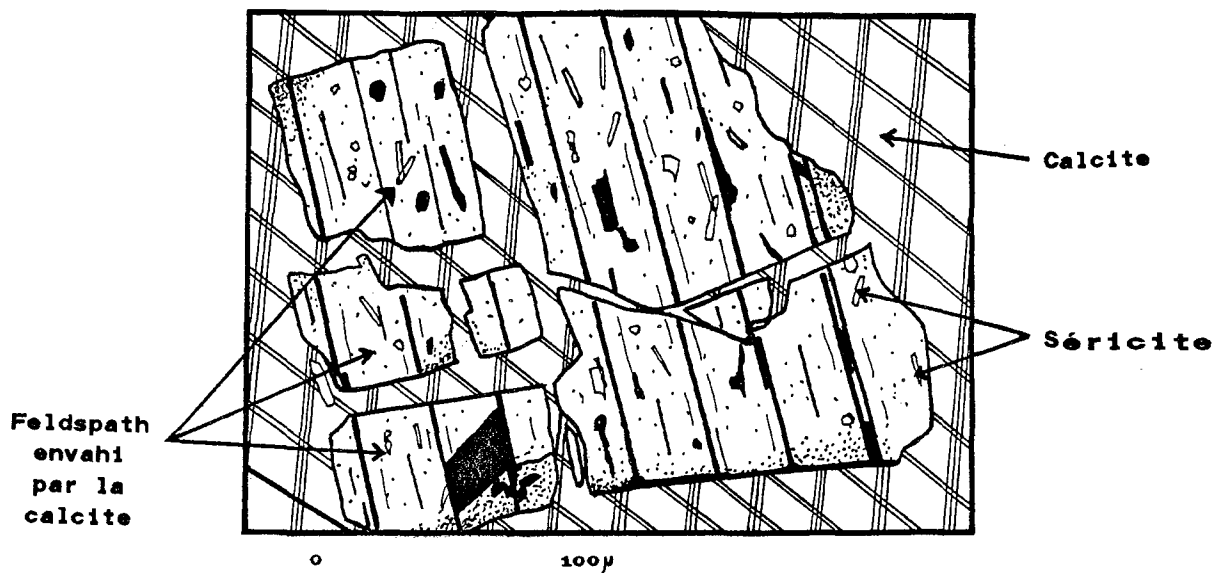


Fig.8.- Plagioclase (albite) envahi par la calcite (molasse).

- les argiles, en particulier les smectites, sont restées stables : une analyse effectuée tous les 5 cm n'a pas mis en évidence une variation sensible de l'angle d'ouverture de leurs feuilletts donc de gonflement possible; d'après Millot (1964) et Meilhac et Tardy (1970), les séricites et les hydromuscovites, provenant respectivement de l'hydrolyse des plagioclases et des illites, seraient une étape intermédiaire avant la néoformation de la montmorillonite et de la vermiculite (non détectée ici). Les chlorites ne sont pas du type "gonflantes" (au sens de Holtzapffel, 1985)(fig.6).

Par contre, à l'intérieur des lamines altérées, les chlorites, comme les glauconies, ont tendance à libérer du fer, accumulé à l'état oxydé en leur périphérie (conditions acides ?)(fig.9).

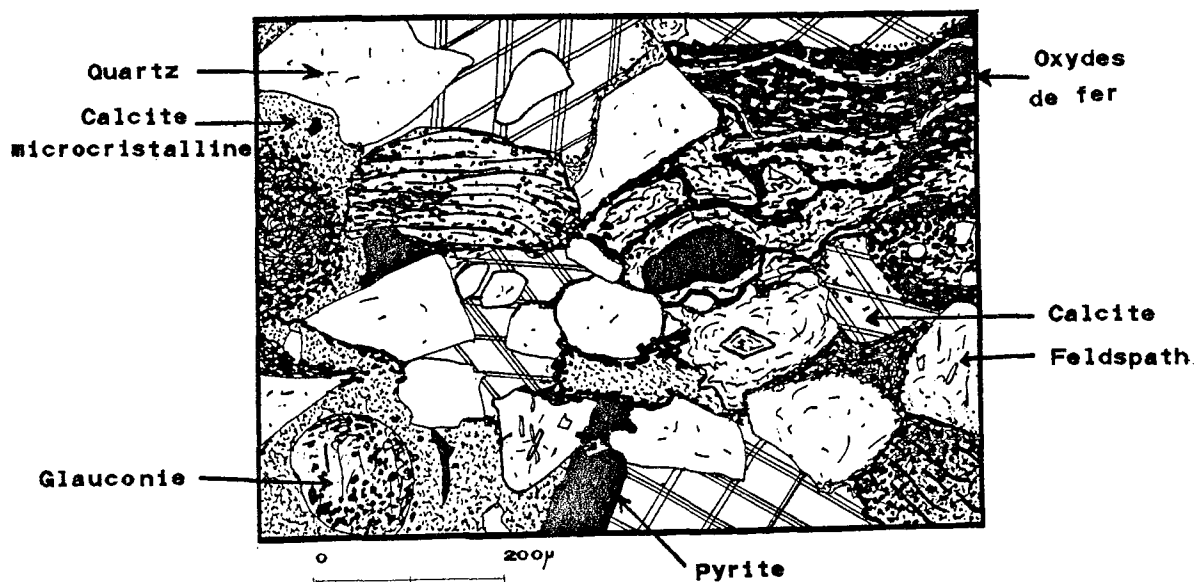


Fig.9.- Aspect d'un faciès grossier de la molasse, immédiatement en arrière du revêtement bétonné : les pyrites sont oxydées sans changer de forme, les chlorites et les glauconies ont libéré leur fer.



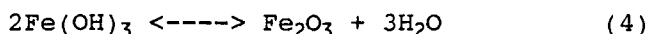
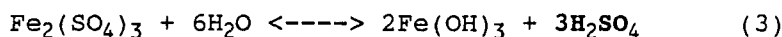
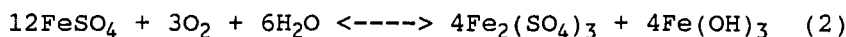
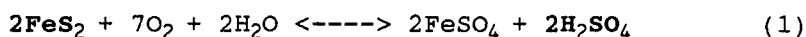
En fait, la clé du problème se trouve dans l'évolution des pyrites, qui présentent ici une altération typique.

### 3.1.3.- L'altération des pyrites

Ces bisulfures de fer ( $\text{FeS}_2$ ), opaques et isotropes au microscope polarisant, ont la particularité d'être "remarquablement ubiquistes" (Arnold, 1981) et peuvent se retrouver dans toutes les roches. Dans les sédiments, les pyrites sont souvent associées aux glauconies, typiques de conditions marines réductrices (Deer et al., 1962).

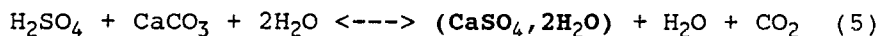
#### a) Mécanismes de leur oxydation

Leur altération, qui est une oxydation, génère différentes espèces minéralogiques - ou néoformations - en fonction du stade atteint; selon Deloye (1989), elle se décompose en une chaîne réactionnelle, dont la première étape est la transformation de ces sulfures de fer en sulfates ferreux ( $\text{FeSO}_4$ ) (1), ferriques ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ) (2) et hydroxydes ( $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ) (2), puis oxydes (goethite  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) (4). Simultanément, de l'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) est libéré par la réaction (1) et (3).



La première conséquence importante de cette oxydation est liée à la libération d'acide sulfurique, qui va éventuellement réagir avec les espèces minéralogiques voisines et entraîner leur dissolution, surtout si elles sont carbonatées (calcite), voire même simplement calciques (chaux  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ).

La deuxième conséquence, tout aussi importante, sera la production de solutions de sulfates de calcium, qui engendreront la cristallisation de gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) (5)(6).



La vitesse de ces réactions est influencée par plusieurs facteurs, tels la concentration en oxygène, l'humidité, la température, la taille et la morphologie des particules, la présence de bactéries autotrophes et l'acidité du milieu (Grattan-Bellew et Eden, 1975 ; Nicholson et al., 1988 ; Shayan, 1988 ; Deloye, 1989, etc.).

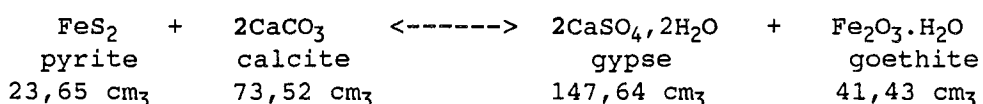
Il est alors possible, à partir de ces réactions (1 à 5), de procéder à un bilan volumique afin de quantifier la variation de volume (V) accompagnant la transformation de la pyrite en gypse. Ce calcul est possible à partir des densités (d) des différentes phases en présence ainsi que de leur masse molaire (M), à partir de la relation :

$$d = M/V \implies V = M/d$$

	densité	masse molaire	volume molaire
pyrite	4,99	118 g	23,65 cm <sup>3</sup>
calcite	2,72	100 g	36,76 cm <sup>3</sup>
chaux	2,34	74 g	31,62 cm <sup>3</sup>
gypse	2,33	172 g	73,82 cm <sup>3</sup>
goethite	4,2	174 g	41,43 cm <sup>3</sup>

Tableau 1.- Densités moyennes (d'après Deer et al., 1962), masses molaires et volumes molaires de la pyrite, de la calcite, de la chaux, du gypse et de la goethite (les volumes molaires sont calculés à partir de la relation  $V = M/d$ ).

Les réactions (1), (3), (4) et (5) montrent qu'une mole de pyrite donne 2 moles de gypse et une de goethite pour 2 moles de calcite (ou de chaux) consommées; soit, en terme de volumes :



L'excédent de volume est donc de 91,90 cm<sup>3</sup> avec la calcite et de 102,18 cm<sup>3</sup> avec la chaux.

En considérant que le système est ouvert et donc que les fluides (O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O) circulent et se renouvellent librement, la transformation par oxydation des pyrites en gypse est accompagnée d'une augmentation de volume théorique de 94,57 % avec la calcite et de 117,6 % avec la chaux...

b) *Observations microscopiques et analyse de leur oxydation*

La perte de consistance observée dans les premiers cm de la molasse provient vraisemblablement de la dissolution du ciment calcitique par l'acide sulfurique libéré par l'oxydation des pyrites. Yonge et Roy Krouse (1987) estiment que cet acide a un rôle plus important dans la formation des cavités karstiques que le CO<sub>2</sub> classiquement évoqué, en augmentant l'agressivité des eaux vadoses.

La lithologie intervient ici dans la mesure où les effets de cette oxydation s'observent de façon plus ou moins prononcée selon la taille des laminations, donc des minéraux qui les composent.

Ainsi, dans les lamines grossières (sur les 20 premiers cm environ), des oxydes de fer peuvent dans certains cas remplacer de façon isomorphe les pyrites (de 150 à 200µm), quand elles sont oxydées, sans conséquences apparentes sur la molasse, qui reste massive et non fissurée (fig.9).

En revanche, les lamines fines (éléments inférieurs à 20µm) sont divisées par un réseau de fissures sub-parallèles, inframillimétriques, conformes au litage. L'observation systématique de l'intérieur de ces fissures au microscope a révélé la présence de multiples amas de gypse cryptocristallin, blanchâtre, incorporant quelques fragments de micrite. La proximité immédiate de fines "reliques" de pyrites oxydées confirme l'origine autochtone des solutions sulfatées responsables de ces néoformations, mais montre aussi que les pyrites ne s'oxydent pas totalement.

Les photos 2 et 3 montrent à l'intérieur d'une fissure une pyrite d'une centaine de µm, entourée de gypse micro-cristallin. Cette néoformation de gypse, dont les contours reproduisent grossièrement la forme de la pyrite oxydée (environ 500µm de diamètre au total), déforme les épontes de la molasse adjacente au point de provoquer son éclatement. Il en résulte une ouverture de micro-fissures, dont l'effet immédiat est de provoquer une augmentation de volume de la molasse, par le cumul de leurs épaisseurs (photo 4).



Photo 2.- Pyrite entourée de gypse micro-cristallin résultant de son oxydation (molasse du Bourget)(lumière polarisée).

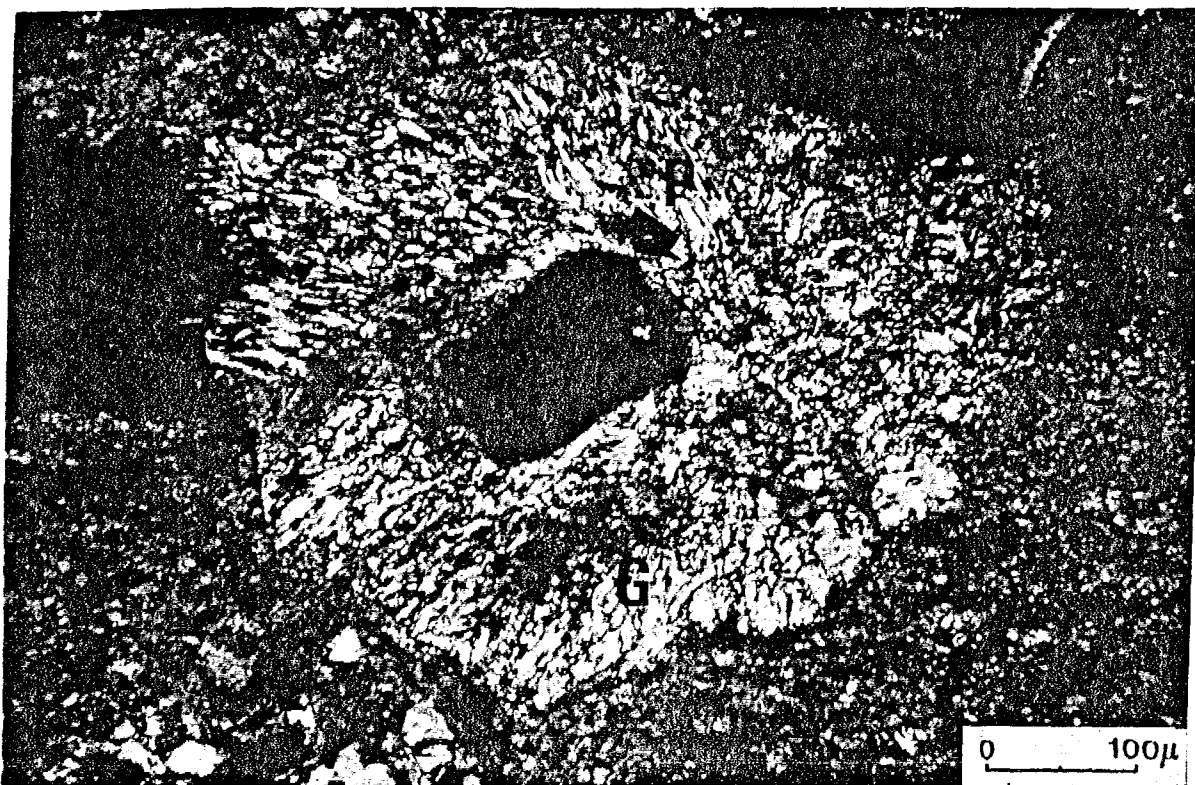


Photo 3.- Détail de la photo précédente : pyrite (=P) entourée de gypse micro-cristallin (=G) résultant de son oxydation (lumière polarisée).



Photo 4.- Néoforations de gypse (=G) issues de l'oxydation de pyrites, dont l'effet est de provoquer une augmentation de volume de la molasse, par le cumul de leurs largeurs (Bourget)(lumière polarisée).

A titre indicatif, le rapport entre le diamètre de la couronne de gypse et de la pyrite au centre est de 4 environ, soit un volume pour le gypse néoformé de près de 64 fois supérieur par rapport à la taille de la pyrite initiale... Cette valeur est très supérieure à l'augmentation de volume théorique de 94,5 % calculée au paragraphe précédent; les raisons peuvent être la persistance de calcite au sein de la couronne mais surtout, la présence de nombreux vides entre les cristaux de gypse néoformés.

Il apparaît donc raisonnable d'envisager ici la réaction - dans un premier temps - des produits de l'oxydation de la pyrite ( $H_2SO_4$ ) avec le ciment calcitique de la molasse pour provoquer - dans un second temps - une cristallisation de gypse (des lambeaux de micrite restent mêlés au gypse); le gonflement de la molasse est donc une conséquence de l'augmentation de volume engendrée par cette néoformation.

Le microscope électronique à balayage (MEB), utilisé sur les lamines fines des premiers cm de molasse permet d'observer ces néoforations gypseuses. Les cristaux, pour la plupart automorphes (photo 5), ont une taille qui peut atteindre plusieurs dixièmes de mm. Des formes de croissance en "teepees" (par analogie avec la sédimentologie qui décrit de telles figures dans les milieux évaporitiques) illustrent bien l'effet de soulèvement engendré par la croissance du gypse (photo 6).

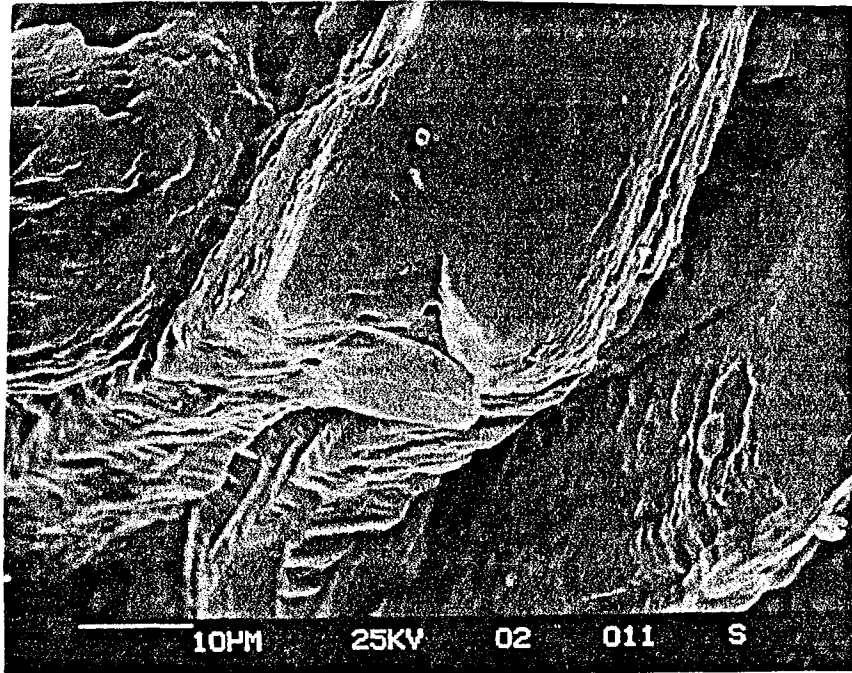


Photo 5.- Néoforations de gypse résultant de l'oxydation de pyrites (molasse de la galerie du Bourget)(MEB).

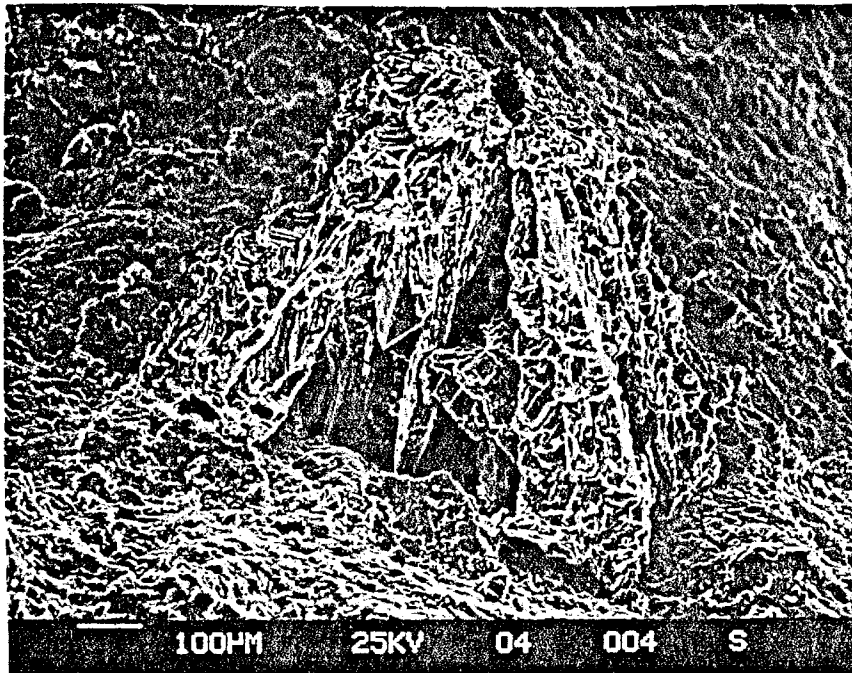


Photo 6.- Forme de croissance du gypse en "teepees" (molasse de la galerie du Bourget)(MEB).

Les photos 7 et 8 illustrent une possibilité offerte par le MEB pour une détection rapide de pyrites par exemple dans un échantillon rocheux. Il s'agit de la rétrodiffusion, dont le principe est détaillé au chapitre I.A.1.2.

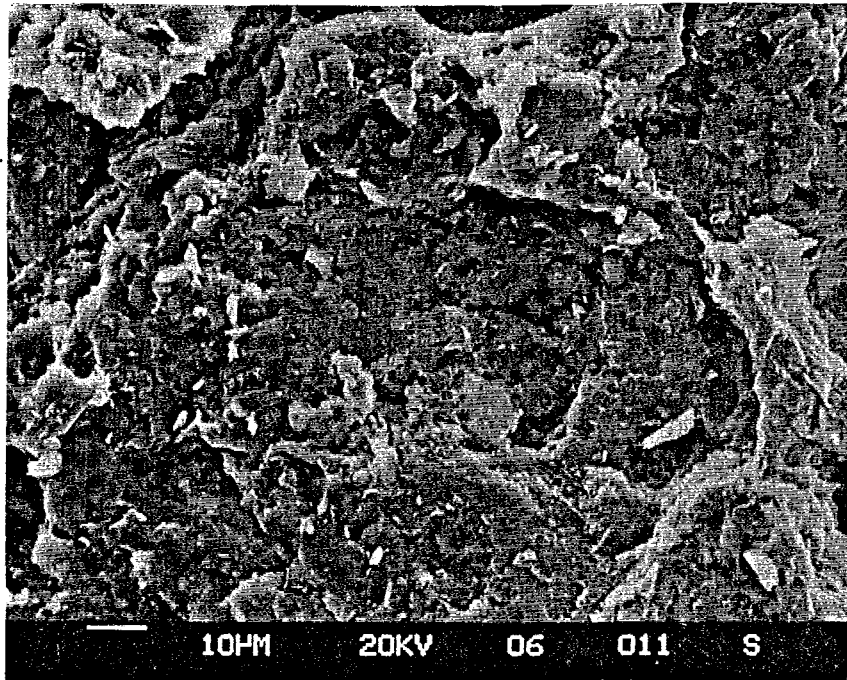


Photo 7.- Aspect de la molasse de la galerie du Bourget (MEB).

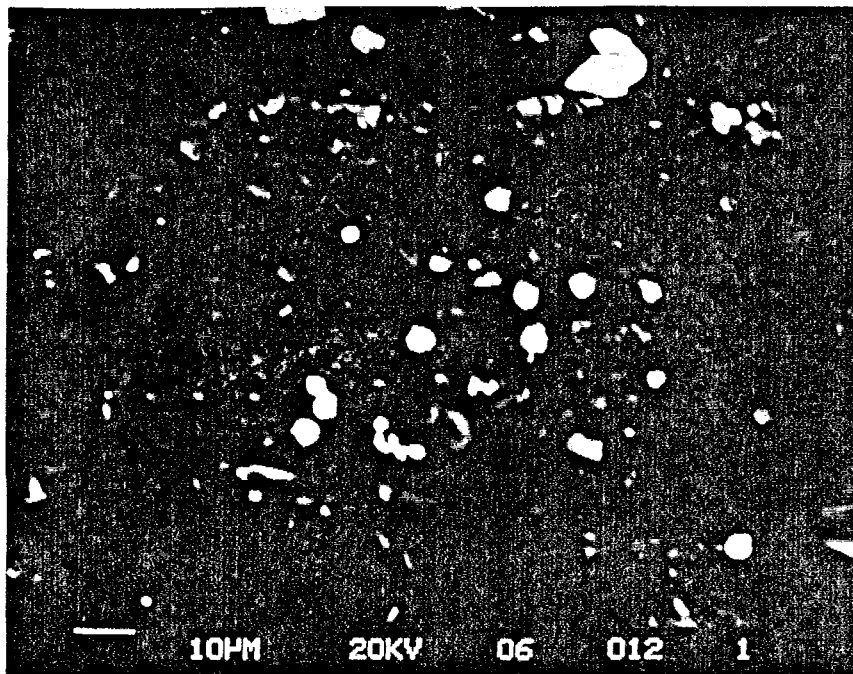


Photo 8.- Image rétrodiffusée de la photo précédente, grâce à laquelle les pyrites apparaissent sous la forme de taches blanches (voir chapitre I.A.1.2)(MEB).

D'un point de vue sédimentologique, les argiles, en quantité élevée, ont confiné le milieu de dépôt lors de la genèse de la molasse. Elles ont ainsi rendu possible la conservation de la matière organique, à l'origine du soufre des pyrites, apparues secondairement. Celles-ci, à l'intérieur des lamines fines, sont le plus souvent de type framboïdales (environ  $10\mu\text{m}$  de diamètre) et apparaissent composées d'individus sensiblement sphériques, micrométriques, mal cristallisés et agglomérés en sphéroïdes (photo 9). Selon Deer et al. (1962), ce faciès particulier est le résultat de l'action de micro-organismes.

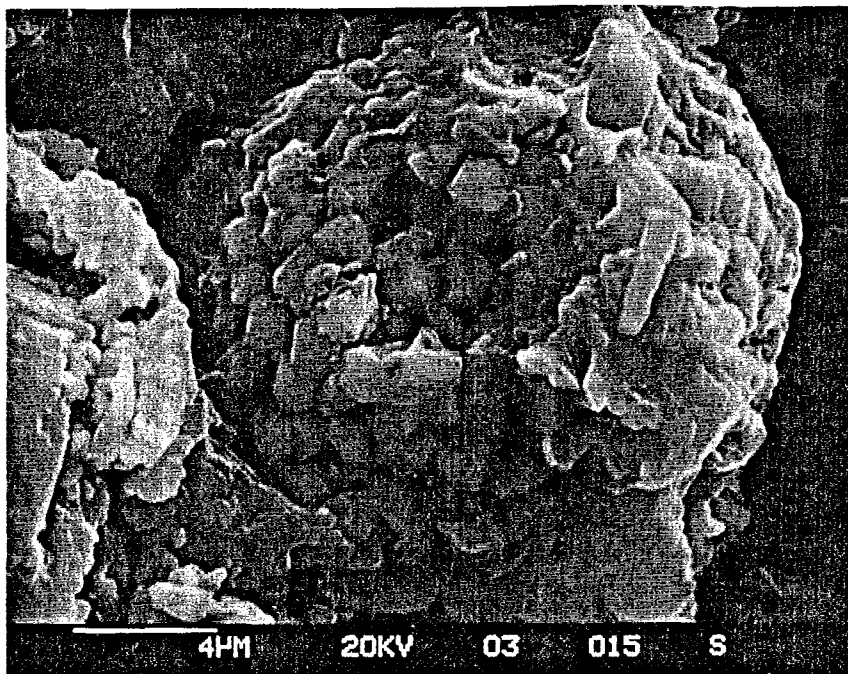


Photo 9.- Pyrite framboïdale à l'intérieur d'une lamine fine de la molasse du Bourget (MEB).

La couleur foncée de cette roche est donc le reflet de son état réduit, enclin à évoluer rapidement si l'environnement se trouve modifié (conditions oxydantes par exemple).

Toutefois, comme l'ont montré différents auteurs (Gratan-Bellew et Eden, 1975 ; Nixon, 1978 ; Nicholson et al., 1988) ce processus d'oxydation chimique est renforcé par une action bactérienne (Thiobacillus ferroxidans notamment) - en particulier dans un environnement acide, engendré par l'acide sulfurique -, par une température élevée et en présence de pyrites finement divisées (faciès framboïdal).

Le facteur déterminant reste néanmoins la pénétration de l'eau et surtout de l'oxygène à travers le milieu (Quigley et Vogan, 1970 ; Vazquez et Toral, 1984 ; Shayan, 1988 ; Nicholson et al., 1988).

L'humidité seule n'est donc pas suffisante pour provoquer l'oxydation des pyrites de la molasse, puisque le massif sus-jacent (Montagne du Chat) est un réservoir d'eau, comme l'ont prouvé les importantes venues karstiques lors du percement de la galerie. Celle-ci joue alors le rôle d'un drain pour le karst (Darcy, 1978). Ainsi, à l'occasion des travaux de percement de la galerie par le tunnelier, la pénétration de l'oxygène dans ce milieu confiné mais saturé en eau a, de façon décisive, provoqué l'oxydation des sulfures de fer et, par conséquent, l'intensité de la dégradation de la molasse; l'eau étant toujours en excès, la concentration en oxygène est le facteur limitant de cette réaction. La faible perméabilité de la roche a donc joué à ce niveau le rôle d'un "frein", propre à atténuer les effets de cette réaction dans le temps.

Une des carottes (profil 8904) présente un vide (à rapprocher des "chapelles" décrites précédemment) de quelques cm entre le béton et la molasse (photo 10); un examen minutieux permet de constater les signes d'une érosion de cette dernière, marque de sa dissolution et de son



entraînement par des fluides (air, eau) : ce vide est aussi favorable à une oxydation des constituants de la roche. Il est à noter que le béton en contact avec ce vide contient à ce niveau une armature métallique.

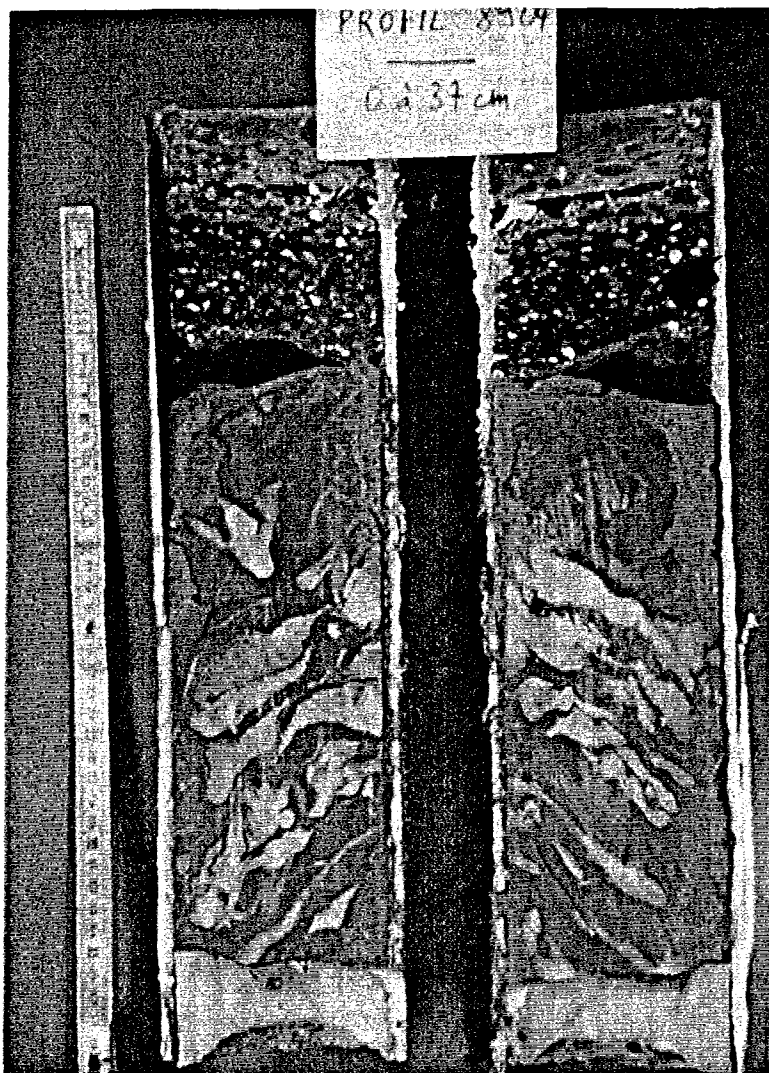


Photo 10.- Carotte de la galerie du Bourget (profil 8904) présentant un vide entre le béton et la molasse; une armature métallique est visible dans le béton.

3 points concernant les pyrites oxydées apparaissent donc importants à souligner :

- seules les plus fines se sont oxydées (environ  $10\mu\text{m}$  de diamètre); elles présentent le plus souvent le faciès framboïdal;

- elles se situent toujours à proximité du gypse néoformé (sous la forme de "reliques"), ce qui implique un déplacement modéré des solutions sulfatées avant leur cristallisation;

- elles sont fréquemment associées à des argiles, de composition proche de l'illite (par analyse à la microsonde de Castaing). Quelques formes peu courantes de sulfures de fer ont par ailleurs été observées : structures finement triangulées selon un motif géométrique répétitif (photo 11) ou au contraire grossièrement perforées (photo 12).

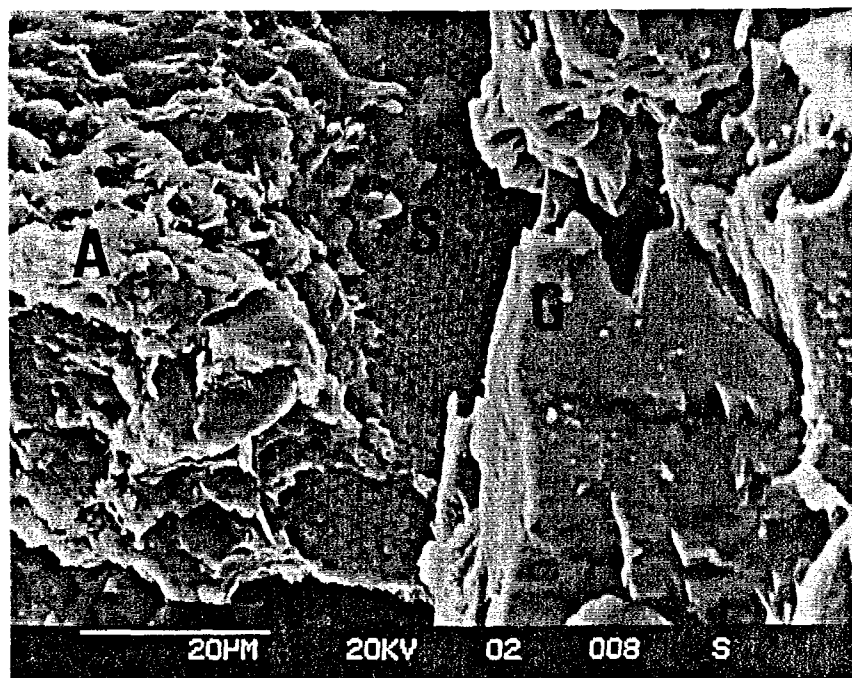


Photo 11.- Forme peu courante de sulfures de fer, présentant une structure finement triangulée (=S)(A = argiles, G = gypse)(molasse de la galerie du Bourget)(MEB).

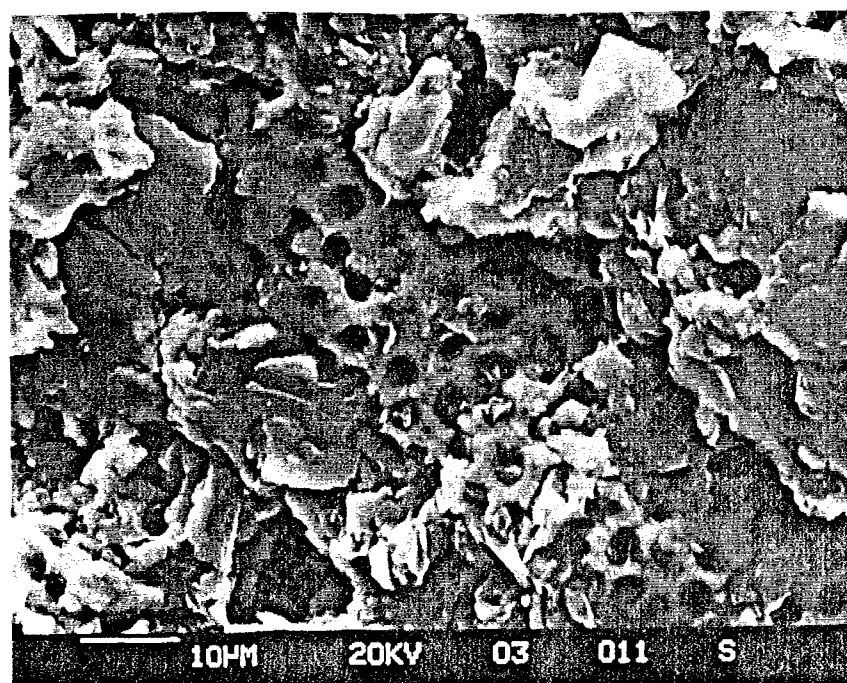


Photo 12.- Forme peu courante de sulfures de fer, grossièrement perforées (molasse de la galerie du Bourget)(MEB).

L'ensemble de ces observations confirme donc le mécanisme de gonflement présumé de la molasse, à savoir une néoformation de gypse suite à une oxydation de pyrites. Ce gonflement s'est effectivement généralisé à l'intérieur des carottes ouvertes après quelques semaines de mise à l'air libre, uniquement dans les lamines fines. Le fait que les pyrites voisines de 200  $\mu\text{m}$  (des lamines grossières) ne se soient pas oxydées au point de provoquer une cristallisation de gypse est vraisemblablement lié à un phénomène de surface spécifique, trop importante, puisque leur abondance relative ou même la porosité entre les

différentes lamines est sensiblement identique (il est à noter par ailleurs que le faciès framboïdal des pyrites de petite taille accroît d'autant plus leur surface spécifique).

Cette dimension de 150 à 250  $\mu\text{m}$  peut être considérée comme une limite au-delà de laquelle les pyrites s'oxydent difficilement.

### c) Forces de poussée exercées par leur gonflement

La conséquence de l'oxydation des pyrites reste la néoformation de gypse, dont la croissance développe des forces de poussées considérables. Les cas de soulèvement de dalles bétonnées à l'intérieur de constructions ont souvent été déjà mentionnés (Millot, 1964 ; Gratan-Bellew et Eden, 1975 ; Nixon, 1978 ; Al-Tayyib et Khan, 1987). Par ailleurs, de nombreux auteurs (Plet-Lajoux et al., 1971 ; Mustoe, 1983 ; Watson, 1985 ; Young, 1987 ; Bromblet, 1989) évoquent les pressions de cristallisation du gypse comme responsables de la désagrégation de grès de milieux désertiques.

Sahores (1962) signale des calculs à partir des lois de Van T'Hoff conduisant à des contraintes mécaniques développées par la croissance de cristaux de gypse, de l'ordre de 70 MPa à 5°C et 50 MPa à 15°C... Il insiste cependant sur le fait que ces valeurs sont théoriques et sans doute très supérieures à la réalité, en raison d'un facteur limitant à prendre en compte : l'autocolmatage des fissures par le gypse néoformé; celui-ci, en ralentissant les circulations d'eau, limite sa propre cristallisation et par conséquent la force développée par la poussée. Il a par ailleurs mesuré expérimentalement une force de poussée accompagnant l'hydratation naturelle de l'anhydrite de l'ordre de 2 MPa, tandis que Winkler et Singer (1972) ont calculé pour le gypse, à partir de l'équation de Correns, une pression de cristallisation de 28,5 MPa à 0°C et 33,8 MPa à 50°C, pour un coefficient de sursaturation de 2.

Ces pressions, en milieu liquide, augmentent avec la concentration des solutions (Sahores, 1962) ainsi qu'avec leur température. Selon Sperling et Cooke (1985), qui ont étudié la désagrégation des roches sous l'effet de croissances salines (halite, gypse...), une micro-porosité élevée entraîne une pression de cristallisation plus importante et ainsi une érosion plus rapide.

Dans le cas de la molasse, la micro-porosité des laminations (fines ou grossières) est propice à une force de cristallisation élevée du gypse.

## 3.2.- Le béton

### 3.2.1.- Description

Présent dans 2 des 4 carottages effectués (profils 8904 et 8985), son épaisseur est variable (entre 10 et 15 cm), en raison de sa mise en oeuvre par projection. Un treillis métallique noyé à l'intérieur du revêtement renforce l'ensemble (photo 10).

Son examen macroscopique révèle un changement de couleur des 2-3 premiers cm (teinte jaunâtre) au contact avec la galerie, apparemment en relation avec une altération de ses composants : les granulats se déchaussent facilement et le liant s'est légèrement ramolli.

L'observation au microscope polarisant de lames minces révèle des granulats de forme souvent arrondie et de nature minéralogique variée (quartz, quartzite, albite et microcline damouritisés et séricitisés, calcite, épidote, muscovite ainsi que des fragments de molasse et de calcaire micritique), ce qui est typique d'alluvions du Rhône. Le liant de tous ces minéraux est un ciment au laitier, dont les grains (sous-produits de traitement du minerai de fer) apparaissent avec un très fort relief en lumière naturelle, mais sont isotropes en lumière polarisée et analysée (Jepsen, 1989)(photo 13). Le ciment, ou plus exactement les cristaux et gels issus de son hydratation, sont également isotropes, à des degrés divers toutefois, en fonction de leur degré de cristallisation.

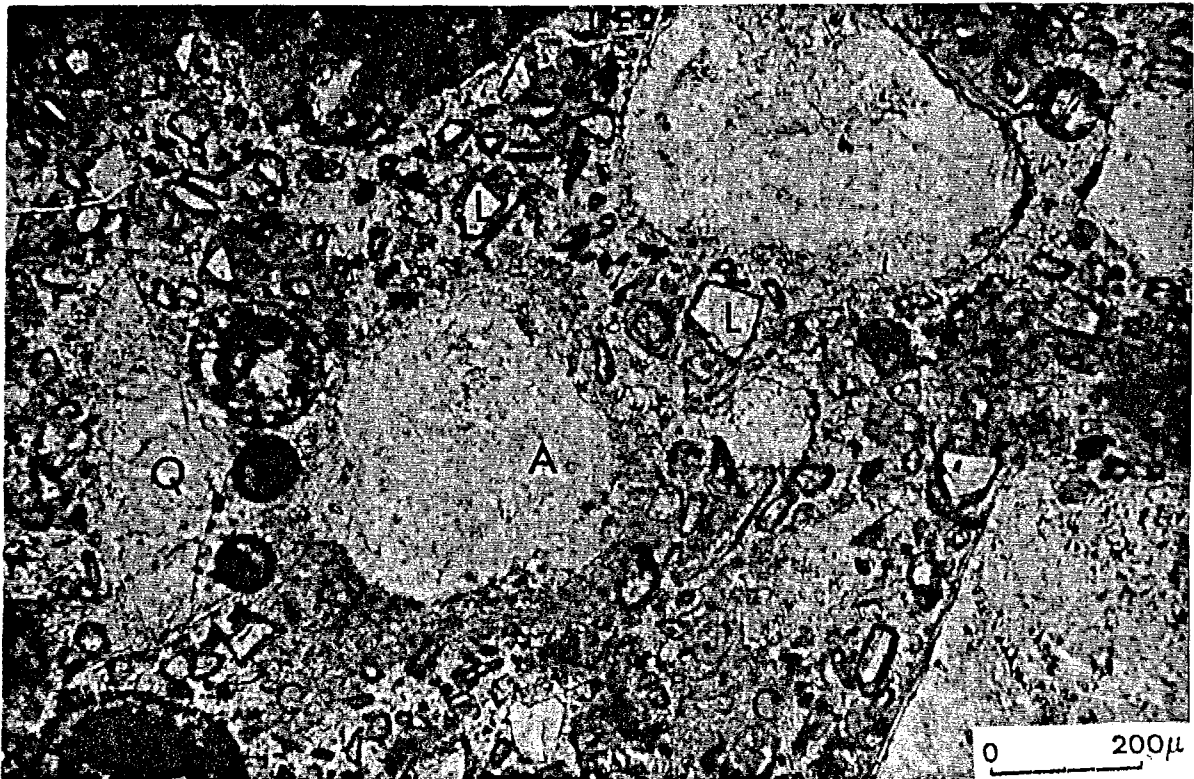


Photo 13.- Aspect du béton de la galerie du Bourget en lame-mince (A = albite, L = laitier, Q = quartz, C = liant)(lumière naturelle).

### 3.2.2.- Principales altérations

Les premiers cm "jaunâtres" du béton altérés correspondent à un envahissement du ciment par la calcite, de façon plus prononcée à proximité des granulats : il s'agit en fait d'une carbonatation. Celle-ci n'engendre pas à priori de baisses de résistances du béton ni de variations sensibles de volume, la transformation s'effectuant par épigénie épitaxiale (Venuat et Alexandre, 1969 ; Deloye, 1978, 1982). Cette réaction, bénéfique donc du point de vue des résistances mécaniques, s'avère par contre néfaste pour un béton armé. En effet, elle engendre une baisse du pH, qui passe de plus de 12,5 à moins de 9; la conséquence est une dépassivation de la surface des armatures en acier,

qui ne se retrouvent plus protégées de la corrosion et de surcroît augmentent de volume en rouillant (Deloye, 1982 ; Grandet, 1988).

a) *L'amorce d'une réaction alcali-granulats*

Toujours à l'intérieur de cette frange du béton en contact avec la galerie, de nombreux granulats quartzeux (mono ou polycristallins) et feldspathiques (microcline et albite séricitisés) sont bordés d'une auréole cryptocristalline grise de quelques dixièmes de mm (photos 14 et 15). Elle se différencie, en lumière polarisée et analysée, des hydrates du ciment voisin isotropes par sa biréfringence, ce qui signifie qu'elle est composée à priori de corps cristallisés.

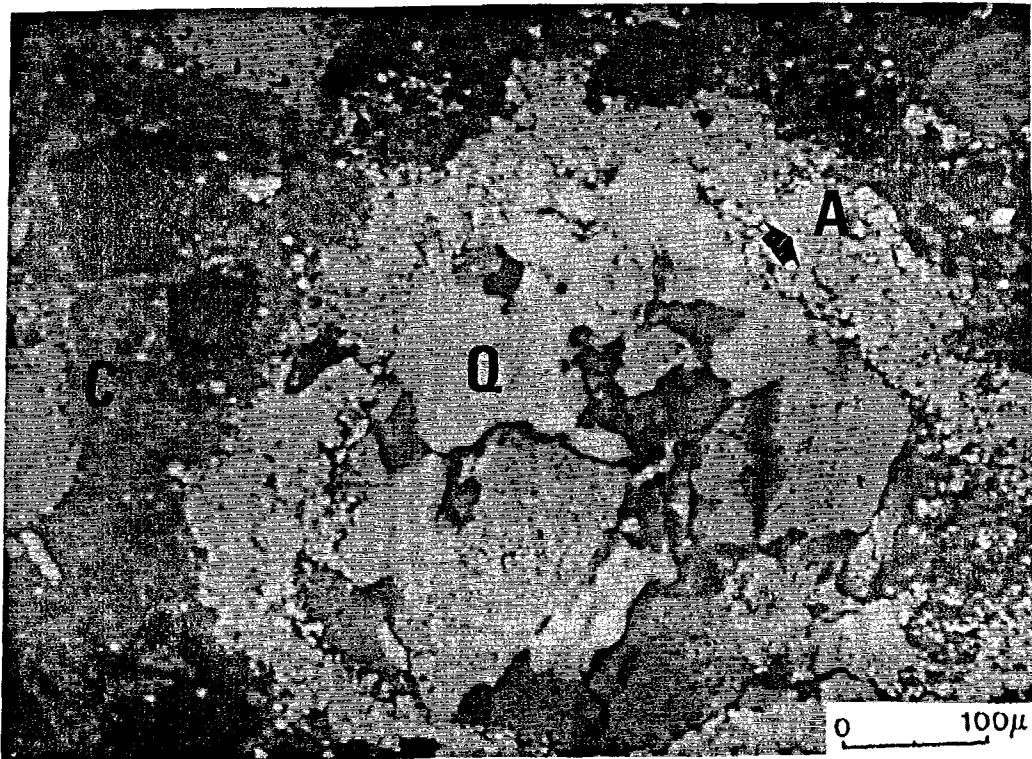


Photo 14.- Granulat de quartz poly-cristallin bordé d'une auréole cryptocristalline de réaction (A = auréole, Q = quartz, C = liant)(béton de la galerie du Bourget)(lumière polarisée).

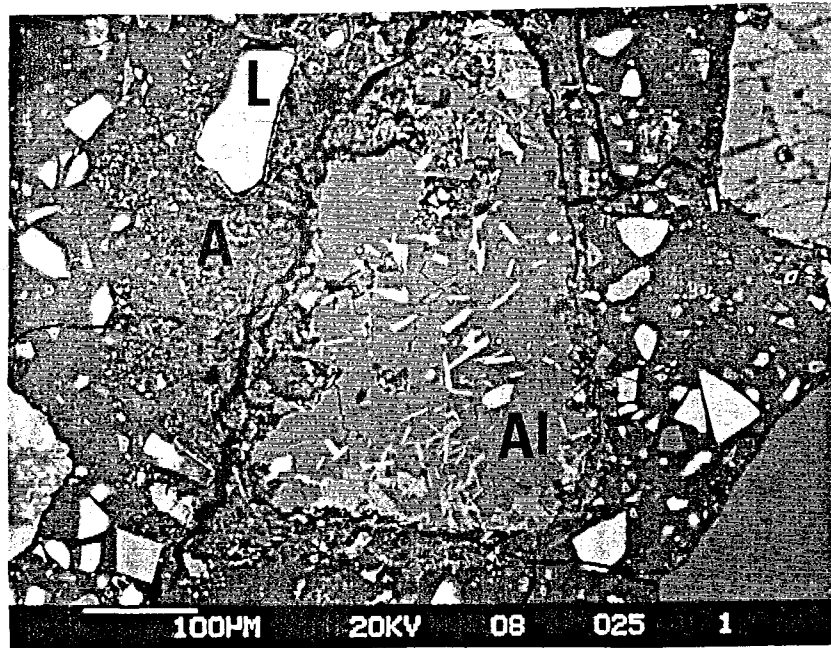


Photo 15.- Albite séricitisée bordée d'une auréole de réaction (A = auréole, Al = albite, L = laitier)(béton de la galerie du Bourget)(MEB).

En fait, certains granulats permettent même d'observer une double auréole : la plus interne, jaunâtre, évoque la frange de carbonatation déjà décrite; son analyse à la microsonde de Castaing indique toujours un enrichissement en calcite par rapport au ciment voisin isotrope. La seconde, grisâtre, à peine cristallisée, peut passer en continuité à un état isotrope; son analyse à la microsonde indique un enrichissement en silice et, dans une moindre mesure, en magnésium et en alcalins par rapport à la pâte de ciment "saine" voisine (figures 10 et 11). Ces 2 types d'auréoles peuvent exister indépendamment l'une de l'autre.

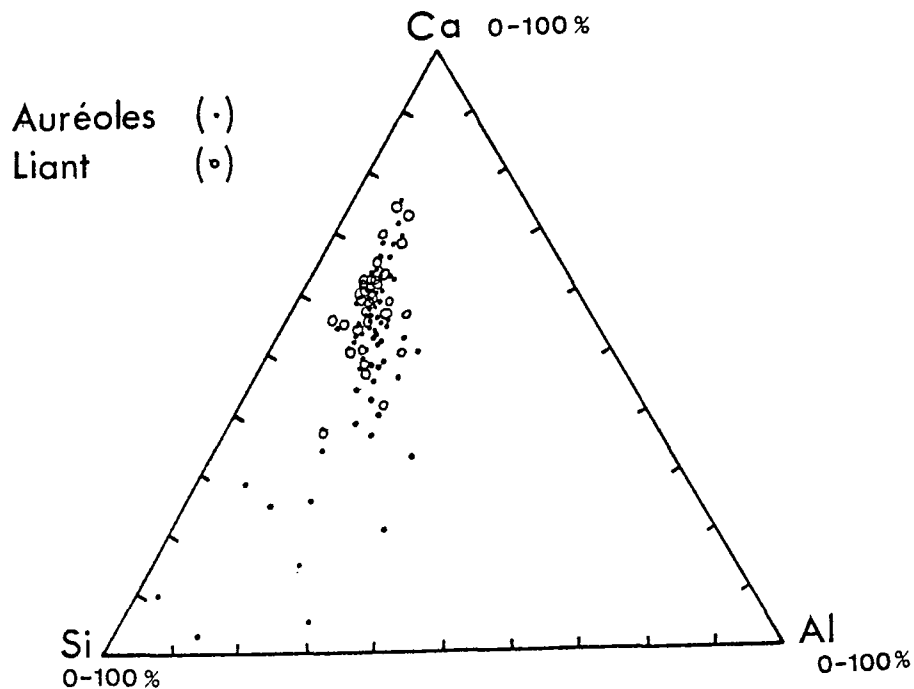


Fig.10.- Diagramme triangulaire tracé à partir de 106 points de mesure à la microsonde de Castaing (temps de comptage moyen : 112 secondes), illustrant l'enrichissement relatif en silicium des auréoles de réaction par rapport au liant "sain".

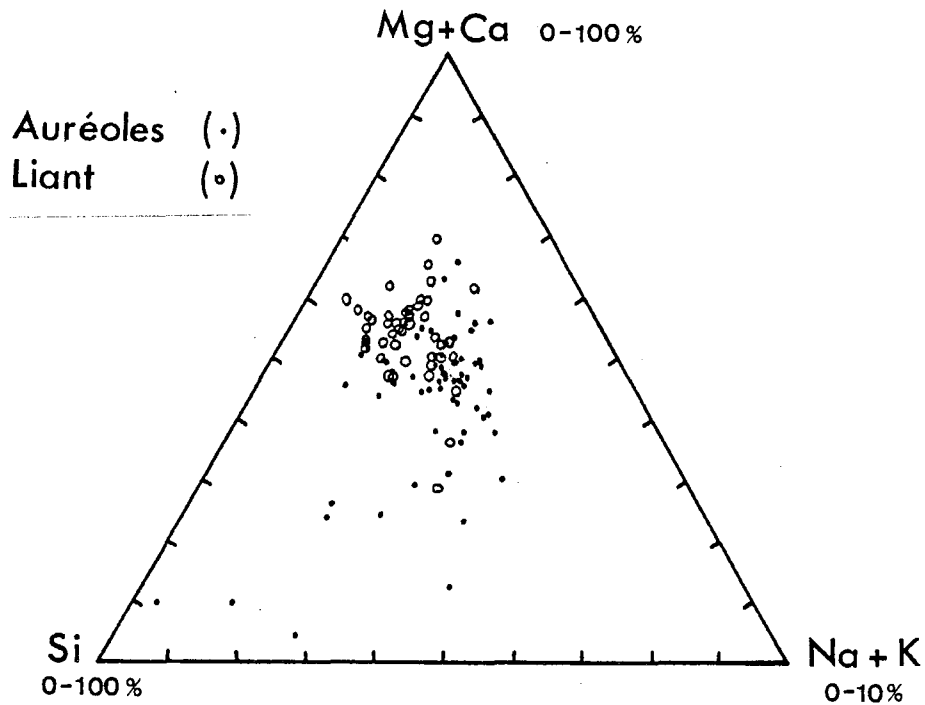


Fig.11.- Diagramme triangulaire tracé à partir de 106 points de mesure à la microsonde de Castaing (temps de comptage moyen : 112 secondes), illustrant l'enrichissement relatif en alcalins  $\text{Na}^+$  et  $\text{K}^+$ .

L'observation au MEB de l'auréole, dans l'empreinte d'un granulat déchaussé, permet de constater un aspect de gel craquelé, apparemment non cristallisé (photo 16). Les fentes sont vraisemblablement dues à sa dessiccation sous le vide et l'impact du faisceau d'électrons du MEB.

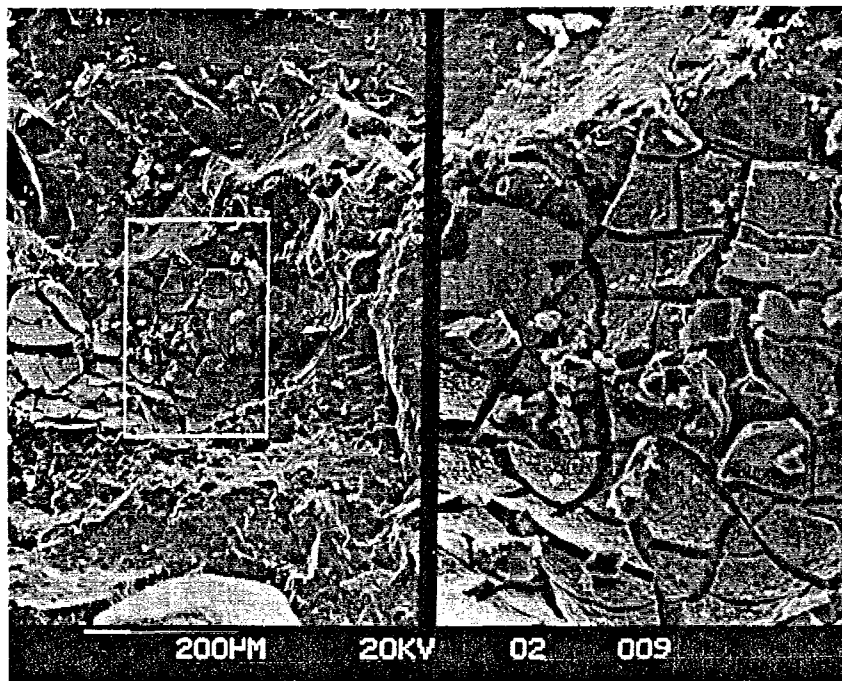


Photo 16.- Gel d'alcali-réaction (craquelé) tapissant l'empreinte d'un granulat déchaussé (béton de la galerie du Bourget)(MEB).

Ces descriptions permettent d'établir un parallèle avec les descriptions, récentes, de la réaction alcali-granulats apparaissant dans certains bétons.

Les premiers exemples de cette réaction ont été observés aux Etats-Unis, Canada, Afrique du Sud et pays scandinaves, en particulier par Stanton (1940) qui l'a découverte dans des bétons préparés avec des sables contenant des silices réactives. Ainsi, telle qu'elle est évoquée par la majorité des auteurs (Steopoe, 1970 ; Diamond, 1975 ; Lesage et Sierra, 1977 ; Leroux et Cador, 1984 ; Stievenard-Gireaud, 1987 ; Regourd, 1982b, 1988 ; Poitevin et Regourd, 1983 ; Wood, 1988 ; Deloye, 1989, etc.), cette réaction met en jeu un complexe de réactions à l'intérieur du couple liant-granulat.

Elle fait intervenir certaines formes de silice amorphe (groupes silanols et ponts siloxanes) issue de minéraux siliceux (préférentiellement opales, silex, calcédoines, quartz à extinction "roulante", etc.) ou silicatés, en raison du pH très alcalin du ciment (imposé par la chaux) : la solubilité de la silice augmentant considérablement lorsque le pH du milieu devient fortement basique, celle-ci va tendre à migrer.

Cette silice va réagir avec les alcalins  $\text{Na}^+$  et  $\text{K}^+$  du ciment libérés pendant son hydratation, mais aussi avec ceux pouvant provenir de minéraux hydrolysés de granulats, tels les feldspaths, micas, argiles, ainsi que de certains adjuvants. En présence d'humidité, plus particulièrement dans le cas de cycles dessiccation-humidification, la silice et les alcalins réagissent ensemble dans le sens d'une neutralisation, comme une réaction acide-base, pour former un gel silico-alcalin hydraté, susceptible de provoquer l'éclatement d'un béton par son gonflement.

Les différents auteurs s'accordent pour dire qu'il existe un "pessimum content" ou quantité optimale de granulats réactifs dans le mélange granulaire d'un béton, qui entraîne une expansion maximale; elle se situe entre 3 et 5 %, en fonction de la taille et la réactivité des éléments.

Il semble également que les granulats "polyphasés" siliceux peuvent à eux seuls fournir tous les éléments nécessaires à cette réaction...

Il est à noter que la chaux libre (ou portlandite) peut participer à cette réaction, si elle est en excès, pour former un gel contenant du calcium, silico-calco-alcalin donc, moins gonflant cependant que s'il était purement sodique ou potassique (Poitevin et Regourd, 1983).

L'hydratation de ces gels engendre des pressions suffisamment élevées pour rompre le béton et favoriser ainsi l'auto-entretien de la réaction par une percolation facilitée de l'eau, indépendamment donc de la perméabilité du milieu.

La cinétique de cette réaction est encore mal connue, les exemples connus étant d'âges très variés (2 à 30 ans).

Ce gel est à rapprocher de l'auréole blanchâtre millimétrique observée en périphérie de nombreux granulats (photos 14 et 15); cependant, la polarisation de ces auréoles en lumière polarisée indique l'existence de corps cristallisés et non d'un gel amorphe : ce dernier cristallise donc ensuite lentement, ce que pouvait laisser supposer l'existence des 2 types d'auréoles observées.

Dans le cas présent, il serait intéressant de doser les alcalins du ciment (ou  $\text{Na}_2\text{O}$  équivalent, soit  $\text{Na}_2\text{O} + 0,658 \text{K}_2\text{O}$ ) (norme américaine ASTM C 150-74 A). Cependant, à défaut d'avoir pu obtenir un échantillon du ciment originel non hydraté, la teneur en alcalins a été estimée à partir de 20 analyses à la microsonde sur le ciment hydraté; le  $\text{Na}_2\text{O}$



équivalent ressort à 0,99 % (la limite supérieure admise par la norme étant de 0,60 %). Il convient cependant d'être très prudent quant à l'interprétation de cette valeur. En effet, la norme prévoit d'analyser un échantillon de ciment non hydraté; de plus, un ciment est hétérogène à l'échelle du faisceau de la microsonde, étant composé par définition d'éléments plus ou moins complètement hydratés et par conséquent de composition variable (voir Autefage et Fontan, 1985). Une analyse chimique prenant en compte l'ensemble des hydrates serait dans ce cas déjà plus juste, à condition de séparer au préalable les granulats.

Un apport en alcalins par les illites, les micas et les feldspaths est malgré tout envisageable, ces derniers étant en général dans un état d'altération assez avancé (séricitisés); leur hydrolyse libère des alcalins  $\text{Na}^+$  et  $\text{K}^+$ , des hydromicas (observés) ainsi que de la kaolinite (Le Roux et Cador, 1984).

Le béton ne contenant pas d'agrégats dolomitiques, l'enrichissement en magnésium constaté à l'intérieur de ces auréoles pourrait quant à lui être rattaché à une réaction de certains minéraux argileux : smectites magnésiennes, chlorites ferro-magnésiennes, glauconies.

Il existe donc ici une amorce de réaction alcali-granulats, qui peut, à ce stade, s'arrêter par épuisement des fractions réactives des granulats, du ciment et de la molasse, comme continuer à évoluer et produire un gel silico-calco-alcalin gonflant aux effets évolutifs connus.

#### *b) L'ettringite*

Un dernier point sur l'altération de ce béton concerne la présence d'ettringite (ou sel de Candlot), reconnue au MEB; ce sulfo-aluminate de calcium hydraté ( $3\text{CaSO}_4\text{Al}_2\text{O}_3\text{3CaO}\cdot 32\text{H}_2\text{O}$ ), du système hexagonal (Lachaud, 1979), se présente soit sous la forme de feutrages, soit en fins "bouquets", toujours à l'intérieur de fissures ou dans la cavité d'un granulat déchaussé (photos 17 et 18). Ces cristaux, assez massifs, présentent cependant l'habitus de la thaumasite ( $\text{CaSO}_4\text{,CaSiO}_3\text{,CaCO}_3\text{,15H}_2\text{O}$ ), mais leur analyse à la microsonde de Castaing couplée au MEB indique la présence de calcium, soufre, aluminium et, en très faibles quantités, de potassium. La présence de l'aluminium et surtout l'absence de silicium excluent donc la thaumasite.

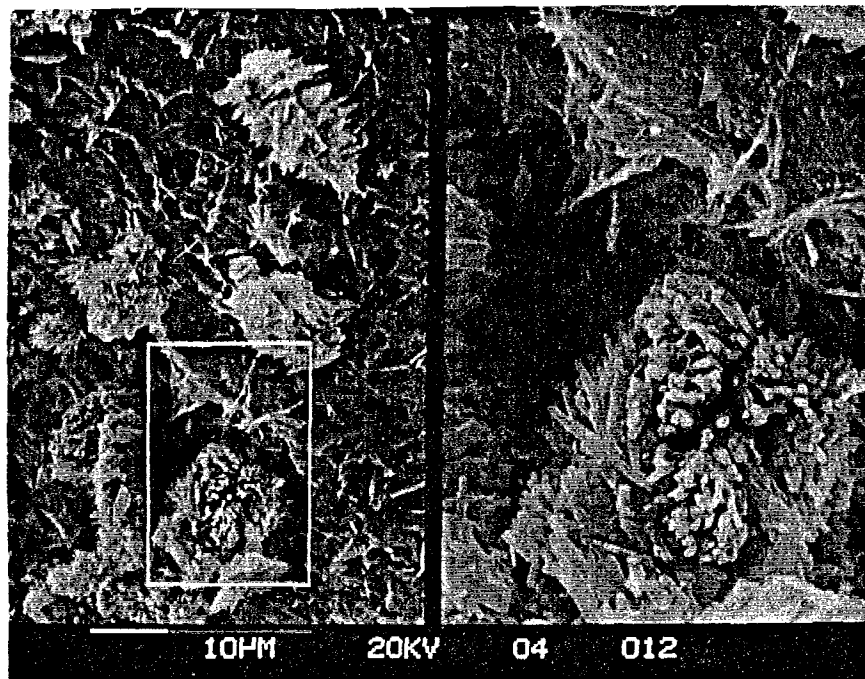


Photo 17.- Bouquets d'ettringite (ou de thaumasite ?) à l'intérieur de la cavité laissée par un granulat déchaussé (béton de la galerie du Bourget)(MEB).

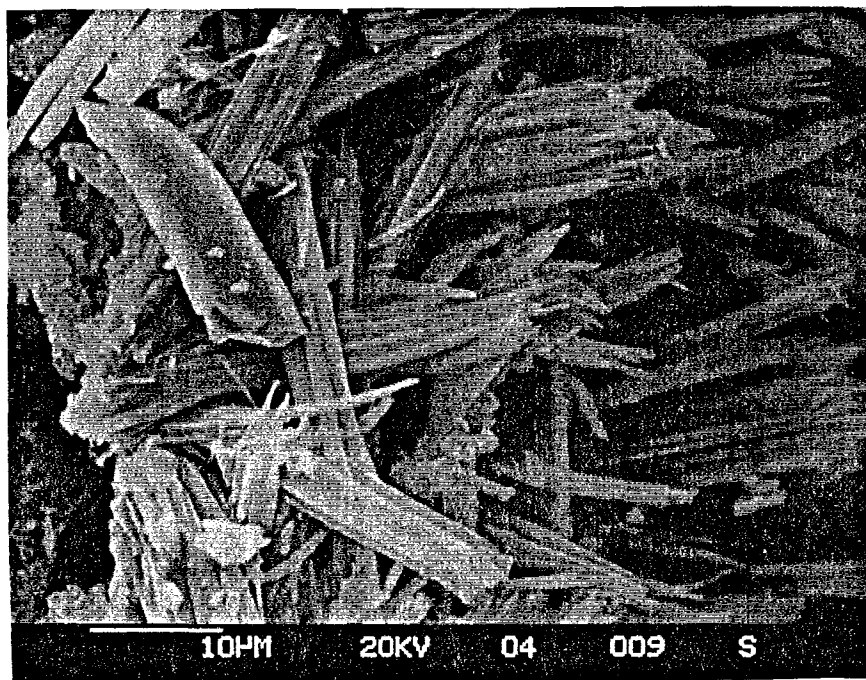
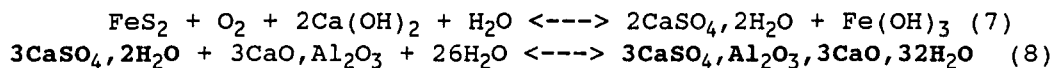


Photo 18.- Détail de la photo précédente : cristaux d'ettringite (ou de thaumasite ?) à l'intérieur de la cavité laissée par un granulat déchaussé (béton de la galerie du Bourget)(MEB).

Ce minéral est cependant invisible macroscopiquement et n'a pas été détecté aux rayons X. L'existence d'un seuil de détection pour les espèces minéralogiques peu abondantes par diffractométrie des rayons X fixe à ce propos les limites de la méthode (le même constat avait déjà été formulé à propos des pyrites de la molasse, passées également inaperçues aux rayons X (moins de 1 %...)).

D'après la majorité des auteurs (Regourd, 1982a, 1982b ; Oberholster et Krüger, 1984 ; Deloye, 1982, 1989 ; Dron et Brivot, 1989, etc.), l'attaque du béton par les sulfates provenant de l'oxydation de granulats sulfurés engendrerait la cristallisation d'ettringite, qui peut se décomposer ainsi (Vazquez et Toral, 1984) (7)(8) :



Il reste néanmoins que l'apparition de l'ettringite secondaire, comme de la thaumasite, est toujours à craindre pour un béton, en raison de leurs propriétés gonflantes, liées à une forte teneur en eau (leurs densités respectives, faibles, sont de 1,75 et 1,87). La pression de cristallisation de l'ettringite, très forte, varie entre 20 MPa (Cirodde et Rousseau, 1980) et 70 MPa (Dron et Brivot, 1989).

L'ettringite secondaire, en utilisant une partie de la chaux qui participe à la résistance à la traction du ciment, affaiblit ce dernier, ce qui amplifie les effets de son action expansive. Il convient cependant de relativiser son importance dans le béton, mineure, par rapport aux abondantes cristallisations de gypse observées dans la molasse.

Il est à noter que de nombreux amas de chaux, en petites plaquettes bien cristallisées à l'intérieur de micro-cavités circulaires, ont été observés.

Cette cristallisation d'ettringite est cependant surprenante ici dans la mesure où le liant employé est un ciment au laitier, à priori peu sensible aux sulfates (d'après les recommandations internationales : Adam, 1976 ; Regourd, 1982b). Un ajout de fumées de silice aurait sans doute été encore plus bénéfique pour la contrer (Ranc et al., 1990) : ce sous-produit de la fabrication du silicium ou du ferro-silicium est connue pour être une pouzzolane très active; en effet, sa très grande finesse, sa haute teneur en silice et son caractère vitreux peuvent disperser les réactions avec le liant et ainsi diviser leurs effets néfastes.

### 3.3.- Recherche d'une liaison entre l'altération du béton et de la molasse

Il s'agit, en premier lieu, de rechercher la possibilité d'une liaison entre la réaction alcali-granulats et la cristallisation d'ettringite, au sein de la frange externe altérée du béton.

Sans que la liaison entre les 2 réactions ait été clairement établie (Poitevin et Regourd, 1983 ; Le Roux, 1988 ; Deloye, 1989), il semble que la néoformation d'ettringite est toujours associée de près ou de loin à une réaction alcali-granulats. Ainsi, sa cristallisation est à rattacher à la combinaison des aluminates de calcium de la pâte de ciment ( $\text{Al}_2\text{O}_3, 3\text{CaO}$ , ou, en terminologie cimentière, la phase  $\text{C}_3\text{A}$  où  $\text{C}=\text{CaO}$  et  $\text{A}=\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et des argiles (illites) avec des solutions sulfatées (Deloye, 1989) : ces dernières seraient dans le cas présent vraisemblablement issues de la molasse. Par ailleurs, toujours selon cet auteur, une libération de silice et de potassium accompagne cette

réaction et ceux-ci pourront à nouveau réagir avec la chaux libre du ciment (ou portlandite), pour participer à la formation du gel silico-calco-potassique gonflant.

Une hypothèse personnelle pour tenter d'expliquer cette liaison entre la cristallisation d'ettringite et la réaction alcali-granulats est représentée par l'acide sulfurique produit par l'oxydation des pyrites. Les effets de cet acide ont été reconnus par différents auteurs (Farran, 1950 ; Baudracco, 1978), qui l'ont qualifié comme l'acide le plus agressif (dilué en solution amenée à pH 2) entre l'acide chlorhydrique, nitrique et acétique vis-à-vis des feldspaths et micas d'un granite; le résultat de son attaque est la mise en solution des oxydes  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $FeO$ ,  $CaO$ ,  $MgO$  et surtout  $Na_2O$  et  $K_2O$ . Il est donc tout à fait envisageable que ce même acide, produit par l'oxydation des pyrites de la molasse, ait, conjointement à la dissolution de la calcite, favorisé l'hydrolyse des micas et feldspaths et provoqué une libération d'ions alcalins, qui se seraient infiltrés dans le béton au même titre que les solutions sulfatées. Cette acidité créée expliquerait également la libération du fer par les chlorites et glauconies (fig.9).

Ainsi, il est couramment rapporté que des cristallisations d'ettringite accompagnent les réactions alcali-granulats : ne serait-ce pas l'inverse, c'est-à-dire que ce seraient les réactions alcali-granulats qui accompagneraient la cristallisation d'ettringite ? En effet, cette dernière est directement subordonnée aux sulfates, donc à la production d'acide sulfurique (par l'oxydation des pyrites) et ainsi contemporaine de la libération d'ions alcalins par les silicates attaqués par l'acide sulfurique; ces alcalins peuvent alors s'additionner à ceux du ciment et ainsi favoriser l'apparition d'une réaction alcali-silice.

*Les pyrites seraient donc le lien entre la cristallisation d'ettringite et la réaction alcali-granulats.*

Cependant, cette hypothèse ne tient pas compte des vitesses de réaction, la dissolution de la calcite étant vraisemblablement plus rapide que celle de l'hydrolyse des feldspaths; il ne s'agit donc que d'une hypothèse de principe qu'il conviendrait d'étayer par des expérimentations bien précises.

Enfin, d'une façon plus globale, les pyrites ont non seulement provoqué le gonflement de la molasse, par le biais de la cristallisation de gypse, mais aussi contaminé le béton, par les sulfates d'une part et les ions alcalins d'autre part (respectivement responsables de la cristallisation d'ettringite et de l'alcali-réaction naissante), avec pour conséquence une fragilisation du revêtement bétonné, qui s'est rompu sous la poussée de la molasse.

La localisation "externe" (ou côté galerie) de la tranche de béton altéré, à priori paradoxale compte-tenu de l'origine "interne" des solutions sulfatées (côté molasse), peut indiquer la dépendance de ce type de réactions avec l'air et l'humidité apportés par la galerie.

Ainsi, il est possible que l'ensemble des réactions évoquées aient pu s'enchaîner de la façon suivante :

- suite au passage du tunnelier et à la décompression du massif résultante, une fissuration de la molasse se produit et les pyrites, en s'oxydant, libèrent de l'acide sulfurique;

- la première conséquence est une néoformation de gypse après réaction de l'acide sulfurique avec la calcite du ciment de la molasse;
- la deuxième conséquence de ces néoformations gypseuses est un gonflement de la molasse;
- il en résulte une migration facilitée des solutions sulfatées (résultant de la dissolution du gypse néoformé par des eaux d'infiltration) ainsi que de l'acide sulfurique à travers la molasse fissurée;
- ces solutions s'accumulent en arrière du revêtement bétonné (qui fait office provisoirement de "barrage"), provoquant ainsi une dissolution accrue du ciment calcitique de la molasse, de nombreuses cristallisations de gypse et une hydrolyse accrue des feldspaths et micas, qui libèrent ainsi des ions alcalins;
- des solutions sulfatées et alcalines s'infiltrèrent à travers le béton;
- la conséquence est une cristallisation d'ettringite et une amorce de réaction alcali-granulats dans la tranche externe du béton, soumise à un "marnage" par les eaux et l'atmosphère de la galerie;
- dans certains cas, le béton éclate et provoque des "chapelles", suite à la poussée développée par le gonflement de la molasse et à l'affaiblissement du béton (réaction alcali-granulats, cristallisation d'ettringite, épaisseur plus faible liée à la mise en oeuvre par projection);
- dans d'autres cas, là où le béton est plus résistant (présence d'une armature métallique dans la carotte 8904), des fluides entraînent la molasse "ramollie" par l'acide sulfurique et provoquent la formation de conduits.

#### 4.- CONCLUSION

Cet ouvrage de génie-civil nous montre donc comment 2 matériaux bien distincts - la molasse et le béton - à priori de bonne qualité, ont évolué dans le sens d'une altération.

Le point de départ de cette dégradation du revêtement bétonné est l'oxydation des pyrites de la molasse. Le produit de cette réaction est une libération d'acide sulfurique, qui en réagissant avec le ciment calcitique de la molasse, a provoqué la formation de sulfates de calcium : leur cristallisation en gypse a provoqué une augmentation de volume de la molasse. De même, cet acide a pu dissoudre les carbonates ou la chaux du béton (expliquant ainsi la perte de cohésion de ces matériaux, comme de la molasse au contact du béton) et également pu favoriser l'hydrolyse des feldspaths et micas, dont le résultat est une libération d'ions alcalins (voir Baudracco, 1978).

La première conséquence est que les solutions sulfatées ont pu "contaminer" le béton du revêtement, en provoquant l'apparition d'ettringite gonflante à l'intérieur; la seconde conséquence est un apport possible en ions alcalins au ciment (issus de l'hydrolyse des feldspaths et micas de la molasse), à même d'alimenter une réaction alcali-granulats naissante, à l'interface du liant avec les granulats, zone "d'affrontement chimique" entre ces 2 composants. L'état d'altération avancé des micas et feldspaths (séricitisés) atteste cette possibilité d'une libération d'ions alcalins, nécessaires à cette réaction.

La cause commune à ces 3 formes d'évolutions de matériaux reconnues (gonflement de la molasse, réaction alcali-granulats plus cristallisation d'ettringite dans le béton) est donc établie : il s'agit de l'oxydation des pyrites. Celles-ci ont non seulement provoqué le gonflement de la molasse, par le biais d'une cristallisation importante de gypse mais aussi contaminé le béton avec les sulfates d'une part et des ions alcalins d'autre part (respectivement responsables de la cristallisation d'ettringite et de l'alcali-réaction naissante) : le résultat est une fragilisation du revêtement bétonné qui s'est ainsi rompu sous la poussée due au gonflement de la molasse.

La localisation de la "tranche" de béton altéré au contact de l'atmosphère interne de la galerie, véhiculant un air tiède et humide, souligne l'effet de ce dernier dans la carbonatation du liant et la réaction alcali-granulats mises en évidence, qui n'existent pas du côté de la molasse; de même, les portions de béton en base de galerie, immergées, n'ont pas éclaté, soulignant également l'importance de l'air.

L'eau (l'humidité) et surtout l'oxygène de l'air sont donc indispensables à toutes ces évolutions de matériaux, mais leur présence est due essentiellement aux travaux de percement et à l'exploitation de l'ouvrage qui ont permis leur combinaison, fondamentale pour une oxydation.

La cinétique de ces réactions peut s'ordonner de la façon suivante :

- oxydation des pyrites de la molasse;
- dissolution de la calcite de la molasse;
- cristallisation de gypse dans la molasse;
- cristallisation d'ettringite dans le béton;
- hydrolyse de silicates dans la molasse;
- réaction alcali-granulats dans le béton.

Une dizaine d'années ont été nécessaires pour que ces réactions se soldent par une dégradation de l'ouvrage.

Cet exemple confirme aussi la réactivité plus prononcée des espèces minéralogiques de petite taille en raison de l'importance de leur surface spécifique. Ainsi, seules les pyrites d'environ 20  $\mu\text{m}$ , présentant le faciès framboïdal, sont oxydées : les individus de 200  $\mu\text{m}$  des lamines "grossières" ne sont apparemment pas affectées.

Le milieu naturel est donc un équilibre fragile, qui peut être facilement rompu à l'occasion d'un percement de galerie, de fondations, de travaux de fouilles, d'exploitation... et qu'il convient donc de connaître la pétrographie des formations traversées pour prévenir au maximum les risques de dégradations prématurées.

## B] LE GONFLEMENT DU BARRAGE DU CHAMBON EN ISERE.

Situé dans un verrou glaciaire de la vallée de la Romanche, à l'amont du village du Freney d'Oisans (Isère) et en bordure de la route menant de Bourg Saint Maurice au Col du Lautaret, le barrage du Chambon crée un lac artificiel à 1040 m d'altitude (fig.12).

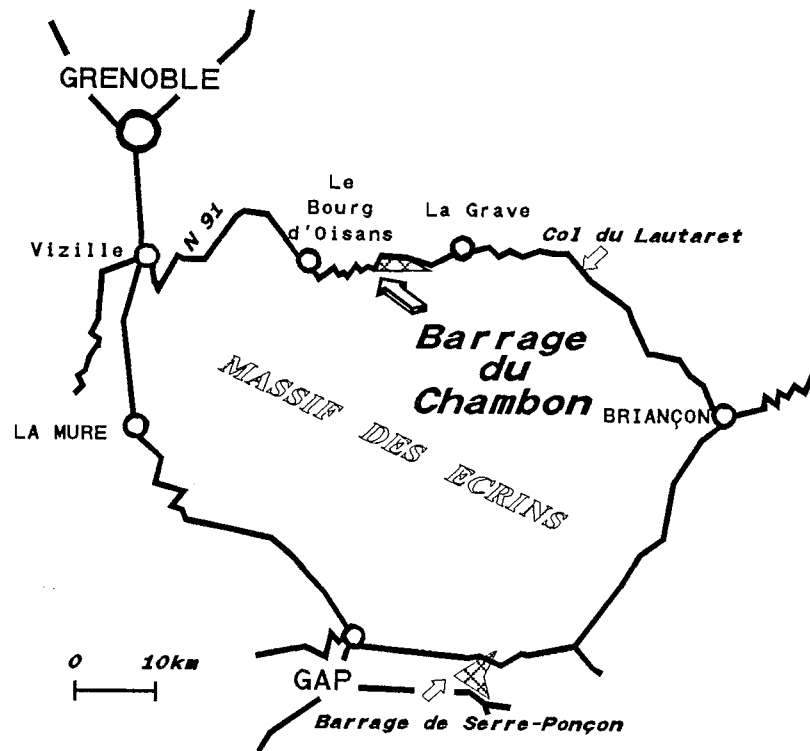


Fig.12.- Situation géographique du barrage du Chambon (Isère).

Cette retenue, de  $50 \cdot 10^6 \text{ m}^3$  d'eau, représente un potentiel électrique de 200 GWh exploité par Electricité de France, et permet en outre de réguler le cours de la Romanche.

### 1.- DESCRIPTION DE L'OUVRAGE

Cet ouvrage, construit entre 1930 et 1934, est du type barrage poids. Il a pour principales caractéristiques une épaisseur de 70 m à la base et de 5 m au sommet, une hauteur sur fondations de 136,70 m et une longueur en couronnement de 293,60 m. Son tracé en plan comporte une partie rectiligne prolongée par une partie courbe dans la zone des évacuateurs, en rive gauche, qui se trouve être également la partie la moins massive de l'ouvrage (fig.13).

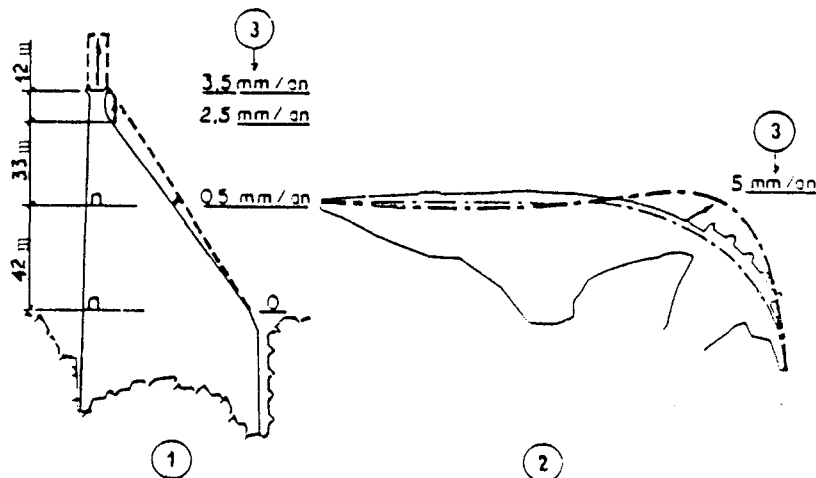


Fig.13.- Plan de l'ouvrage et amplitude des déformations (1 : coupe, 2 : vue en plan, 3 : amplitude des déformations en mm/an)(d'après Millet et al., 1985).

Le béton mis en oeuvre était de type cyclopéen, c'est-à-dire composé de granulats pouvant atteindre un diamètre de 800 mm. Le ciment utilisé était un CPA, fabriqué à l'usine Vicat de Genevrey de Vif; il n'était pas uniforme dans la masse du barrage (dosé de 150 à 250 kg/m<sup>3</sup>).

## 2.- NATURE ET HISTORIQUE DES DEGRADATIONS

Les relevés topographiques régulièrement effectués ont révélé, dès 1950, un gonflement généralisé de toute la masse du béton (Millet et al., 1985 ; Corneille, 1988). Ainsi, il s'est avéré que l'édifice était le siège de déplacements irréversibles tendant à soulever la crête tout en la rapprochant de la rive droite, tandis que la partie rive gauche subissait une flexion à la fois vers l'amont et vers la rive gauche (fig.13).

La première fissure est apparue en 1958 au pied du déversoir de crues. Par la suite, ces mouvements relatifs se sont déplacés au sein de l'ouvrage et de nombreuses autres fissures sont apparues dans la zone de l'évacuateur de crues. Plus récemment, les gonflements se sont ralentis horizontalement mais le soulèvement de la crête a semblé s'accélérer.

La mesure de ces déplacements a fait ressortir une dilatation de 140  $\mu$  par m et par an entre les cotes 1030 et 1042 et de 25  $\mu$  par m et par an en dessous de la cote 1030 du barrage, soit un soulèvement moyen annuel de 3,13 mm (document interne GRPH "Alpes", 1975). La partie supérieure de l'ouvrage a donc un taux de gonflement plus élevé.

## 3.- RECHERCHE DE L'ORIGINE DES DEGATS

Suite à ces constats de gonflement du béton menaçant la pérennité de l'ouvrage, EDF a immédiatement recherché les causes possibles; celles-ci pouvaient être diverses et être liées notamment :

- à la roche d'appui du barrage;
- aux granulats;
- au liant;
- à l'eau.

De multiples analyses et essais visant à rechercher l'origine de ces dégats ont donc été accomplis; un certain nombre d'hypothèses ont été avancées, parfois très différentes, avant que les avis semblent converger pour une même explication.

Il apparaît donc utile, dans un premier temps, de rappeler les conclusions de ces travaux antérieurs, afin de souligner la complexité et la multitude des réactions pouvant intervenir.

Dans un second temps, après une analyse critique de ces résultats, mes propres observations, portant sur une carotte de ce béton altéré, seront exposées.



### 3.1.- Revue des travaux antérieurs

#### 3.1.1.- Synthèse des rapports

Les différentes études des organismes consultés par EDF, de 1974 à 1977, sont inédites, ces rapports techniques étant la propriété d'Electricité de France (diffusion restreinte).

La première possibilité évoquée, à savoir la déformation des roches de fondation du barrage (gneiss et micaschistes primaires, dolomies triasiques), a été assez vite écartée par les experts, surtout quand ils se sont aperçus que le barrage n'était pas seulement le siège de mouvements mais qu'il gonflait dans sa masse. Elle avait été envisagée pour 2 raisons : la découverte de montmorillonites et de pyrites dans les gneiss, sources possibles de gonflements et déformations, mais aussi l'existence supposée de niveaux sulfatés (jamais observés) à l'intérieur des dolomies triasiques, qui auraient été dissous. Mais face aux nombreux signes d'altération au sein même du béton, les avis ont vite convergé quant à sa responsabilité quasi unique d'un gonflement de l'ouvrage lui-même.

En regard de la composition minéralogique des granulats de gneiss et de micaschistes de ce béton, 3 grandes hypothèses ont été formulées :

Une première réaction possible, liée aux possibilités d'expansion de la montmorillonite, identifiée aux rayons X au sein de certains granulats schisteux ou gneissiques. L'origine de cette argile se trouve dans l'altération poussée des nombreux feldspaths des gneiss et micaschistes, facilitée par le milieu à la fois basique et magnésien du ciment. Sa présence dans les granulats peut donc être un argument suffisant pour justifier le gonflement et la fissuration du béton. Son rôle dans la déformation des assises apparaît moins évidente.

Une deuxième réaction évoquée est liée à la présence constante de pyrites au sein des granulats gneissiques. Ces sulfures de fer, comme il a déjà été montré au chapitre II.A à propos de la galerie du Bourget, ont la propriété de s'oxyder facilement en raison de leur état réduit et de libérer entre autres de l'acide sulfurique, qui peut entraîner la formation de gypse s'il existe une phase calcitique à proximité; cet acide peut également dissoudre certains composants du béton, tandis que les sulfates de calcium libérés vont réagir avec les aluminates de calcium du ciment (phase "C<sub>3</sub>A" des cimentiers), pour entraîner la cristallisation d'ettringite gonflantes (identifiée).

La troisième explication proposée est celle d'une réaction alcali-granulats : celle-ci met en jeu à la fois les alcalins libérés par l'hydrolyse des feldspaths et micas (en voie d'altération) et, dans une moindre mesure, de ceux du ciment, avec certaines formes de silice amorphe, ou même de quartz à extinction "roulante" présents dans les gneiss (Le Roux, 1988). En effet, la silice devient très soluble lorsque le pH du milieu est fortement basique et va tendre à migrer en solution. Le résultat est la formation d'un gel siliceux et alcalin hydraté, reconnu en périphérie de nombreux granulats, sous la forme d'une auréole blanchâtre millimétrique. La réaction est auto-entretenu par le délitage

successif des feuilletés les plus sensibles. Le pH naturellement alcalin du ciment est à même de favoriser cette réaction, qui se solde donc par une exudation de gel gonflant, susceptible de provoquer l'éclatement du béton.

### 3.1.2.- Analyse critique

L'origine du gonflement de ce barrage peut se trouver dans un de ces 3 modèles proposés, ou participer simplement un peu de chaque, ceux-ci regroupant en fait la plupart des causes connues de gonflement de béton non armé ! (il ne manque que l'expansion d'oxydes de calcium ou magnésium).

Une première remarque concernant le rôle des montmorillonites est lié au fait qu'il a fallu près de 15 années pour que les gonflements apparaissent dans le barrage; or les essais de laboratoire montrent toujours que le gonflement, aussi fort soit-il, atteint son maximum après une journée et se stabilise après quelques jours... Les différents intervenants ont admis le gel observé en périphérie de certains granulats comme cause probable des désordres, mais un désaccord subsiste quant à son origine exacte: s'agit-il d'un gel de réaction alcali-granulats ou de néoformation argileuse ? Les avis convergent pour dire qu'il s'agit vraisemblablement d'un produit de dégradation des feldspaths et micas gneissiques (par lessivage des feuilletés les plus sensibles, en milieu alcalin), soit en relation avec une réaction alcali-granulats, soit avec une néoformation de montmorillonite : ces 2 dernières hypothèses permettent d'expliquer alors le temps mis par la réaction (15 années environ) pour s'exprimer. Mais l'analyse du gel - à priori non cristallisé - à la microsonde a donné essentiellement silicium, calcium et en quantité moindre potassium. La carence en aluminium ne renforce pas la thèse d'une néoformation de montmorillonites, même à l'état de gel.

Par ailleurs, il a été prouvé par des essais que les granulats se situaient à la limite de la "zone de non-réactivité" définie par la norme américaine ASTM C 289-71 (dont l'équivalent français est l'essai NF P 18-584 d'octobre 1981), qui vise à estimer la réactivité potentielle de type alcali-silice d'un granulats avec les alcalis contenus dans les ciments Portlands. Il est alors possible de se retrancher derrière cet essai et de conclure qu'il ne s'agit pas d'une réaction alcali-granulats, mais comme l'ont démontré de nombreux auteurs (Poitevin et Regourd, 1983 ; Barisone, 1984 ; Oberholster et Davies, 1986 ; Le Roux, 1988 ; Regourd, 1988 ; Ranc et al., 1990, etc.), cet essai n'est pas adapté aux granulats silicatés, pas plus d'ailleurs qu'aux granulats calcaires...

Un autre essai (ASTM C 227-71) (équivalent à la norme NF P 18-585 d'octobre 1981), mondialement utilisé pour évaluer la réactivité des granulats en milieu alcalin, a également été jugé peu fiable par ces mêmes auteurs, car trop court et donc pas assez représentatif.

La teneur en alcalins du ciment a par ailleurs été mesurée à 0,59 % (en Na<sub>2</sub>O équivalent); or la norme ASTM C 150-74 A en fixe la limite maximale dans un ciment à 0,60 %. Ceci implique donc une autre source en alcalins, extérieure au ciment, pour alimenter une réaction alcali-granulats.

Ainsi, mis à part le pH fortement basique qu'il induit - nécessaire à cette réaction -, le ciment ne paraît pas incriminé en ce qui concerne sa teneur en alcalins.

Dans tous les cas, l'eau est responsable, non par sa composition mais en tant que "moteur" du gonflement pour les argiles, ou comme intermédiaire dans le cas de lessivage des feldspaths et de solvant de la silice, ou encore d'agent oxydant pour l'oxydation des pyrites. La comparaison entre des analyses d'eau effectuées dans la retenue et au sein de l'ouvrage (drains) révèle un enrichissement très important en ions alcalins des eaux de drainage de l'ouvrage (environ 30 fois supérieur)(rapports inédits).

Le problème reste donc entier, sauf si la notion de réaction alcali-granulats est étendue de façon plus large à l'altération des minéraux des granulats (feldspaths, micas, illites) en milieu alcalin. Les formes de silice réactive, (opales, verres volcaniques, quartz à extinction "roulante", etc.), ainsi que les alcalins du ciment ne sont nécessaires pour cette réaction que lorsque les granulats ne peuvent en céder; ce n'est pas le cas ici où les granulats, en particulier les silicates altérés qui les composent, s'auto-suffisent pour alimenter une telle réaction : la silice réactive peut être fournie par les quartz à extinction "roulante" et les alcalins par l'hydrolyse des feldspaths. Le "milieu béton" ne fait dans ce cas que conférer un pH élevé, favorable à une réaction alcali-granulats et à l'entretien de l'hydrolyse de certains granulats (feldspathiques notamment), de la même façon qu'en milieu naturel, "à lessivage restreint alcalin" selon Millot (1964).

Ainsi, Espagne et al. (1990) résumant clairement la situation en affirmant que "les altérations gonflantes des granulats siliceux et silico-alumineux dans un béton peuvent provenir de la roche seule, indépendamment du liant et de sa nature. Elles peuvent résulter aussi de réactions particulières entre des constituants activés des granulats et des ions alcalins ou alcalino-terreux apportés par le ciment".

### 3.2.- Etude pétrographique d'une carotte de béton altéré

L'analyse de ce béton altéré a été faite à partir d'une seule carotte, sans aucune indication sur le site de carottage dans l'ouvrage. Il faut donc garder à l'esprit que cet échantillon n'est pas forcément représentatif de la totalité de l'ouvrage et ne pas généraliser les conclusions.

Mon objectif n'est pas de refaire ce qui a déjà été fait (avec des moyens beaucoup plus importants) ou d'imaginer à tout prix de nouvelles hypothèses, mais plutôt, en tenant compte des résultats précédents, d'ajouter éventuellement "une pierre à l'édifice" par des observations complémentaires originales, pouvant étayer une des hypothèses.

#### 3.2.1.- Description

Cette carotte se trouve dans un état d'altération avancé : les granulats se déchaussent très facilement à la main et le liant, d'un blanc crayeux, est pulvérulent par endroits et n'offre pratiquement plus de résistance à la cassure.

a) Les granulats

Il s'agit de micaschistes vert-bruns, à la fois compacts et très durs. Leur observation au microscope polarisant confirme les descriptions antérieures : une structure orientée, principalement composée de lits phylliteux alternant avec de petites amandes quartzo-feldspathiques micro-cristallines; de multiples filons calcitiques ou quartzeux, riches en pyrites, divisent l'ensemble (fig.14).

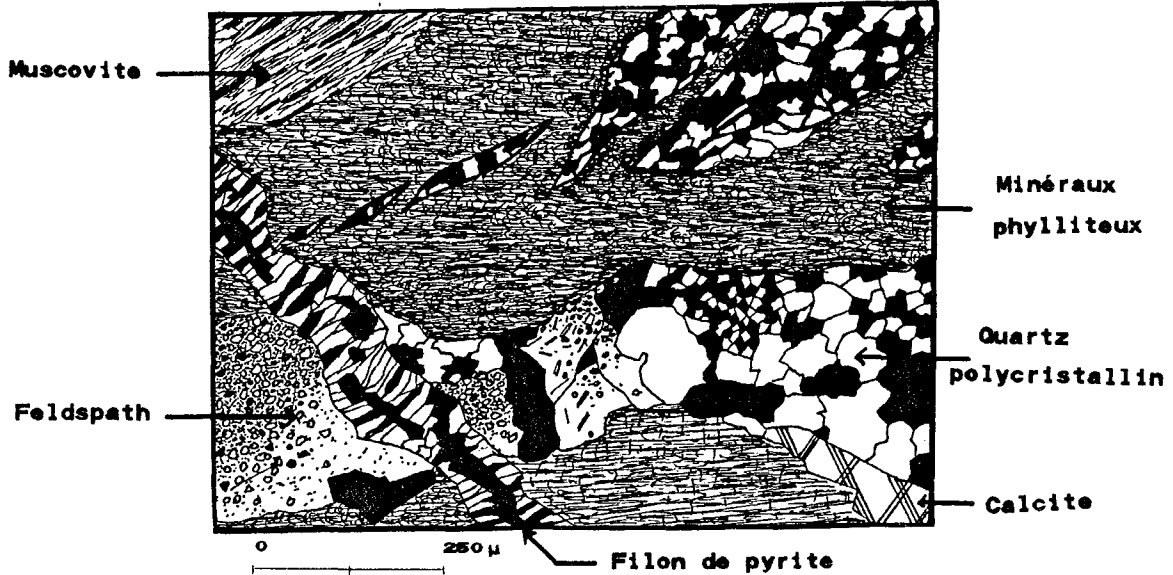


Fig.14.- Aspect d'un granulat de micaschiste : de nombreux filons de quartz ou de calcite, riches en pyrites, recoupent l'ensemble des lits phylliteux et des amandes quartzo-feldspathiques.

Les seuls minéraux présentant des signes d'altération avancée sont les feldspaths, de type alcalins : ils sont recouverts de fines paillettes translucides de séricite (ou hydromuscovite), occultant leurs clivages caractéristiques, conséquence de leur hydrolyse déjà avancée; de nombreuses inclusions de calcite tendent à envahir également leurs clivages (fig.15).

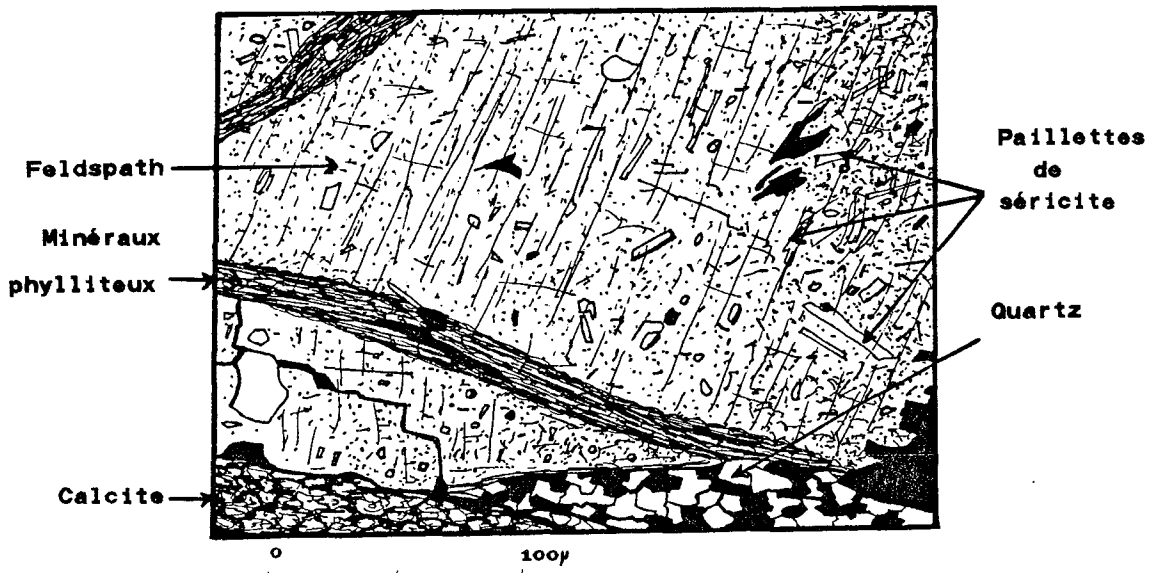


Fig.15.- Feldspath (orthose) fortement séricitisée à l'intérieur d'un granulat.

Quelques biotites chloritisées sont également visibles.

Ces 2 transformations minéralogiques correspondent à des néoformations par "soustraction en milieu alcalin", dans un milieu à lessivage restreint (Milot, 1964).

Les quartz, généralement poly-cristallins, présentent tous une extinction "roulante", typique des minéraux alpins ayant enregistré de fortes contraintes tectoniques, à même de déformer leurs réseaux cristallins.

Les pyrites, d'une centaine de  $\mu\text{m}$  en moyenne, sont bien cristallisées et n'apparaissent quasiment jamais altérées, pour témoin leur reflet bien doré en lumière réfléchiée. Leur association avec de fins cristaux allongés, disposés de façon radiale en périphérie et polarisant dans les gris-blanc du 1<sup>er</sup> ordre, évoque à première vue une croissance de gypse secondaire (photo 19), conséquence de leur oxydation possible (voir chapitre II.A. sur la galerie du Bourget); seule une détermination à la microsonde de Castaing a permis de lever le doute quant à leur nature... purement quartzreuse ! Cet exemple pose le problème de la détermination du gypse au microscope polarisant, difficile à distinguer du quartz quand il est pur et sans macles en chevrons; ceci impose donc le recours à une autre méthode de détermination, à utiliser en parallèle (dureté, coloration, MEB, microsonde...)(voir chapitre III.A.5.2).

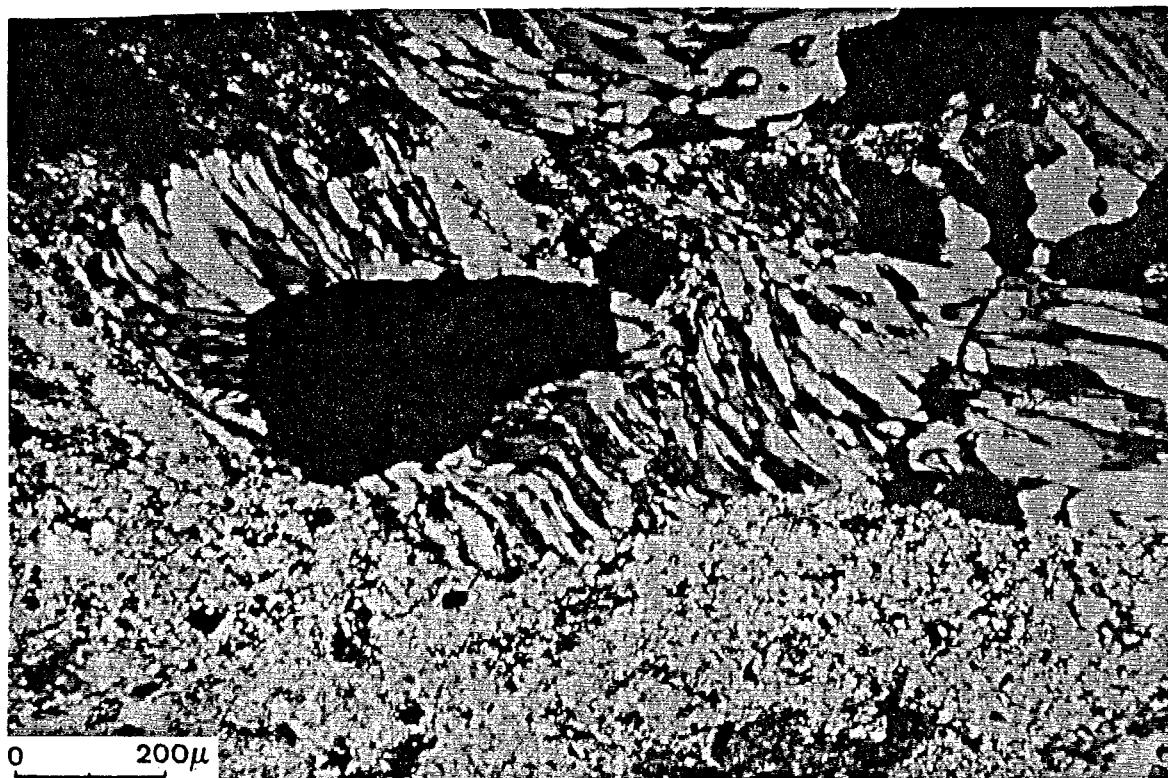


Photo 19.- Pyrite entourée de... quartz à l'intérieur d'un granulat du béton du barrage du Chambon (lumière polarisée).

Le cortège argileux, déterminé par diffractométrie des rayons X, est représenté par des chlorites, illites et kaolinites (fig.16); ces dernières proviennent vraisemblablement de la dégradation des feldspaths. La montmorillonite n'a pas été reconnue.

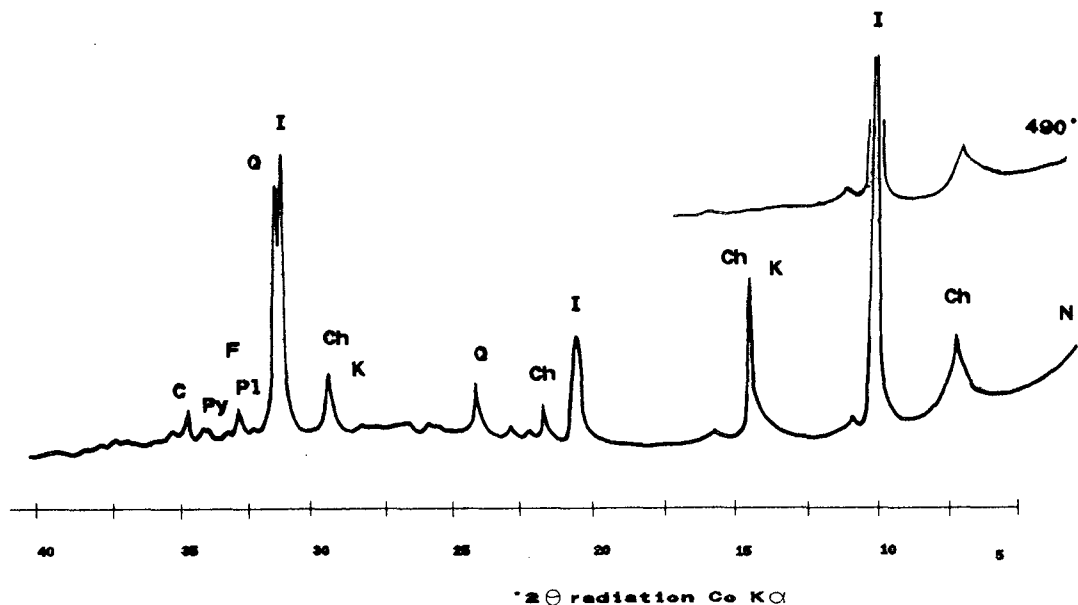


Fig.16.- Diffractogramme des rayons X des micaschistes (Ch = chlorite, I = Illite, K = kaolinite, Q = quartz, F = feldspaths alcalins, Pl = plagioclases, Py = pyrites, C = calcite).

#### b) Le Liant

L'attaque du liant à l'acide chlorhydrique provoque immédiatement une vive effervescence, signe d'une importante carbonatation. Son observation au microscope polarisant confirme ce qui était prévisible macroscopiquement, à savoir une pâte de ciment carbonatée, qui affiche une couleur générale de polarisation voisine de celle d'une micrite (calcite micro-cristalline).

L'analyse diffractométrique de ce liant, séparé soigneusement des granulats à la loupe binoculaire, confirme la présence de la calcite, par un pic bien marqué à 3,03 Å (fig.17).

La texture du liant n'est pas homogène : elle devient par endroits plus grossière (à proximité des pyrites semble-t-il) et adopte un aspect cryptocristallin, grumeleux; il donne l'illusion de "pièces d'or" en lumière polarisée (photo 20). Dans le détail, ces amas arrondis (parfois bien individualisés) d'une dizaine de  $\mu\text{m}$  de diamètre ont, en lumière polarisée, une biréfringence élevée qui évoque la calcite; par contre, leur observation en lumière naturelle est difficile en raison d'un "relief" très faible qui ne permet plus de distinguer leur forme : la calcite est donc exclue. Leur analyse à la microsonde est rendue assez aléatoire pour diverses raisons : la lumière naturelle imposée par cet appareillage en complique la distinction, mais surtout leur nature apparemment hydratée et mal cristallisée n'autorise pas d'analyses rigoureuses en provoquant d'importantes variations de la composition chimique locale (Autefage et Fontan, 1985).

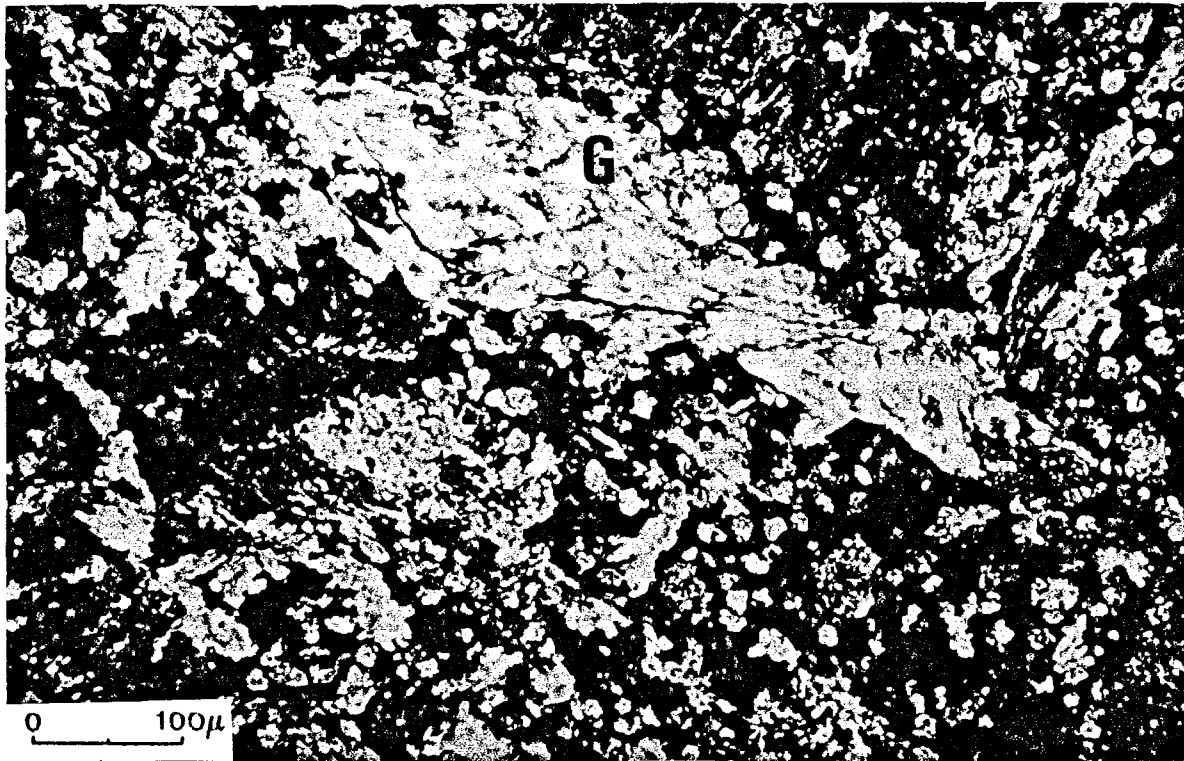


Photo 20.- Cristallisation de gypse (=G) à l'intérieur du liant du béton du barrage du Chambon, très altéré (aspect de "pièces d'or")(lumière polarisée).

Il n'est donc pas possible à ce stade de l'analyse d'expliquer cette forme d'altération du liant. La relation avec les pyrites resterait cependant à confirmer, par la comparaison d'analyses chimiques de ce faciès avec un autre faciès "sain".

Par ailleurs, un amas de gypse a été observé à l'intérieur du liant très altéré; il provient probablement de l'oxydation de pyrites. Sa présence dans la masse du liant a été révélée par une coloration sélective à l'Alizarine, qui a pour particularité de le teinter en violet-rouge, sans colorer la calcite, à la condition d'opérer en milieu fortement basique (Friedman, 1959).

L'analyse diffractométrique a confirmé la présence de gypse, avec un pic aux alentours de 7,6 Å qui s'estompe au traitement par chauffage (fig.17).

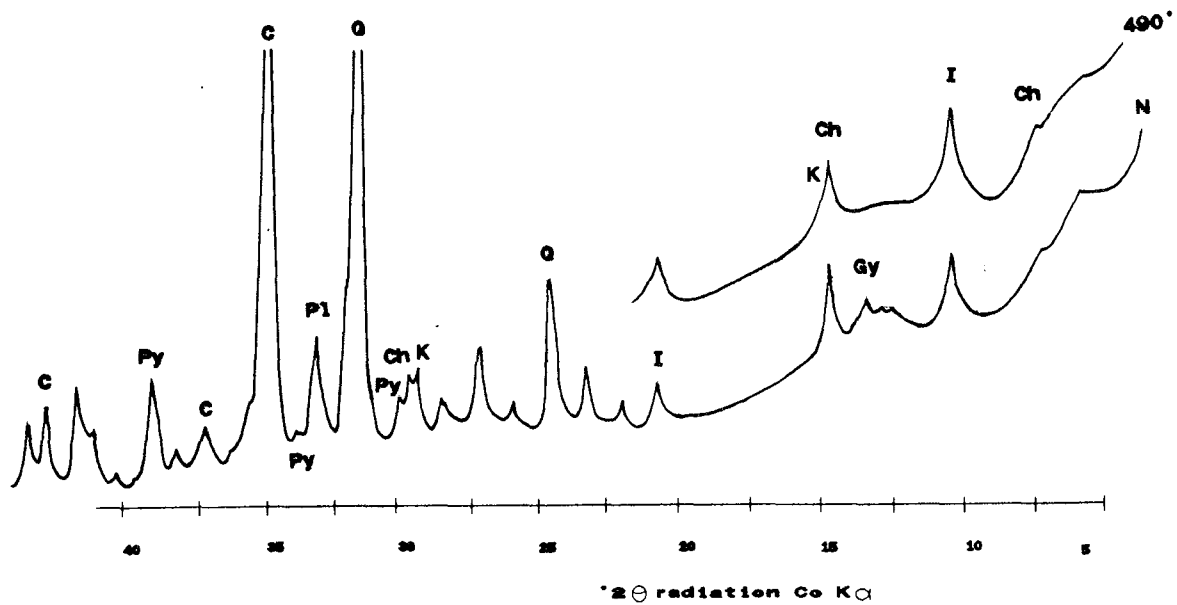


Fig.17.- Diffractogramme des rayons X d'un échantillon de liant séparé du béton du barrage du Chambon (Ch = chlorite, I = Illite, Gy = gypse, K = kaolinite, Q = quartz, Pl = plagioclases, Py = pyrites, C = calcite).

L'observation au MEB d'empreintes de granulats déchaussés montre de multiples cristallisations en pelotes, d'environ 200  $\mu\text{m}$  de diamètre (photo 21); il s'agit d'ettringite, facilement identifiable ici par sa morphologie aciculaire en prismes hexagonaux (photo 22).

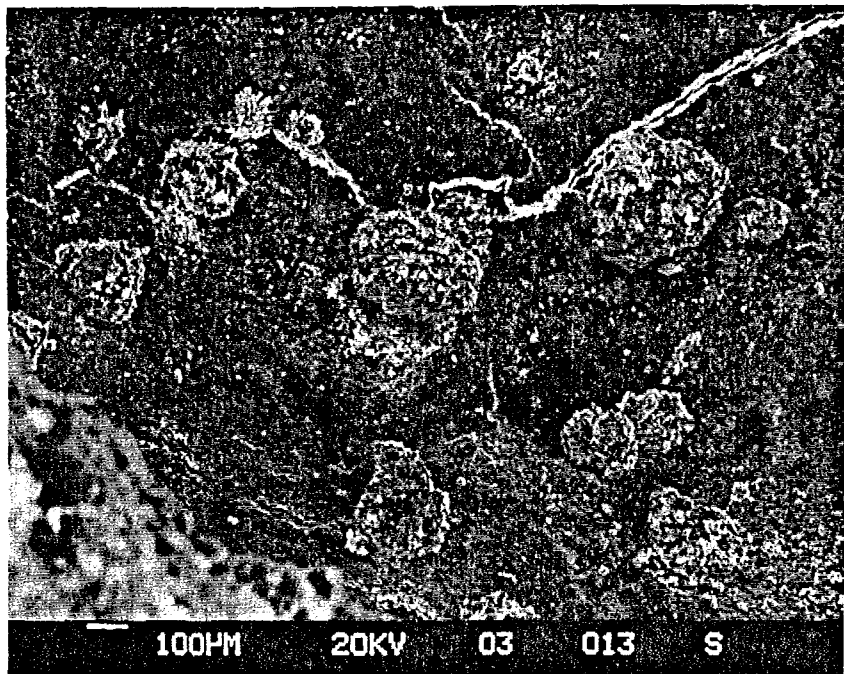


Photo 21.- Pelotes d'ettringite à l'intérieur du béton du barrage du Chambon (MEB).



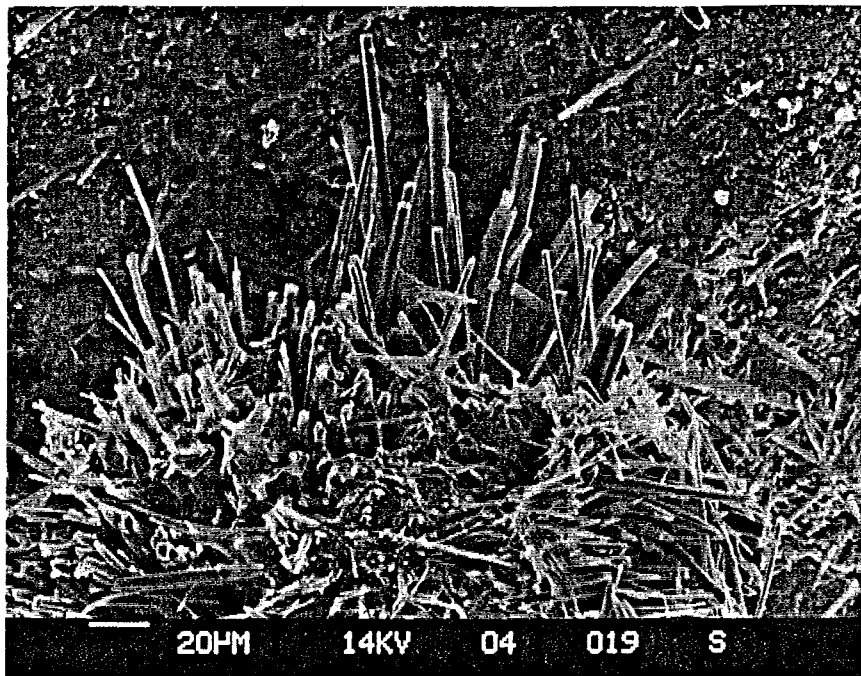


Photo 22.- Ettringite à l'intérieur du béton du barrage du Chambon (MEB).

L'analyse à la microsonde de ces cristaux révèle aluminium, soufre et calcium (fig.18).

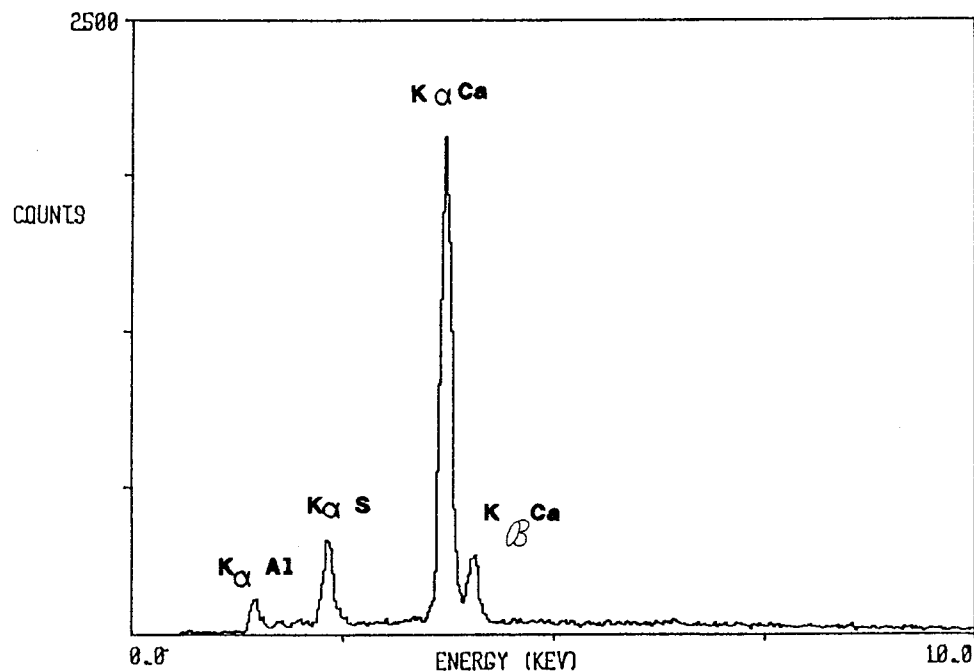


Fig.18.- Spectre d'absorption atomique de l'analyse de l'ettringite observée dans le béton du barrage du Chambon : soufre, calcium et aluminium.

La photo 23 montre une forme originale d'ettringite, qui cristallise non pas sur la surface du liant mais en son sein; la vue de détail (photo 24) montre que ces fibres sont intimement recouvertes par des minéraux argileux en plaquettes.

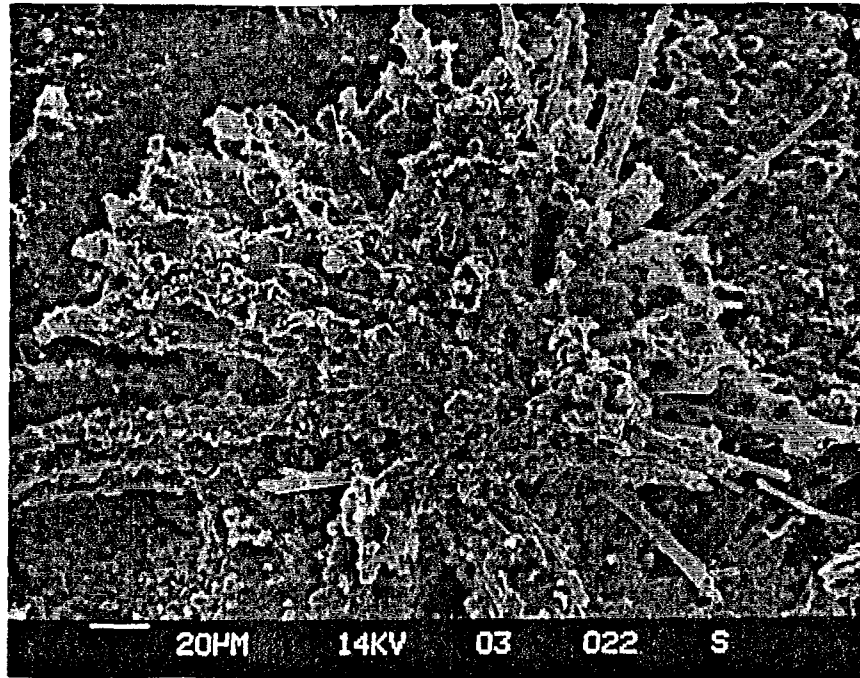


Photo 23.- Cristallisation d'ettringite au sein du liant, recouvertes d'argiles (barrage du Chambon)(MEB).

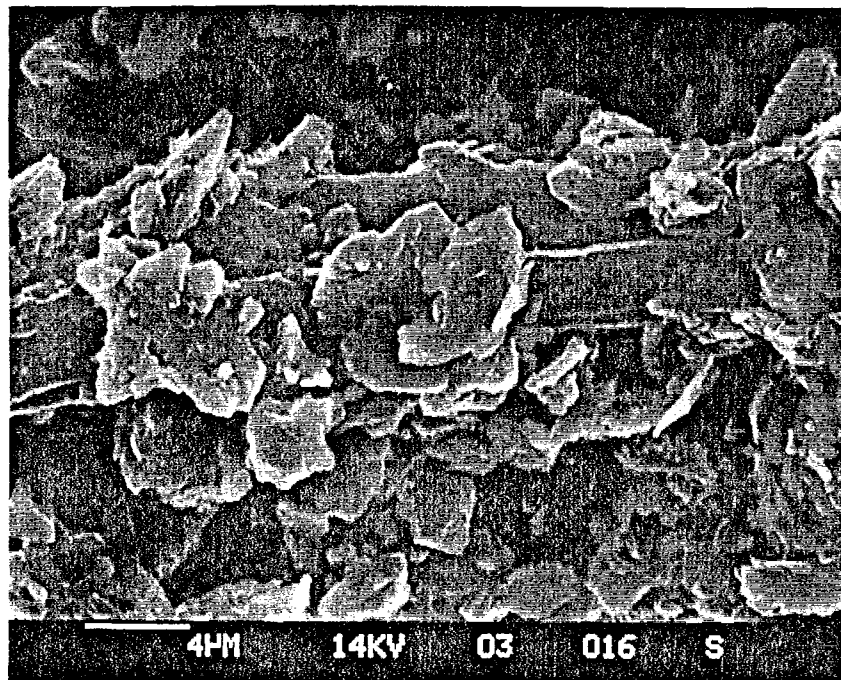


Photo 24.- Détail de la photo précédente : le cristal d'ettringite (prisme hexagonal) est recouvert de particules argileuses en plaquettes (barrage du Chambon)(MEB).

L'analyse à la microsonde des argiles recouvrant les cristaux d'ettringite indique la présence de silicium, aluminium, potassium et calcium (fig.19). Ces argiles, non identifiées (illites ?) jouent apparemment un rôle dans la croissance de ces fibres d'ettringite.

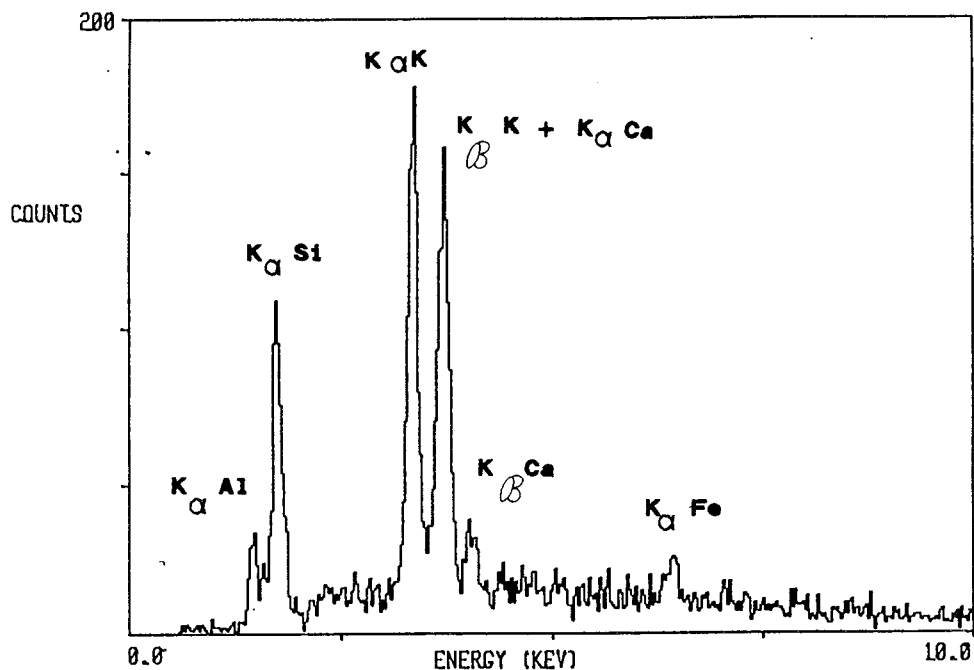


Fig.19.- Spectre d'absorption atomique de l'analyse des argiles recouvrant l'ettringite observée dans le béton du barrage du Chambon : aluminium, silicium, potassium, calcium et fer.

La recherche d'argiles dans le liant par analyse diffractométrique a donné le cortège argileux déjà reconnu dans les schistes, à savoir chlorites, illites et kaolinites (fig.17).

Il est à signaler enfin la présence de pics caractéristiques des pyrites (fig.17), très mal marqués cependant.

### 3.2.2.- Analyse de l'altération

La présence du cortège argileux identifié dans les granulats de micaschistes (chlorite-illite-kaolinite) à l'intérieur du liant ne peut s'expliquer que par un mauvais lavage des granulats après leur concassage.

La photo 25 montre à cet effet une argile (contenant silice, aluminium, potassium et fer) entre un quartz (à gauche) et le liant (à droite); l'aspect "baillant" de ses feuillet illustre bien l'effet de gonflement d'une argile.

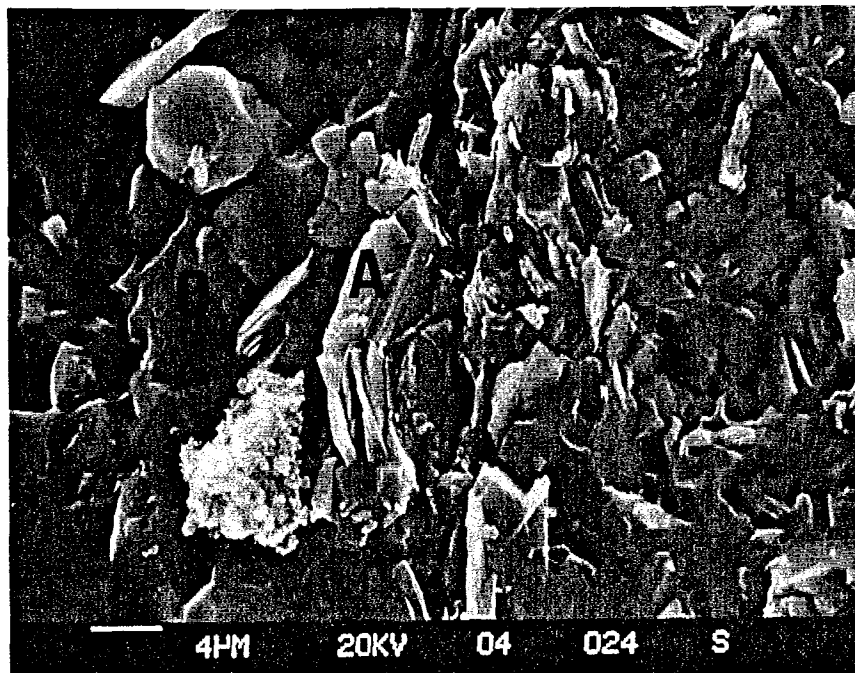


Photo 25.- Argile (=A) entre un granulat quartzeux (=Q) et le liant (=L) au sein d'un béton du barrage du Chambon)(MEB).

L'incorporation d'argiles à l'intérieur d'un béton est la source de multiples problèmes. Les principaux risques sont une mauvaise adhérence du liant avec les granulats, une maniabilité réduite et la participation à des réactions de type pouzzolaniques avec le liant (voir à ce titre le chapitre III.A.4); s'il s'agit d'illites, ces réactions produisent des aluminates de calcium hydratés, très sensibles à l'action des sulfates avec lesquels ils réagissent pour donner de l'ettringite (Deloye, 1989).

Enfin, Steopoe (1970) a remarqué que la vitesse de carbonatation de la surface d'un béton est plus rapide en présence de pouzzolanes dans le liant, qui pourraient être ici représentées par les illites.

L'origine de l'ettringite observée au MEB (mais non détectée aux rayons X) est vraisemblablement liée à la réaction des solutions sulfatées (photo 20), issues de l'oxydation (non observée) de fines pyrites des granulats mais pouvant aussi provenir de la phase "argileuse" du ciment (fig.17), avec les aluminates de calcium du ciment mais aussi de ceux issus de la réaction pouzzolanique (entre les illites et la chaux issue de l'hydratation du ciment). Des analyses d'eau effectuées dans la retenue (rapports inédits) ont révélé une teneur en sulfates très faibles (de l'ordre de 40 mg/l).

Enfin, quelques soient les mécanismes de cette néoformation, il est important d'évaluer l'ordre de grandeur du gonflement résultant : les "pelotes" observées (photo 21) ont environ 200 µm de diamètre; en posant l'hypothèse que celles-ci entraînent une augmentation de volume résultante de 2µm (certainement très en deçà de la réalité) et qu'elles sont séparées d'un cm entre elles (distance moyenne entre 2 gros granulats), ceci conduit à un soulèvement de 200 µm/m, soit 2,7 cm pour les 136 m de hauteur de l'ouvrage... Ces valeurs sont très théoriques, en

raison de la représentativité de l'échantillonnage et du comportement différentiel du béton dans les différentes parties de l'ouvrage mais restent néanmoins du même ordre de grandeur que les gonflements mesurés (paragraphe II.A.2).

#### 4.- CONCLUSION

Les quelques observations effectuées sur cette carotte de béton altéré renforcent l'hypothèse d'un gonflement par néoformation d'ettringite, puisque celle-ci a été observée maintes fois, dans l'empreinte de granulats déchaussés mais aussi au sein du liant (photos 22 et 23).

La présence d'argiles mais aussi de pyrites incorporées au ciment (fig.17) peut être la conséquence d'un mauvais lavage des granulats.

Les argiles, en particulier les illites, peuvent participer à des réactions de type pouzzolaniques avec le liant (Deloye, 1989); le résultat est une production d'aluminates de calcium hydratés, qui réagissent très facilement avec les sulfates de calcium (gypse) pour former de l'ettringite; or les pyrites sont omniprésentes, à la fois dans les granulats (quelques %) mais aussi incorporées au liant. Cependant, leur taille moyenne au sein des granulats (100  $\mu\text{m}$ ) est apparemment un obstacle à leur oxydation puisqu'elles sont toujours intactes; ceci n'exclut pourtant pas une oxydation, à partir d'un état finement divisé qui existe en association avec la phase "argileuse", dans le liant. Le résultat est une production de gypse (voir chapitre II.A), observé au microscope (photo 20) et mis en évidence par ailleurs aux rayons X et par coloration à l'Alizarine en milieu fortement basique.

Le fait que les montmorillonites n'aient pas été détectées aux rayons X peut être lié à l'absence d'une préparation spécifique des échantillons à analyser (concentration préalable) comme à une mauvaise représentativité de l'échantillonnage.

De même, le gel de réaction alcali-granulats décrit dans les précédents rapports n'a pas été observé, ne serait-ce que microscopiquement, vraisemblablement pour les mêmes raisons.

Ces 2 lacunes d'observations par rapport à ce qui avait déjà été décrit (présence de montmorillonites, de gel de réaction alcali-granulats) est la preuve qu'un carottage, aussi représentatif soit-il, ne reste toujours qu'une infime partie de l'ouvrage et que chacun, au vu de ses propres observations, peut détenir la vérité sur ses échantillons...

Le grand nombre d'espèces minéralogiques "indésirables" à l'intérieur de ce béton, notamment :

- les pyrites,
- les argiles dont les illites, éventuellement des montmorillonites,
- les feldspaths alcalins séricitisés et micas en voie d'altération,
- les quartz polycristallins, à extinction "roulante",

sont autant d'éléments néfastes, à même d'alimenter une réaction alcali-granulats (rapports inédits) et/ou une néoformation d'ettringite (rapports inédits et observation personnelle). Par ailleurs, au même titre que dans la molasse de la galerie du Bourget, il est vraisemblable que l'acide sulfurique résultant de l'oxydation des pyrites ait aggravé l'hydrolyse des feldspaths et micas, avec pour conséquences une libération supplémentaire d'ions alcalins.

Ainsi, tous les "ingrédients" sont réunis pour provoquer une altération et un gonflement du béton, indépendamment de la qualité du ciment utilisé :

\* les granulats - déjà altérés et mal lavés - apportent :

- des alcalins sodium et potassium avec les feldspaths séricitisés, les micas altérés et les argiles;
- du silicium avec les quartz et les argiles;
- de l'aluminium avec les argiles;
- du soufre avec les pyrites;

\* le ciment apporte la **chaux libre**, donc le calcium;

\* le gâchage initial du ciment et surtout, la retenue en amont, apportent l'eau, indispensable pour l'altération du béton.

La chaux (ou portlandite) conditionne l'ensemble des réactions évoquées, à la fois par la basicité qu'elle impose au milieu (pH supérieur à 12,5), favorable entre autres à une dissolution accrue de la silice (celle-ci croît très vite au-delà de pH 9 (Krauskopf, 1959)), mais aussi en temps que source de calcium pour la néoformation de gypse et d'ettringite...

Une quinzaine d'années a été nécessaire pour que les réactions entraînant le gonflement du béton se manifestent; il est à noter que celui-ci continue à gonfler à vitesse régulière, principalement dans la partie haute de l'ouvrage, sans marquer le moindre signe de ralentissement. La seule possibilité de stopper cette évolution serait d'assécher le béton en l'isolant de l'eau de la retenue (Millet et al., 1985).

Il peut donc exister, hormis la mauvaise qualité "minéralogique" des granulats, un problème de qualité du béton dès sa mise en oeuvre (lavage des granulats, compacité, perméabilité, dosage en eau du ciment...).

La diversité des réactions pouvant entrer en jeu, liée à un ensemble de facteurs aggravants pour un béton font donc de ce barrage un cas "école", en ce qui concerne les leçons à retenir dans l'utilisation future de matériaux locaux "dangereux", à l'échelle d'un ouvrage de génie-civil de cette importance... Un rapide calcul rapportant le soulèvement annuel mesuré à la hauteur de l'ouvrage donne une dilatation annuelle de 0,0023 %... valeur cependant suffisante pour menacer la pérennité d'un tel barrage.

Une autre attitude est de prendre en compte ce couple indissociable liant/granulat et d'adapter au mieux le liant (Le Roux, 1988 ; Ranc et al., 1990) afin de suppléer aux déficiences du granulat, nombreuses ici.

## C] ANALYSE PETROGRAPHIQUE DES EVOLUTIONS DE MATERIAUX ISSUS DE DIFFERENTS MONUMENTS PERI-MEDITERRANEENS

### 1.- ORIGINES DE CE CHOIX

Electricité de France, soucieuse de voir évoluer son image auprès du public, a entrepris depuis 1984 une action de mécénat technologique à travers le monde, en mettant ses connaissances et ses moyens techniques au service de projets culturels. Aussi, à la demande de l'Organisation des Antiquités Egyptiennes au Caire en 1986, le problème de la recherche de cavités cachées fut posé, en particulier dans la Pyramide de Khéops (Lestienne, 1986 ; Montluçon et al., 1987); des mesures de micro-gravimétrie ainsi que des micro-forages ont donc été réalisés dans ce but (en collaboration avec la Compagnie de Prospection Géophysique Française).

Mis à part l'établissement d'une collaboration avec les archéologues assortie d'un soutien technologique inédit, cette démarche a permis à Electricité de France de constater que les problèmes d'évolutions de matériaux rencontrés dans divers ouvrages trouvaient ici un terrain favorable à leur explication; en effet, l'étude du vieillissement de matériaux constituant ces monuments du Moyen-Orient présente de nombreux avantages :

- l'environnement climatique "simple", généralement de type sub-aride, limite ou élimine certains paramètres agressifs (humidité, végétation envahissante, gel, pollution industrielle...) et permet ainsi de mieux cerner les facteurs évolutifs;

- la température élevée accélère la plupart des réactions chimiques et ainsi l'altération des matériaux;

- la mise en oeuvre de ces matériaux est généralement très ancienne (2000 à 7800 ans...).

Des échantillons de matériaux de construction (moellons, mortiers) ont ainsi été prélevés dans différents sites archéologiques du Moyen-Orient (chapitre I.B).

Après une brève description pétrographique de ces matériaux, les évolutions minéralogiques reconnues seront présentées par types, indépendamment de la nature des matériaux observés.

Enfin, comme il en a déjà été fait allusion dans le chapitre I.B., certains échantillons ne seront nommés que par un code.

## 2.- PETROGRAPHIE DES MATERIAUX ETUDIES

### 2.1.- La Pyramide de Khéops

Les différents matériaux étudiés proviennent tous d'édifices très anciens. Le plus représentatif de tous est la Pyramide de Khéops (ou Grande Pyramide), sur le plateau de Giza, à une dizaine de km au S du Caire (Egypte).

Construite sous la IV<sup>ème</sup> dynastie de l'ancien empire égyptien, des datations récentes au carbone 14 (à partir de débris de charbon de bois isolés dans le mortier) font état d'un âge d'environ 2500 ans B.C. (Kérisel, 1988). Considérée comme l'une des sept merveilles du monde antique, elle a de tous temps fasciné les esprits et a fait l'objet d'innombrables écrits portant sur son histoire, son architecture (Edwards, 1947 ; Lauer, 1952 ; Jacobs, 1954 ; Lehner, 1985 ; Jacq, 1986 ; Dormion et Goidin, 1987 ; Kérisel, 1987, 1988 ; Deletie et al., 1988, etc.) ou sur les matériaux qui la composent (Wallace, 1865 ; Watson, 1911 ; Clarke et Engelbach, 1930 ; Reisner, 1942 ; Emery, 1960 ; Ghorab et al., 1986 ; Regourd et al., 1988, etc.).

Les matériaux utilisés sont tous de nature calcaire, mis-à-part l'appareillage et les poutres des chambres de décharge de la Chambre du Roi, en granite porphyroïde. Localement, les vides entre les blocs du remplissage ou même certaines fissures peuvent être comblés par un mortier.

#### 2.1.1.- Les calcaires

Plusieurs variétés de calcaires ont été utilisées. Cependant l'examen de multiples échantillons et la référence à la bibliographie (voir chapitre précédent) permettent de distinguer 2 types principaux :

- un faciès massif grisâtre à grain fin, de type sub-lithographique, contenant quelques quartz détritiques ainsi que des spicules d'éponges siliceuses; compact, sa porosité est très faible (de l'ordre de 2 à 3 %) et il constitue la majorité des blocs d'appareillage de l'édifice : il s'agit du calcaire de Tura;

- un faciès plus tendre jaunâtre, très bioclastique, beaucoup plus poreux (environ 20 %), prélevé dans la chambre souterraine et dans la descenderie : il est surtout utilisé pour le remplissage. Il est très riche en foraminifères benthiques, notamment orthophragmines, amphistégines, miliolites et nummulites, en particulier Nummulites gizehensis (Blondeau, 1972)(fig.20).





Fig.20.- Calcaire de la Pyramide de Khéops : faciès bioclastique (*grainstone*), riche en foraminifères benthiques (miliolles, nummulites). La très forte porosité résulte de la dissolution du ciment de calcite spathique.

Localement, des fragments d'échinodermes peuvent se trouver mêlés à des débris de bryozoaires, de polypiers, d'algues vertes, de pellets et à des quartz détritiques. Le liant est partagé entre un ciment de calcite, parfois en gros cristaux en mosaïque et en calcite micro-cristalline (*micrite*); il est à noter également au sein du liant la présence ponctuelle de multiples rhomboèdres de dolomite, ainsi que de petites plages de cristaux d'anhydrite et de gypse. La diffraction des rayons X réalisée sur 2 échantillons met en évidence, outre la kaolinite et l'illite, la présence de smectites (fig.21).

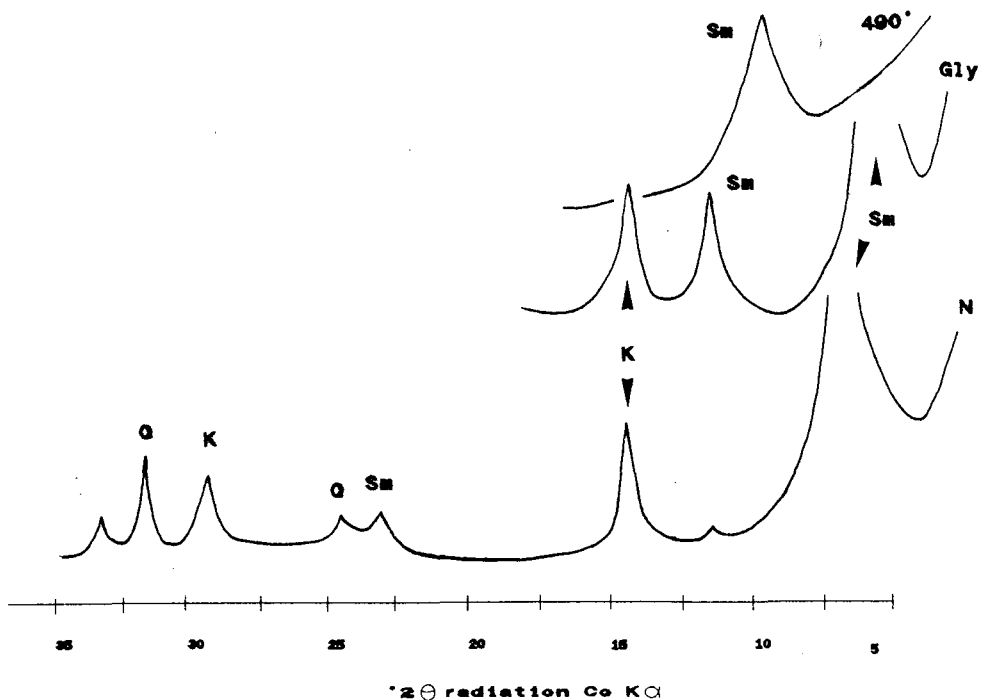


Fig.21.- Diffractogramme des rayons X d'un calcaire de la Pyramide de Khéops (faciès bioclastique)(Sm = smectite, K = kaolinite, Q = quartz).

La succession lithostratigraphique des différents niveaux calcaires du plateau de Giza a été daté de l'Eocène (Said, 1962).

Par ailleurs, malgré de multiples controverses (Watson, 1911 ; Reisner, 1942 ; Lehner, 1985 ; Kérisel, 1988, etc.), la plupart de ces calcaires proviennent du plateau de Giza mais une partie également d'autres sites (dont Tura).

### 2.1.2.- Les mortiers

Les mortiers employés sont au plâtre, contrairement à d'autres constructions voisines à base de chaux.

Leur matrice est composée de micro-cristaux de gypse (photo 26), issus de l'hydratation d'un hémihydrate obtenu après broyage et cuisson entre 70 et 200 °C de blocs de gypse naturel au feu de bois (voir 9, 10 et 11) (Ghorab et al., 1986 ; Regourd et al., 1988). Wallace avait dès 1865 déterminé une composition de 81,5 % de gypse et 9,5 % de calcite. La porosité de ce type de mortiers est assez élevée (entre 5 et 15 %) et la dureté inférieure à celle d'un liant à la chaux. Cependant, il est important de souligner que ces mortiers au plâtre, les premiers en date dans l'histoire de la construction égyptienne (Kérisel, 1987 ; Regourd et al., 1988), ont vraisemblablement autorisé une architecture plus audacieuse par rapport à d'autres pyramides voisines, uniquement à base de mortiers à la chaux (Meïdoum par exemple), en raison d'une prise très rapide (Kérisel, 1987).

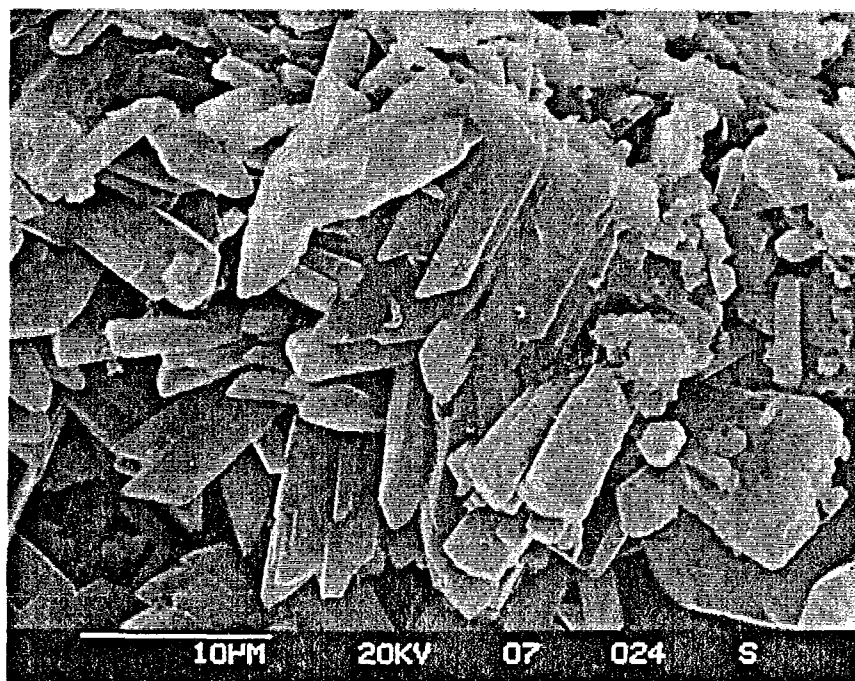


Photo 26.- Aspect de la matrice gypseuse d'un mortier de la Pyramide de Khéops (MEB).

2 familles de mortiers se dégagent, en fonction de la granulométrie et de la nature du sable employé :

- des mortiers relativement grossiers, renfermant des débris de taille très variable, entre 200  $\mu\text{m}$  et 2 mm environ, mal classés. Il s'agit principalement de fragments de calcaire, de grains d'anhydrite, de croûtes ferrugineuses (latérites) et de rares quartz (fig.22).

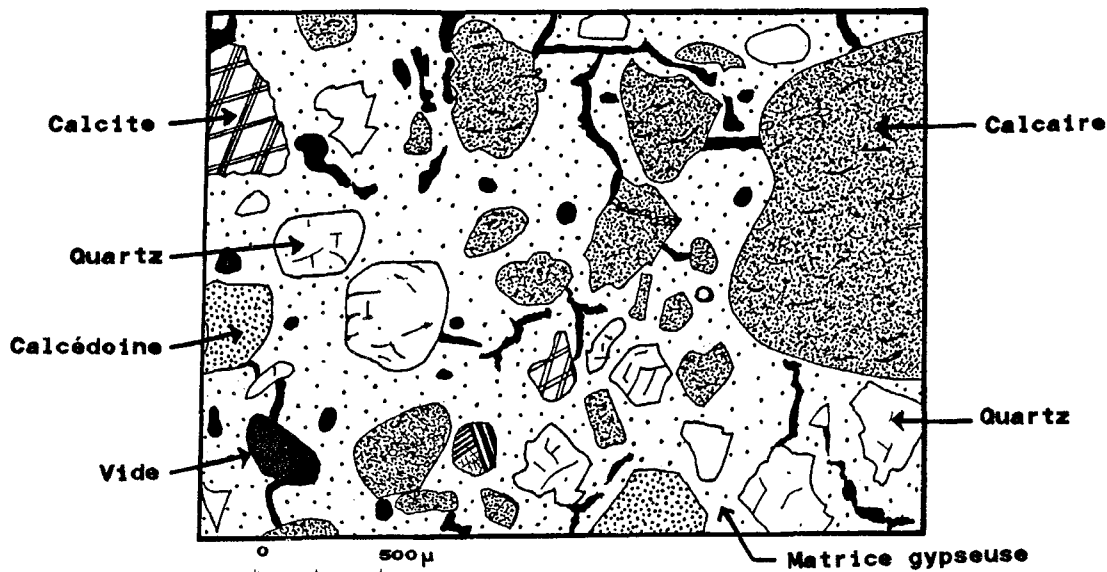


Fig.22.- Mortier (faciès grossier) de la Pyramide de Khéops, présentant une importante porosité.

Les quartz sont probablement le fait d'une "pollution" lors de la préparation du mortier (Regourd et al., 1988). La proportion de ces différents éléments par rapport au liant est très variable (5 à 20 %) et la porosité relativement élevée (10 à 15 %). Des argiles et des oxydes de fer teintent l'ensemble en ocre;

- des mortiers fins, plus compacts, contenant en moyenne davantage de sable (environ 30 %), mieux trié (400  $\mu\text{m}$  à 1 mm) et mieux classé. La nature des grains diffère sensiblement des précédents, puisqu'il s'agit pour l'essentiel de calcaire (ou dolomie) et de quartz bien arrondis (origine éolienne); il existe par ailleurs quelques grains de calcédoine, de dolérite et de glauconie, tandis que l'anhydrite n'apparaît plus (fig.23). L'analyse par diffractométrie des rayons X du liant révèle la présence de kaolinite et de smectites (fig.24). Des traces de chlorure de sodium ont été observées dans un échantillon (n° 2.4).

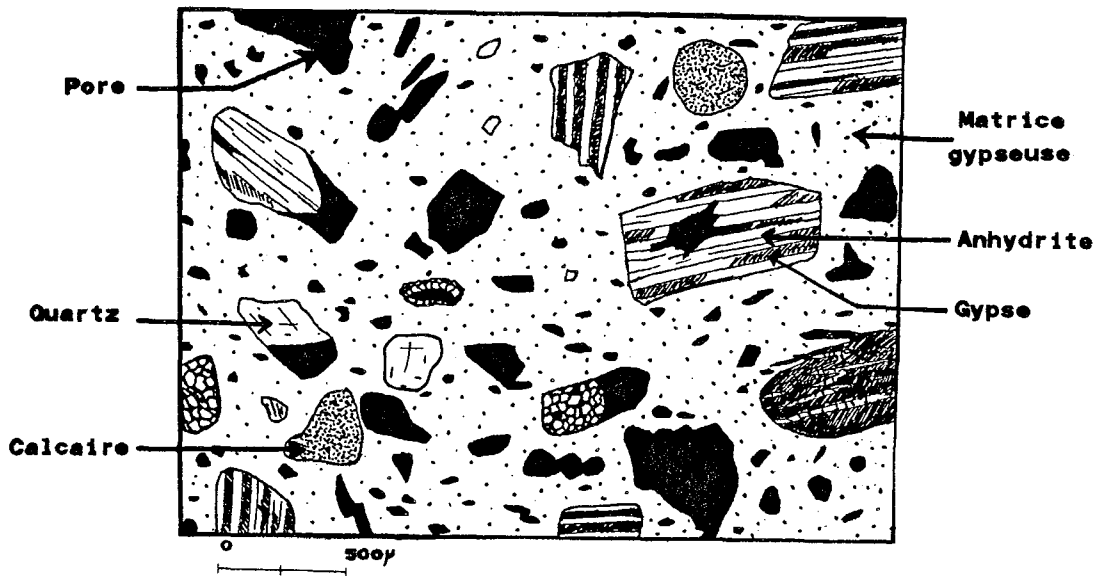


Fig.23.- Mortier (faciès fin) de la Pyramide de Khéops : de nombreux granulats d'anhydrite sont partiellement hydratés en gypse.

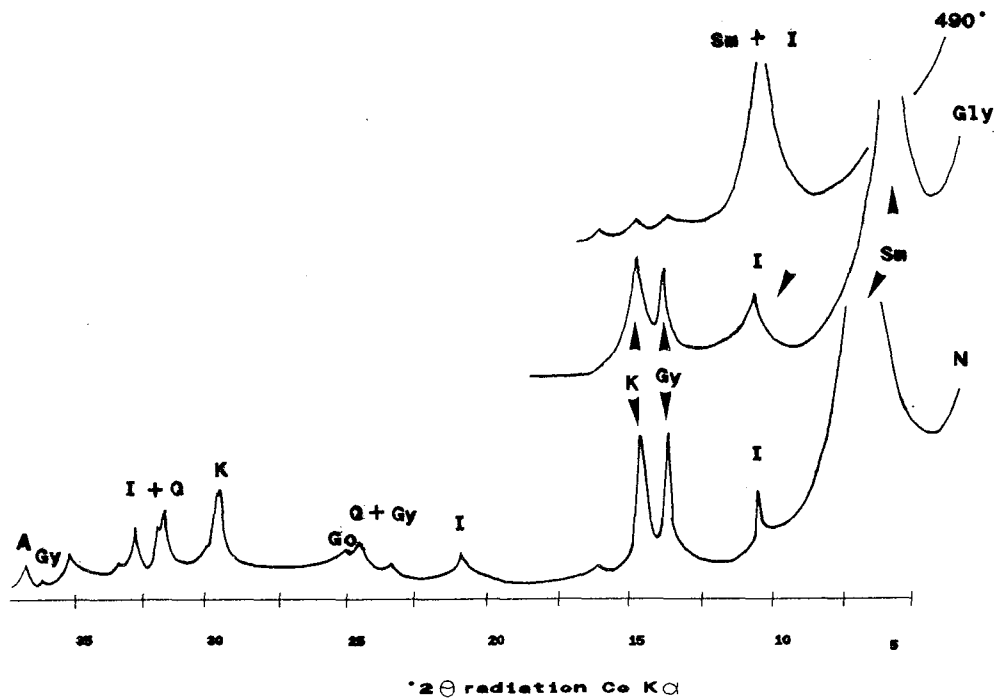


Fig.24.- Diffractogramme des rayons X d'un mortier de la Pyramide de Khéops (faciès fin)(Sm = smectite, I = illite, Gy = gypse, K = kaolinite, Q = quartz, Go = goethite, A = anhydrite).

Les évolutions minéralogiques observées seront décrites et comparées avec celles d'autres matériaux voisins au chapitre II.C.3.

## 2.2.- Comparaison avec d'autres monuments

Les calcaires et mortiers au plâtre issus d'autres sites sont de composition sensiblement identique; cependant, une autre catégorie de mortiers - à base de chaux - est utilisée. Par ailleurs, des grès,

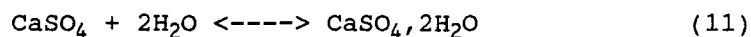
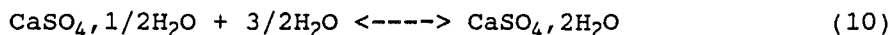
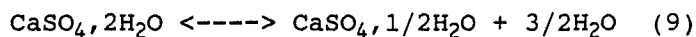
granites et marbres apparaissent également dans les pierres d'appareillage.

### 2.2.1.- Les mortiers

#### a) *Les mortiers au plâtre*

Il s'agit des échantillons 1.1 à 1.4, 3.5, 6.1, 6.2, 7.4, 7.6, 8.7, 11.2, 11.3, 17.1 à 17.5, 17.8, 17.9, 3 et 5 du temple de Jerash.

Pour simplifier, le plâtre utilisé comme liant est de l'hémihydrate (ou bassanite)  $\text{CaSO}_4, 1/2\text{H}_2\text{O}$ , qui s'hydrate en gypse  $\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$  lors de sa prise, très rapide (10). Cet hémihydrate, dont le mélange avec des grains d'anhydrite et de calcite constitue le "plâtre de Paris", est obtenu par la cuisson de gypse naturel entre 70°C et 100 °C (9) (Jauzein, 1974 ; Kérisel, 1988) et il se réhydrate facilement en présence d'eau, en formant une multitude de fines aiguilles de gypse, dont l'enchevêtrement assure la solidité au plâtre (Sahores, 1962).

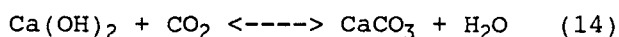
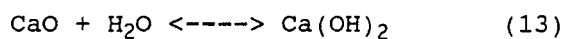
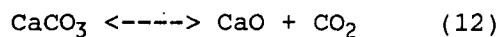


Hormis la proportion en sable par rapport au liant, très variable, ces mortiers sont très comparables à ceux de la Pyramide de Khéops et présentent sensiblement le même état d'altération. Les évolutions minéralogiques observées seront décrites au chapitre II.C.3.

#### b) *Les mortiers à la chaux*

Il s'agit des échantillons 7.5, 17.6, 17.11, 21.1, 21.2, 21.3, 23.1 ainsi que des n<sup>os</sup> 1, 2, 4 et 6 du temple de Jerash.

Le liant utilisé est, comme dans la majorité des mortiers anciens, une chaux vive  $\text{CaO}$ ; celle-ci provient de la décarbonatation de la calcite du calcaire (d'où le nom ancien de "pierre à chaux" ou limestone des anglo-saxons), entre 600°C et 800 °C (12). Cette chaux vive est ensuite éteinte par addition d'eau, ce qui donne la chaux grasse  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (13) : la prise s'effectue ensuite lentement, au fur et à mesure que cette chaux grasse se recarbonate au contact du  $\text{CO}_2$  atmosphérique, pour se transformer en calcite  $\text{CaCO}_3$ , qui lui confère sa résistance (14).



Le sable utilisé est, pour l'essentiel, composé de calcaire, dolomie, quartz - soit bien arrondis (origine éolienne), soit anguleux (origine pyroclastique) - , ainsi que de rares grains de calcédoine, dolérite, glauconie, anhydrite et oxydes de fer.

L'échantillon 4 de Jerash ne contient que des granulats calcaires et renferme quelques cristallisations salines.

Les évolutions minéralogiques observées seront décrites au chapitre II.C.3.

#### 2.2.2.- Les calcaires

Tous les échantillons présentent le même faciès, de type sub-lithographique, voisin de celui déjà décrit dans la Pyramide de Khéops (chapitre II.C.2.1.1).

Certains de ces calcaires sont pratiquement azoïques (4.1, 13.1, 14.1), ou bien ne renferment que quelques globigérines souvent recristallisées ainsi que des ostracodes, attestant une sédimentation purement pélagique (3.4, 3.5, 3.6, 12.1, 12.2, 12.3, 14.2, 14.4, 14.5, 15.0, 15.12, 15.13, 15.G).

D'autres échantillons au contraire sont très bioclastiques et contiennent de nombreux débris de milioles, nummulites, lamellibranches, échinodermes, bryozoaires, organismes benthiques, marqueurs de dépôts de mers chaudes, agitées et peu profondes (3'.4, 5.1, 15.1, 15.2).

Tous ces calcaires présentent fréquemment de petites plages de gypse et anhydrite, mêlés à des grains de quartz et de micrite, en lentilles d'environ 1 mm de diamètre (fig.25), parfois même formant une croûte à la surface des échantillons; ces "passées" semblent être des remplissages secondaires de cavités préexistantes (fissures, terriers fossiles) par des saumures.

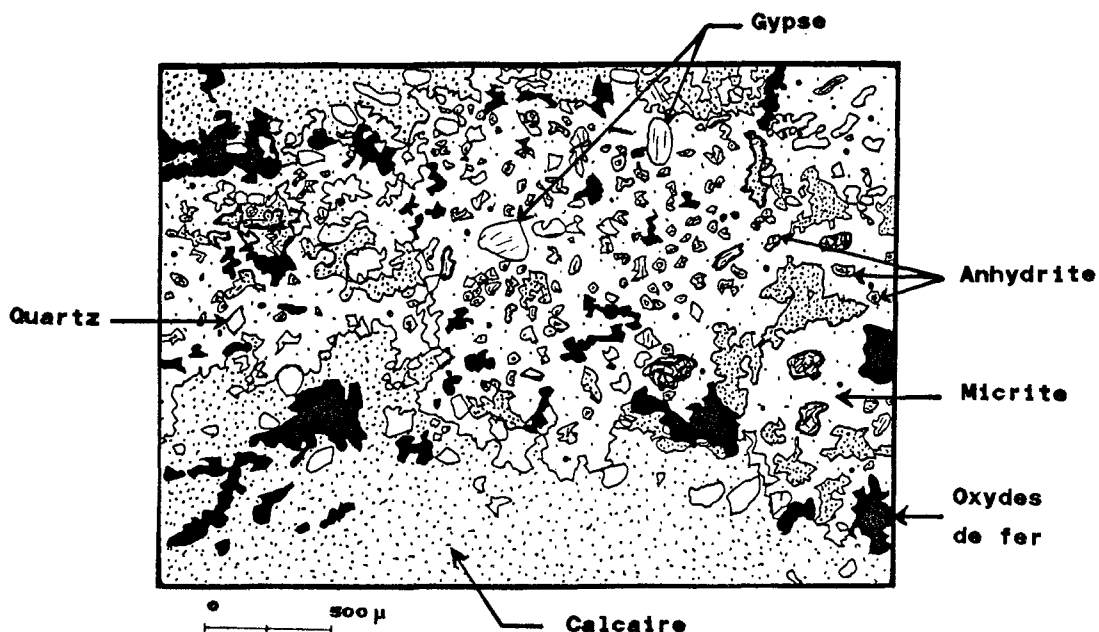


Fig.25.- "Passée" de gypse, anhydrite, quartz et micrite à l'intérieur d'un calcaire de la Vallée des Reines (Haute Egypte).

La porosité peut dans certains cas être très importante; son origine est alors fissurale et de type communicante (3.4, 14.2) ou simplement texturale (12.1). Des cristallisations de chlorure de sodium ont été observées dans quelques échantillons (12.1, 14.2, 14.5, 15.0, 15.1).

L'altération de ces calcaires, très variable selon les échantillons et pouvant revêtir de multiples aspects, est décrite dans le chapitre II.C.3.

### 2.2.3.- Les grès

Ils proviennent de 4 sites (12, 13, 14' et 16), déjà cités pour les calcaires et mortiers et constituent 4 faciès bien distincts, indépendamment de leur altération, très variable.

L'échantillon 12 représente un premier faciès. Il est composé par des grains généralement monocristallins, principalement de quartz, de forme sub-arrondie et d'une dimension moyenne de 500  $\mu\text{m}$ , avec quelques éléments de 2 mm; il existe localement quelques grains de feldspaths potassiques ainsi que des oxydes de fer. La cimentation des grains est assurée par un nourrissage de silice secondaire à leurs contacts, qui reprend la forme et l'orientation cristalline des éléments primitifs dont la forme est soulignée par un liseré d'impuretés (fig.26). Le résultat est une excellente cohésion de l'ensemble. Il n'existe pas de matrice argileuse et la porosité est quasiment nulle.

Ces grès ne sont pas altérés.

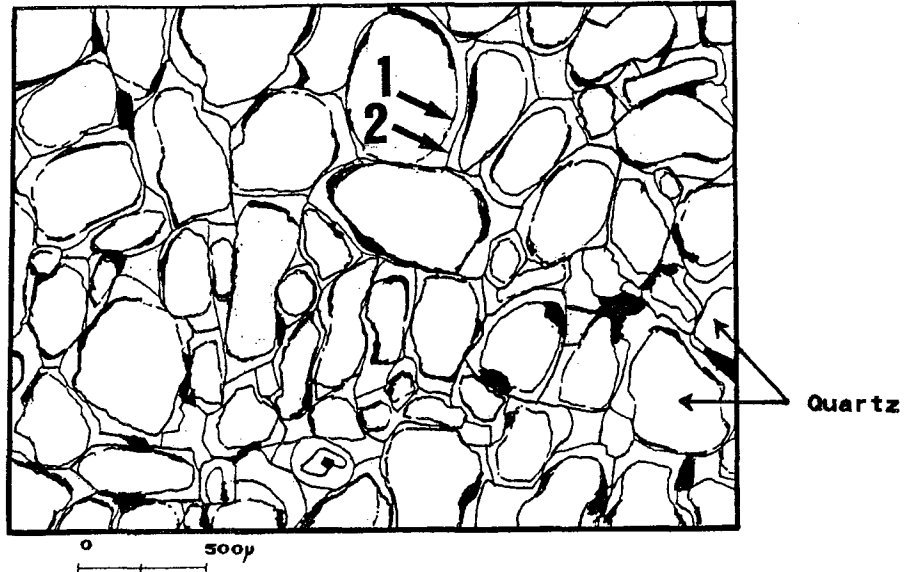


Fig.26.- Cimentations secondaires dans un grès (site n°12)(1 : limite du grain original, 2 : limite de la silice secondaire).

L'échantillon 13 représente un second faciès. Il est composé principalement de grains de quartz, monocristallins et sub-anguleux, ainsi que de rares feldspaths potassiques. Le tri et le classement des grains est sensiblement meilleur que précédemment; leur taille, plus fine, varie entre 200  $\mu\text{m}$  et 500  $\mu\text{m}$ . Les figures de nourrissages secondaires sont absentes, mais de nombreux grains sont soudés à leurs contacts, suite à une dissolution-précipitation sous pression. Leur cimentation est en outre assurée ponctuellement par une fine matrice jaunâtre d'argiles et d'oxydes de fer.

Ces grès sont très altérés.

Les échantillons du site 14' représentent un troisième faciès. Celui-ci est composé principalement de grains de quartz, monocristallins et sub-anguleux, ainsi que de rares feldspaths potassiques et plagioclases. Le tri et le classement des grains est voisin du précédent; leur taille varie entre 150  $\mu\text{m}$  et 500  $\mu\text{m}$ . Les figures de nourrissages secondaires et de dissolutions sous pression sont absentes : les contacts entre grains sont principalement tangentiels. Leur cimentation est assurée par une matrice argileuse éparsée, très riche en oxydes de fer, ménageant une importante porosité (environ 25 %). L'analyse par diffractométrie des rayons X révèle la présence de kaolinite, d'hématite et de très faibles quantités de smectites (fig.27).

Ces grès sont devenus pulvérulents, en raison d'une altération extrêmement poussée, à la fois des grains et de la matrice (voir chapitre II.C.3.4).



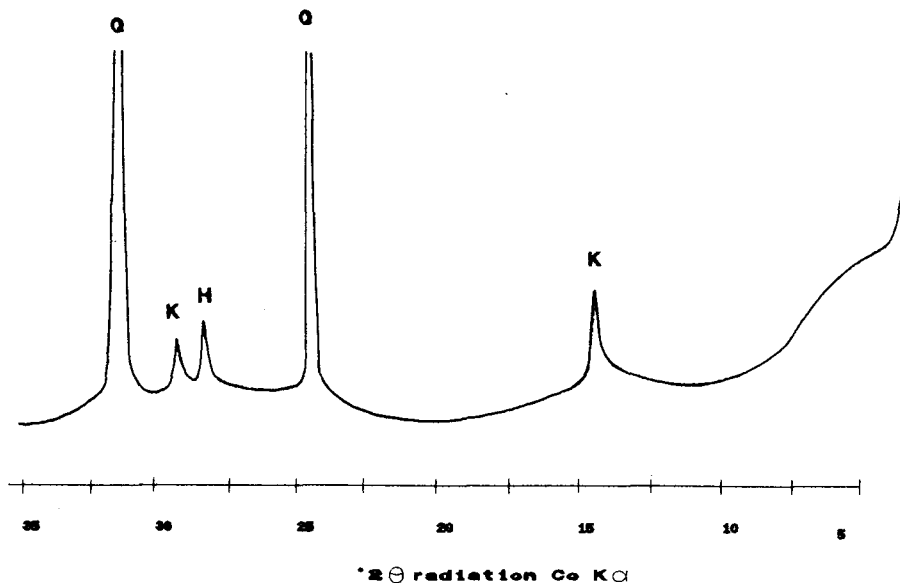


Fig.27.- Diffractogramme des rayons X d'un grès (site n°14')(K = kaolinite, Q = quartz, H = hématite).

Les échantillons du site 16 représentent un quatrième faciès; le 16.1 est semblable au 13, tandis que le 16.2 est totalement différent : il s'agit d'un grès ferrugineux. Sa particularité provient d'une matrice violette à rose très abondante. Les grains sont très mal triés et leur taille varie de 50  $\mu\text{m}$  à 1 mm. Il existe également quelques grenats. L'observation au microscope polarisant de ce faciès révèle, outre la présence d'oxydes de fer, de nombreux minéraux phylliteux, très fins, jusqu'à 200  $\mu\text{m}$  de longueur (fig.28); l'analyse par diffractométrie des rayons X permet de les identifier comme étant de la kaolinite mais révèle aussi la présence d'une faible quantité de smectites, l'hématite étant quant à elle responsable de la couleur violette de la matrice (fig.29). Ces grès sont encore très indurés.

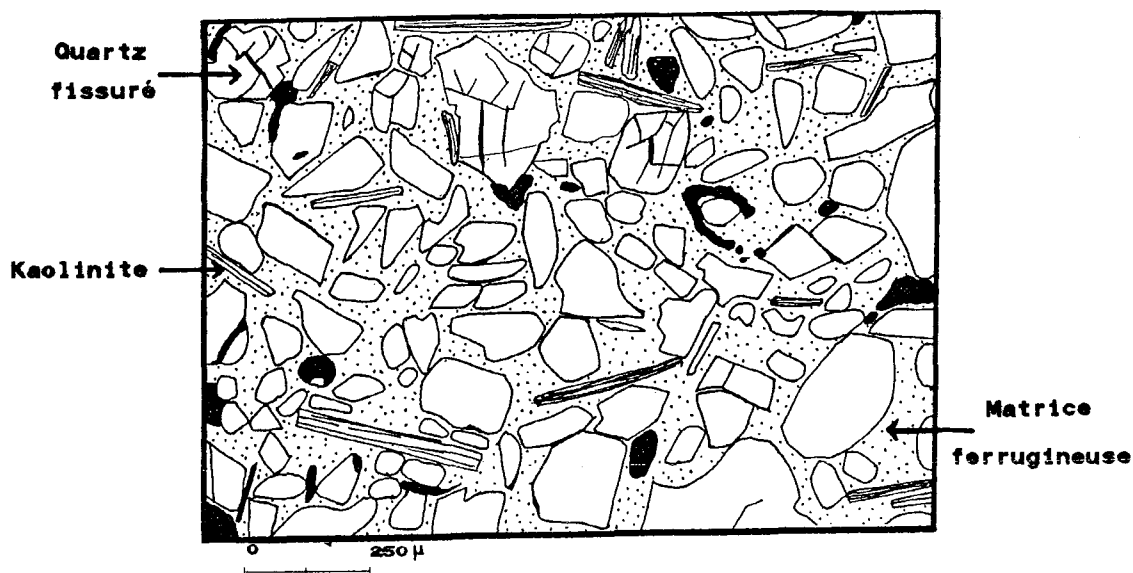


Fig.28.- Aspect d'un grès à matrice ferrugineuse, riche en kaolinites de grande taille (site n°16).

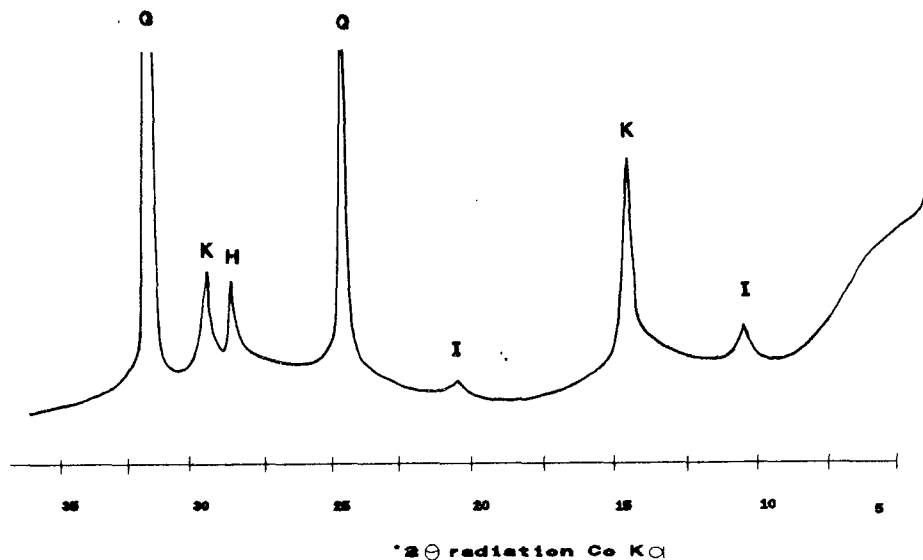


Fig.29.- Diffractogramme des rayons X d'un grès du site n°16, riche en kaolinites de grande taille (= K)(I = illite, Q = quartz, H = hématite).

Ces différents faciès correspondent sensiblement aux descriptions des "grès nubiens" faites par Bromblet (1989), datés du Crétacé supérieur (Ward et Mac Donald, 1979).

#### 2.2.4.- Les granites

Ils proviennent de 2 sites (9 et 12). Il s'agit dans les 2 cas de granodiorites, à phénocristaux d'orthose et de microcline, pouvant inclure des albites. Les quartz granoblastiques, quand ils sont de petite taille, créent une texture cloisonnée avec les orthoses. Il existe également de nombreuses biotites, ainsi que de rares albites et hornblendes vertes, avec des oxydes de fer en inclusion. Les feldspaths sont en général partiellement séricitisés et les biotites en voie de chloritisation.

Leur altération, très particulière (échantillons 9.2 et 9.3), est décrite au chapitre II.C.3.4.

#### 2.2.5.- Le marbre

Ce marbre, extrait des carrières de Carrare en Italie, provient d'un temple de Grèce (site n°19). Il s'agit d'un faciès très pur, blanchâtre, formé de cristaux de calcite d'environ 500  $\mu\text{m}$ , fortement engrenés, pouvant inclure quelques grains de quartz (fig.30).

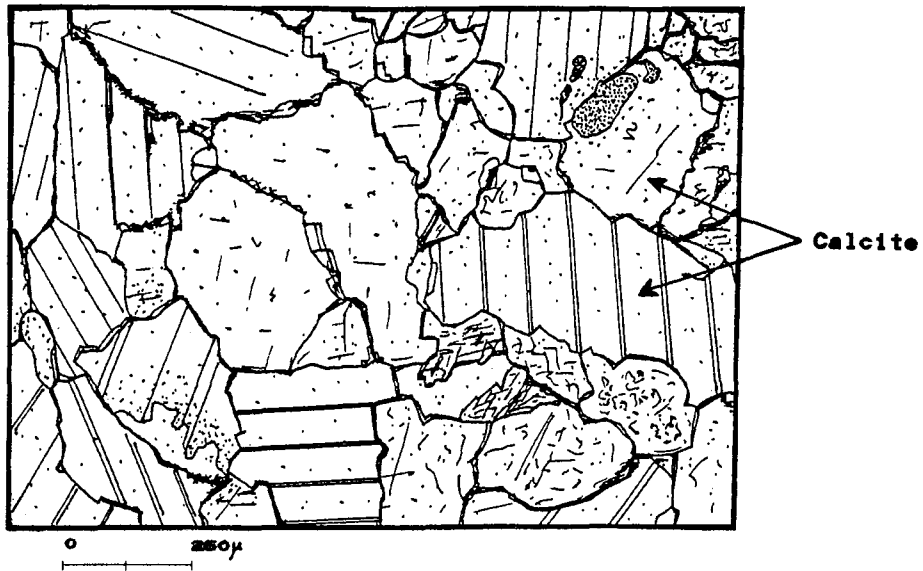


Fig.30.- Marbre très altéré, dont les liaisons entre cristaux de calcite sont affaiblies (comparer avec le faciès de substitution de la fig.31).

Les 2 échantillons diffèrent quant à la qualité des liaisons entre cristaux de calcite : le faciès de remplacement, utilisé pour la restauration de l'édifice, présente des contacts inter-cristallins très francs (fig.31), bien meilleurs que ceux du marbre originel, devenu poreux suite à la dégradation des liaisons entre cristaux.



Fig.31.- Aspect du marbre de substitution du site n°19, aux contacts entre cristaux de calcite nets.

### 3.- LES ALTERATIONS

Les altérations communes à tous ces matériaux se matérialisent par des évolutions minéralogiques conduisant à des fissurations, gonflements, dissolutions ou pertes de cohésion.

### 3.1.- Les néoformations argileuses

Deux paragenèses de néoformations argileuses ont été mises en évidence à l'intérieur des calcaires, grès et mortiers.

#### 3.1.1.- Les argiles fibreuses

##### a) *Observations*

Ces argiles ont été mises en évidence par diffractométrie des rayons X à l'intérieur de 2 faciès calcaires (13.1, 14.1), ainsi que dans les calcrètes de la Vallée des Reines (15.A à 15.F)(fig.32). Il s'agit de sépiolite et d'attapulгите (ou palygorskite).

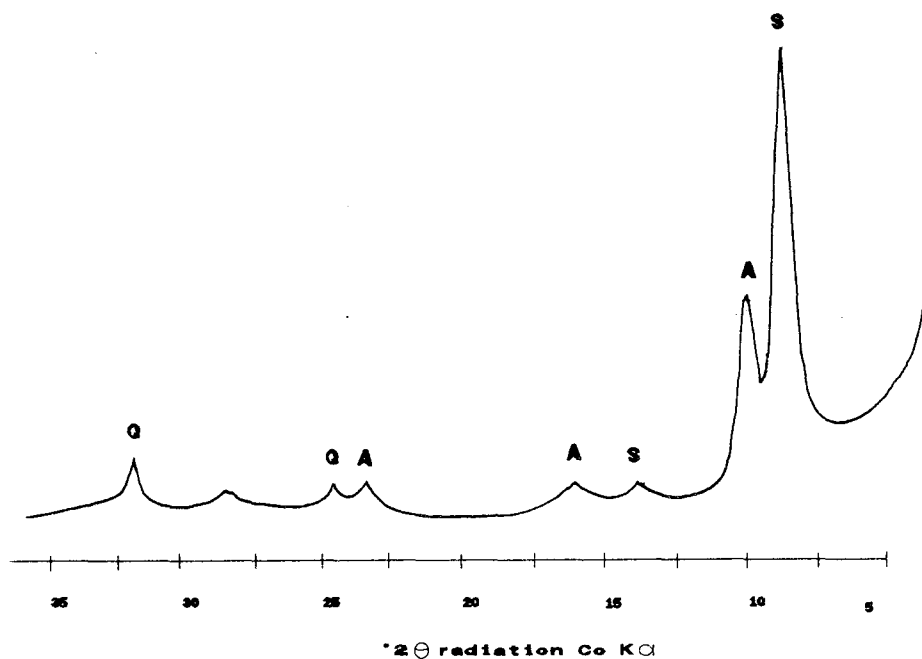


Fig.32.- Diffractogramme des rayons X d'un calcrète de la Vallée des Reines (S = sépiolite, A = attapulгите, Q = quartz).

Ces argiles ont également été reconnues au MEB dans 2 échantillons (13.1 et 15.B), à l'intérieur de fissures ou dans des pores; leur faciès fibreux, très fin et allongé, apparaît nettement sur les photos 27 et 28.

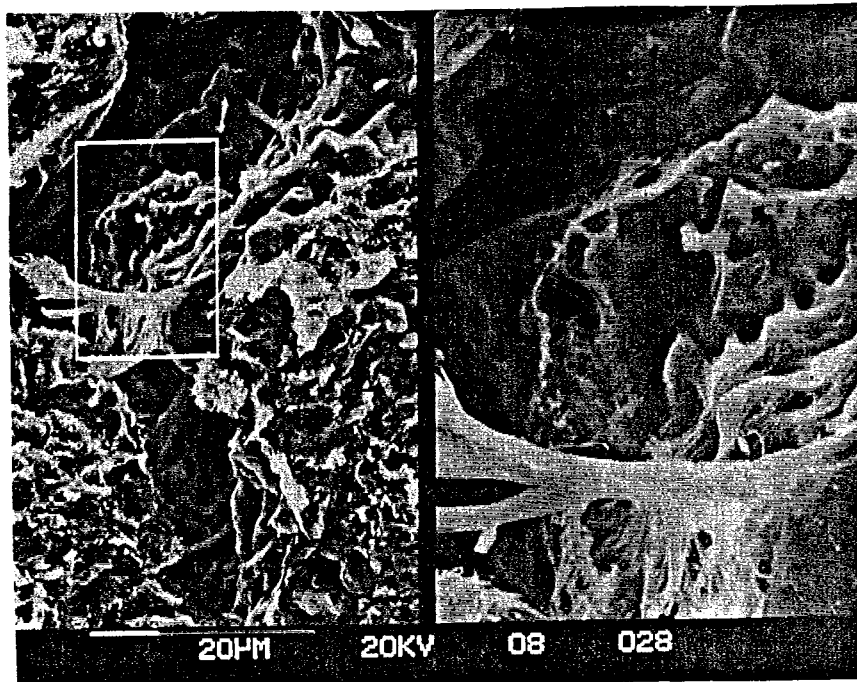


Photo 27.- Argile fibreuse (sépiolite ou attapulgite) à l'intérieur d'un calcrète de la Vallée des Reines (MEB).

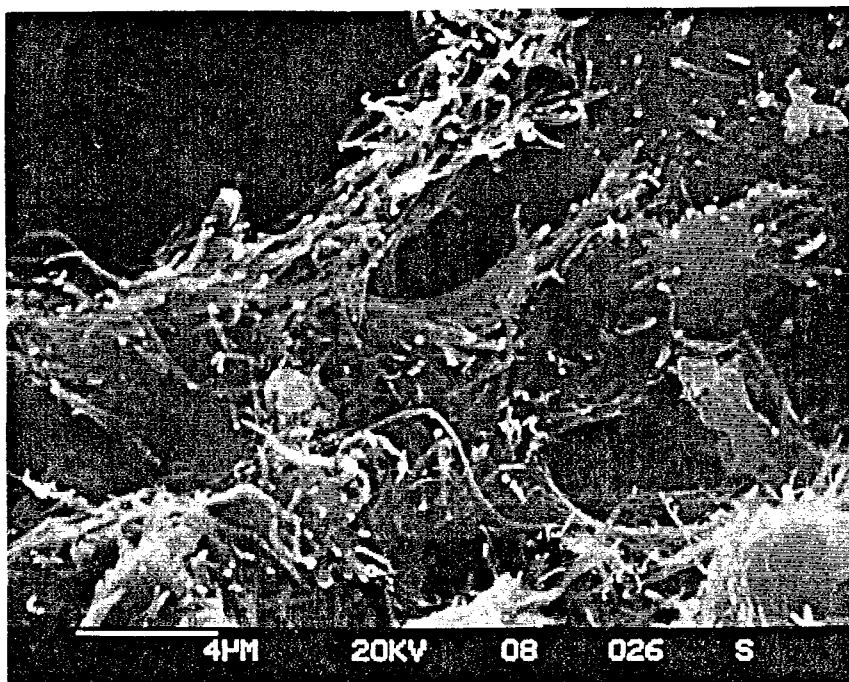


Photo 28.- Argiles fibreuses (sépiolite ou attapulgite) à l'intérieur d'un calcaire du site n°13 (MEB).

#### *b) Occurrences de ces argiles*

La majorité des auteurs (Millot, 1964 ; Millot et al., 1969 ; Paquet, 1970 ; Hassouba et Shaw, 1980 ; Meyer, 1987, etc.) considèrent qu'elles sont typiques des climats arides; elles y trouvent les conditions de leur stabilité, étant hydrolysées au moindre lessivage. Ces argiles ne résistent pas à un remaniement intraformationnel

(Haguenauer, 1973) : elles sont trop fragiles pour être héritées. Elles signent donc forcément une néoformation in-situ, par "addition" en milieu confiné et alcalin (Milot, 1964). Elles sont donc typiquement rencontrées dans les encroûtements calcaires, dans lesquels elles se sont formées par pédogenèse; leur association avec les montmorillonites est fréquente (Caillère et al., 1982).

Il est à noter enfin que ces argiles sont riches en magnésium, qui doit être présent dans le milieu, ou à proximité s'il est lessivé (dolomies, minéraux ferro-magnésiens, humification...).

Leur apparition au sein du calcaire d'appareillage d'un monument (13.1 et 14.1) implique donc le contact de ce dernier avec d'épisodiques solutions concentrées et riches en cations, notamment le magnésium, suite à l'aridité du milieu. Le calcium apparaît également indispensable, sans rentrer pour autant dans leur structure (Milot, 1964).

#### *c) Datation de ces néoformations*

Cette néoformation argileuse est considérée comme un processus rapide dans les milieux évaporitiques (Meyer, 1987).

Une datation au carbone 14 sur la matrice seule d'un calcrète de la Vallée des Reines n'a pas donné de valeur satisfaisante (vraisemblablement en raison d'un problème de séparation des grains de calcaire de ceux de la matrice, néoformés).

Cependant, des cas de calcrètes récents ont déjà été relatés : Netterberg (1969) cite des calcrètes ayant moins de 1000 ans (par datation au carbone 14); il considère que la rapidité de leur genèse est fonction de la pluviométrie, qui doit être supérieure à 550 mm/an.

De même, Calvet et Julia (1983) ont étudié des croûtes carbonatées au NE de l'Espagne formées après 1954.

Enfin, l'âge de mise en oeuvre des calcaires (13.1 et 14.1) est d'environ 3500 ans, ce qui peut être considéré comme un ordre de grandeur maximum pour cette néoformation, à priori postérieure à leur mise en oeuvre.

#### *d) Conséquences sur les matériaux*

Les conséquences sur la pérennité de ces calcaires ne peuvent être que bénéfiques, en ce sens où la structure en "briques creuses" de ces argiles ou en "pseudo-feuillets" (Caillère et al., 1982) n'autorise pas de gonflement particulier en présence d'eau, leur capacité d'échanges étant relativement faible; par ailleurs, elles développent un lacis de fibres à l'intérieur des pores qu'elles comblent et éventuellement jouent le rôle d'un ciment supplémentaire.

Ces argiles, relatives aux croûtes carbonatées qu'elles caractérisent, peuvent donc être considérées comme des minéraux de "faciès" : c'est la signature climatique enregistrée par la minéralogie.

### 3.1.2.- Les kaolinites et les smectites

#### a) *La kaolinite*

La kaolinite seule a été mise en évidence par diffractométrie des rayons X dans quelques calcaires et mortiers de la Pyramide de Khéops (n<sup>os</sup> 2, 4, 18, 19, 21), ainsi que dans de nombreux autres échantillons de grès, de calcaires et de mortiers : 3.4, 3.6, 13.2, 14'.1, 14'.2, 16.1, 16.2 et n<sup>os</sup> 2, 4, 5 et 6 de Jerash.

Les argiles de cette famille ont une composition chimique à la fois simple et constante ( $\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$ ), où les seules substitutions peuvent être celles de l'aluminium par le fer (Caillère et al., 1982); leur capacité d'échanges est faible. Il s'agit de produits diagénétiques fréquents des sols ou sédiments ayant subis un lessivage marqué : générateur d'un milieu acide, il assure l'entraînement de tous les cations, hormis le silicium et l'aluminium qui se recombinent.

En résumé, la meilleure définition revient à Millot (1964) : "La kaolinite est un minéral caractéristique des altérations continentales où les eaux percolent et s'épurent".

Bromblet et Bocquier (1985), puis Bromblet (1989), qui ont étudié la dégradation des grès du temple de Karnak en Egypte, considèrent que les kaolinites détectées dans ces grès sont néoformées, à partir de solutions chargées en silice et aluminium : elles sont la phase stable, suite à l'altération par lessivage de la matrice argileuse des grès ou de feldspaths, plagioclases et micas, éventuellement de niveaux sus-jacents.

Ainsi, en ce qui concerne les kaolinites des grès des sites 14' et 16, le schéma est sensiblement le même et la même explication peut être avancée. D'après Meyer (1987), l'association des kaolinites avec la matrice ferrugineuse (hématite) représente l'évolution de sols typique des climats chauds, fortement drainés, conduisant à des cuirasses ferrugineuses. Le fer nécessaire à l'hématite peut provenir de l'altération de smectites préexistantes (non reconnues dans mes échantillons), qui s'altéreront en kaolinite.

Une réserve concerne les lessivages intenses évoqués en regard du climat actuel, de type sub-aride, donc à très faible pluviométrie; dans ce cas, cette altération serait plus ancienne, le climat égyptien antique ayant été plus clément (donc plus humide) qu'il ne l'est actuellement (tendance à l'aridification au cours des siècles).

Cependant, Jacq (1982) montre que, avant la mise en service du barrage d'Assouan, en 1967, le Nil quittait son lit chaque année pendant près de 3 mois et noyait l'ensemble du paysage... et la plupart des

constructions voisines. Le lessivage des grès envisagé pour justifier la néoformation de kaolinite trouverait ici une explication.

b) *L'association kaolinite-smectites*

Les kaolinites détectées dans les mortiers (n<sup>os</sup> 2 et 4 de Khéops, 13.2, n<sup>os</sup> 2, 4, 5 et 6 de Jerash) comme dans les calcaires (n<sup>os</sup> 2, 18, 19 et 21 de Khéops, 3.4, 3.6) sont toujours associées à des argiles de la famille des smectites (voir diffractogrammes, fig.21, 24, 27 et 29; ces dernières apparaissent souvent mal cristallisées.

Deux hypothèses sont alors envisageables :

- les kaolinites proviennent de l'altération des smectites, de la même façon que dans les grès, ce qui explique la mauvaise cristallisation de ces dernières : il s'agirait alors de néoformations par soustraction, suite à un lessivage plutôt prononcé des cations; cette hypothèse ne s'accorde cependant pas très bien avec les conditions de milieu actuel (lessivage exceptionnel, à l'occasion des pluies d'hiver);

- les smectites représentent la phase néoformée, en cours de cristallisation, à partir de l'agradation de kaolinites : il s'agirait alors de néoformations par addition, suite à un drainage faible favorable à une stagnation et concentration par évaporation des solutions chargées en cations.

Ce schéma de néoformation serait identique à celui des argiles fibreuses dans les sols calcimorphes, évoqué dans le paragraphe précédent. Il est plus satisfaisant dans la mesure où il permet en outre de prendre en compte le climat actuel, de type sub-aride.

A partir de cette hypothèse, la kaolinite apparaît héritée dans les calcaires et mortiers. Elle peut provenir, pour les mortiers, de son incorporation au liant avec la fraction sableuse ainsi que d'une absence de lavage des granulats; en ce qui concerne son occurrence dans les calcaires, elle peut être d'origine pédogénétique, antérieurement à leur mise en oeuvre (au même titre que les grès).

Par référence aux grès, les calcaires seraient donc dans un état évolutif plus avancé dans la mesure où leurs kaolinites, vraisemblablement de même origine, seraient déjà à la recherche d'un nouvel équilibre, en se recombinaut avec différents cations (magnésium, fer, etc.) pour évoluer en montmorillonites. Ce fait serait donc en liaison avec la mise en oeuvre de ces matériaux, plus particulièrement de leur position au sein des édifices (par exemple, propice ou non à un confinement des solutions pouvant circuler).



Face à ces hypothèses, la meilleure démarche serait donc de comparer ces calcaires et grès à la fois avec les faciès de carrière originaux actuels, ayant subi une évolution pédogénétique "naturelle" de même durée (voir Bromblet, 1989), mais aussi - ce qui relèverait de l'utopie - avec les faciès de carrière "de l'époque", afin de connaître leur état d'altération avant la mise en oeuvre... Cependant, une comparaison entre des matériaux identiques situés en différents points des édifices serait déjà une première approche pour déterminer l'influence de leur position sur les transformations argileuses.

### 3.2.- Les néoformations salines

#### 3.2.1.- Les cristallisations de sels

##### a) *Origine des sels*

Les sels, quelque soit leur variété minéralogique (halite, thénardite, glaubérite, sylvite, gypse, etc.), sont omniprésents dans tous les pays péri-méditerranéens, en particulier du Moyen-Orient. Ils se rencontrent naturellement dans des dépressions endoréiques - les sebkhas - où se déposent des évaporites, par la suite de ruissellements suivis d'évaporations intenses qui les concentrent.

D'après G.Truc (communication personnelle), ces sels peuvent aussi provenir d'apports éoliens, soit d'origine océanique (aérosols marins), soit continentale (poussières salées arrachées aux sebkhas), qui les déposent ensuite en tous lieux; ainsi, G.Truc rapporte que dans la plaine de Tel-Aviv, en Israël, le sol reçoit environ 21 kg de halite par hectare et par an, d'origine méditerranéenne.

Ils imprègnent ainsi la plupart des sols et des paysages, et par conséquent les fondations des édifices; lorsqu'ils sont mis en solution par les nappes aquifères proches du sol, ils tendent à remonter par capillarité dans les murs et cristallisent sur leur surface sous la forme d'exsudations ou efflorescences (Jeannette, 1980 ; Traunecker et Wuttmann, 1982 ; Auger, 1988 ; Bromblet, 1989).

La présence de sels à l'intérieur de la plupart des matériaux étudiés n'a donc rien de surprenant; leur origine est variable d'un échantillon à l'autre, entre les remontées phréatiques, les lessivages, les apports éoliens...

Emery (1960) attribue l'origine des efflorescences salines à l'intérieur de la Pyramide de Khéops, à une dissolution des sels contenus dans les blocs calcaires par les eaux de pluie qui pouvaient pénétrer dans l'édifice lors de sa construction.

La plupart des monuments égyptiens sont d'ailleurs touchés par ces efflorescences salines : la Pyramide de Khéops (Emery, 1960 ; Regourd et al., 1988), Le Sphinx (Pühringer, 1983 ; Gauri et al., 1988), les Temples de Karnak (Traunecker et Wuttmann, 1982 ; Bromblet, 1989), Louxor (Issawi et al., 1986), etc.

## b) Mécanismes de la cristallisation saline

La plupart des échantillons de cette étude ayant été prélevés sans indications précises (hauteur par rapport au sol, orientation, etc.), il m'est impossible de chercher à caractériser des séquences évaporitiques ou une origine exacte à ces sels.

Cependant, d'après de nombreux auteurs (Trauneker et Wuttman, 1982 ; Issawi et al., 1986 ; Bromlet, 1989, etc.), le processus fondamental de leur cristallogénèse est du même type que les séquences d'évaporation salines connues dans la nature (marais salant par exemple), les sels cristallisant au fur et à mesure que leur taux de saturation est atteint dans la solution qui s'évapore, dans l'ordre d'apparition suivant (simplifié) : les carbonates, les sulfates puis les chlorures (Braitsch, 1971 ; Herrmann et al., 1973). Les séquences observées dans les murs sont "calquées" à la fois verticalement et horizontalement sur cette succession, réalisant de véritables chromatographies.

Les principales causes de dégradation évoquées dans la littérature sont toujours liées aux forces développées par la cristallisation des sels. En fait, ce vocable regroupe 2 mécanismes bien distincts, aux effets comparables : l'hydratation d'une part, la croissance cristalline d'autre part (Sperling et Cooke, 1985).

Ainsi, l'hydratation des sels, étudiée en particulier par Winkler et Wilhelm (1970), ne concerne que les sels susceptibles de renfermer des molécules d'eau dans leur structure (transformation de la bassanite  $\text{CaSO}_4, 1/2\text{H}_2\text{O}$  en gypse  $\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$ , ou de la thénardite  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  en mirabilite  $\text{Na}_2\text{SO}_4, 10\text{H}_2\text{O}$  par exemple). Leur hydratation dépend essentiellement de la pression de vapeur atmosphérique, à la faveur des variations d'humidité. La pression développée par ce mécanisme est proportionnelle au nombre de molécules d'eau captées. Ces derniers auteurs ont calculé la pression d'hydratation du gypse à partir de la bassanite, en fonction de la température et de l'humidité relative de l'atmosphère; ils trouvent ainsi, à 10 °C et à 80 % d'humidité, une pression d'environ 160 MPa, pour atteindre, à 0°C et 100 % d'humidité, 219 Mpa... Ils démontrent ainsi que la pression d'hydratation du gypse croît très vite quand l'humidité relative de l'atmosphère ambiante augmente et que la température diminue.

Par contre, la croissance de cristallisation concerne tous les types de sels et dépend du degré de sursaturation des solutions dans un espace confiné et de l'accroissement de la température (Winkler et Singer, 1972). Ces 2 mécanismes distincts engendrent des pressions pouvant atteindre des valeurs également considérables (entre 50 et 200 MPa en moyenne); cependant, selon Sperling et Cooke (1985), le processus même de la croissance cristalline engendre d'une part des pressions supérieures à celui de l'hydratation seule et d'autre part, les sels anhydres exercent une pression de cristallisation plus élevée que les sels hydratés. Dans les expérimentations de Goudie (1986), le sel

occasionnant le plus de dégâts sur ses échantillons rocheux est le carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), suivi des sulfates de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) et magnésium ( $\text{MgSO}_4$ ). La forte dilatation thermique des sels a également été évoquée par Cooke et Smalley (1968) et Bell et Dearman (1988). Ainsi, selon Javey (1972), le gypse a un coefficient de dilatation 5 fois supérieur à celui de la calcite.

Enfin, un dernier aspect important à considérer est l'effet cumulatif de ces sels dans le temps à l'intérieur des matériaux rocheux (Goudie, 1986 ; Auger, 1988).

Ces cristallisations se produiront à la suite de variations d'humidité (diurnes-nocturnes), nécessaires pour la mobilisation des sels (après leur mise en solution) ainsi que pour l'hydratation de certaines espèces (Pühringer, 1983 ; Bell et Dearman, 1988). D'après Iniguez-Herrero (1967), les croûtes salines ne se forment que si l'évaporation est plus forte que l'apport d'eau capillaire : il estime ainsi que la cause de leur formation est l'humidité passagère, typique des régions désertiques.

Il ressort donc de ces différents travaux que la combinaison de l'humidité avec un climat chaud et sec est dans tous les cas extrêmement néfaste en termes de pérennité des roches, en raison de son action "bonifiante" sur les mécanismes d'hydratation et de cristallisations de sels; de même, la lithologie, par le biais de la macro-porosité, la micro-porosité, la taille des pores, leur forme et leur agencement sont autant d'éléments qui conditionnent le taux de dégradation d'une roche par les sels (Bradley et al., 1978 ; Cooke, 1979 ; Bell et Dearman, 1988 ; Gauri et al., 1988 ; Nieminen et Uusinoka, 1988 ; Bromblet, 1989).

### *c) Conséquences de ces néoformations*

Depuis plusieurs années, les effets des désagrégations salines des roches font l'objet de nombreux travaux, en raison de leur responsabilité dans les processus de dégradations de monuments, en climat aride mais aussi tempéré (Winkler, 1973, 1987).

Ces néoformations, sauf cas très rares, sont toujours synonymes de dégradations. Les seuls cas "positifs" sont, d'une part, la formation de croûtes superficielles très indurées qui peuvent augmenter la cohésion et la protection des pierres, d'autre part la cristallisation de macro-cristaux engrenés dans la porosité intergranulaire, qui malgré la micro-fissuration créée, tendent à cimenter le matériau (Bromblet, 1989). Il n'en demeure pas moins que ces cristallisations sont toujours de nature très solubles et ainsi sujettes à disparaître facilement à la faveur de précipitations.

Ainsi, mis à part ces rares cas isolés, les néoformations salines entraînent toujours des dégradations, à la fois d'ordre mécaniques (éclatements, fissurations) comme chimiques (accroissement de

la solubilité de plusieurs espèces minéralogiques...)(voir chapitre III.A.5).

### 3.2.2.- Observations

#### a) *Les cristallisations de chlorure de sodium*

Un certain nombre d'observations de cristallisations de chlorure de sodium ont été faites à l'intérieur de grès (14'.1, 14'.2, 16.1), granites (9.2 et 9.3), calcaires (12.1, 14.2, 14.5, 15.0, 15.1), calcrètes (15.D) et mortiers (Pyramide de Khéops, site n°4, Temple de Jerash).

Ces néoformations peuvent se présenter sous différentes formes : efflorescences murales, pouvant parfois former des croûtes centimétriques, remplissages de fissures, de pores, jusqu'à une incorporation très intime à la micrite de calcaires (photo 29).

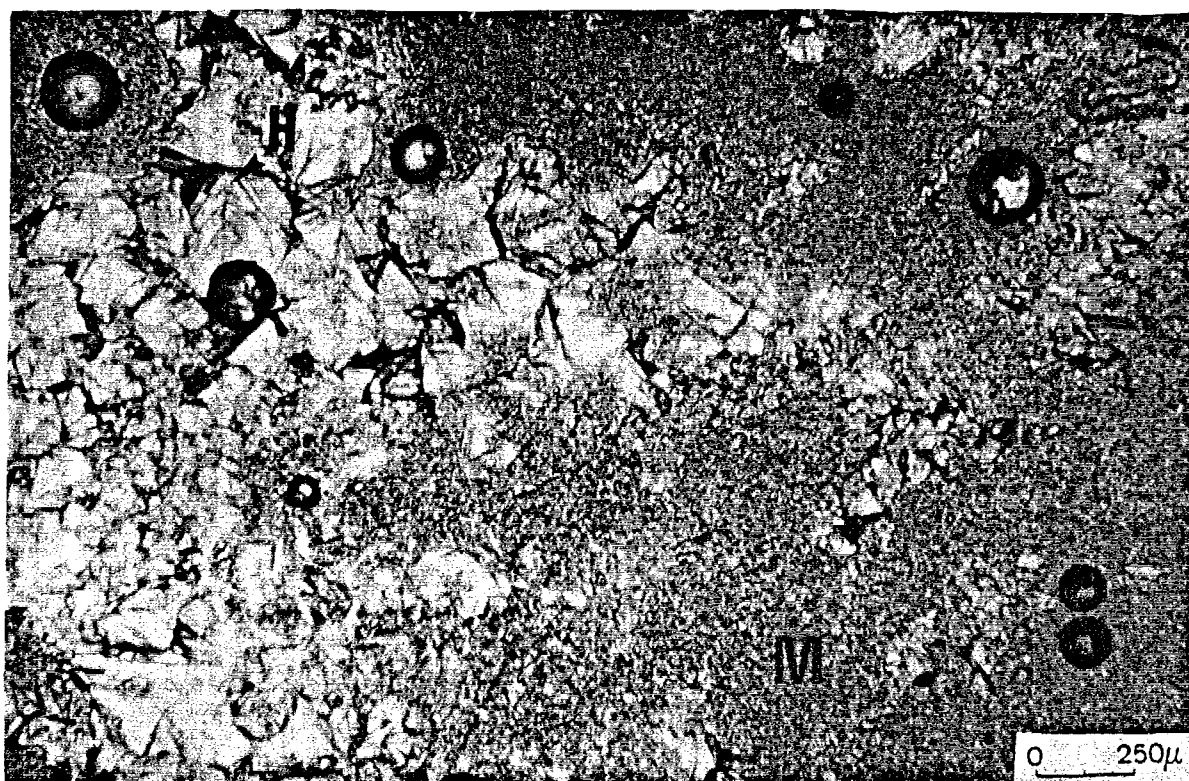


Photo 29.- Cristallisations de halite à l'intérieur d'un calcaire de la Vallée des Reines (lumière naturelle).

Au MEB, le chlorure de sodium (identifié à la microsonde) revêt souvent un aspect lisse, comme un nappage de cristaux qu'il engluie (photo 30); selon Bromblet (1989), "l'aspect fondu témoigne de dissolutions partielles avec un début de fusion des arêtes des cristaux automorphes".

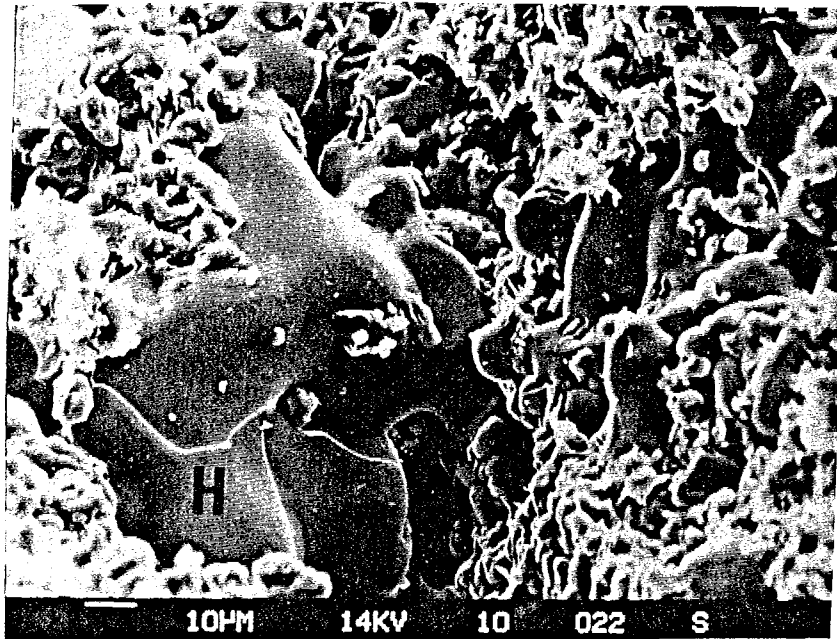


Photo 30.- Chlorure de sodium (=H) à l'intérieur d'un mortier (site n°4)(MEB).

Quelques cristallisations en trémies ont été observées (photo 31).

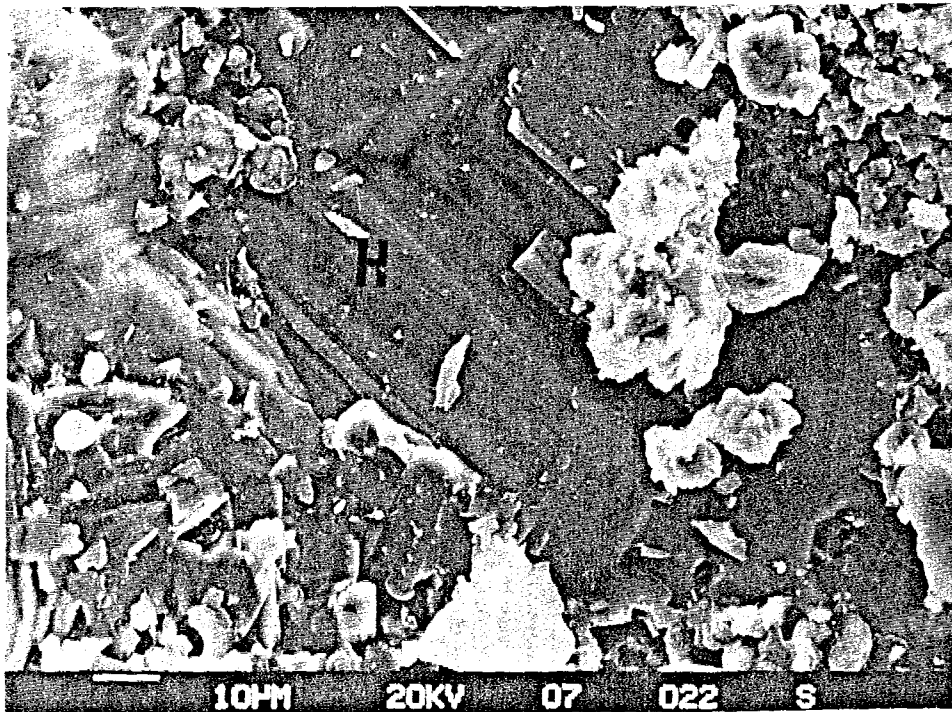


Photo 31.- Cristallisation de chlorure de sodium en trémie (=H) à l'intérieur d'un calcaire (Vallée des Reines)(MEB).

L'analyse par diffractométrie des rayons X d'une croûte saline prélevée dans le grand couloir de la Pyramide de Khéops révèle la présence de halite après dissolution à l'HCl de la calcite (fig.33). Un test au  $BaCl_2$  a produit un léger trouble ( $BaSO_4$ ), preuve de l'existence d'ions sulfates, en faibles quantités cependant.

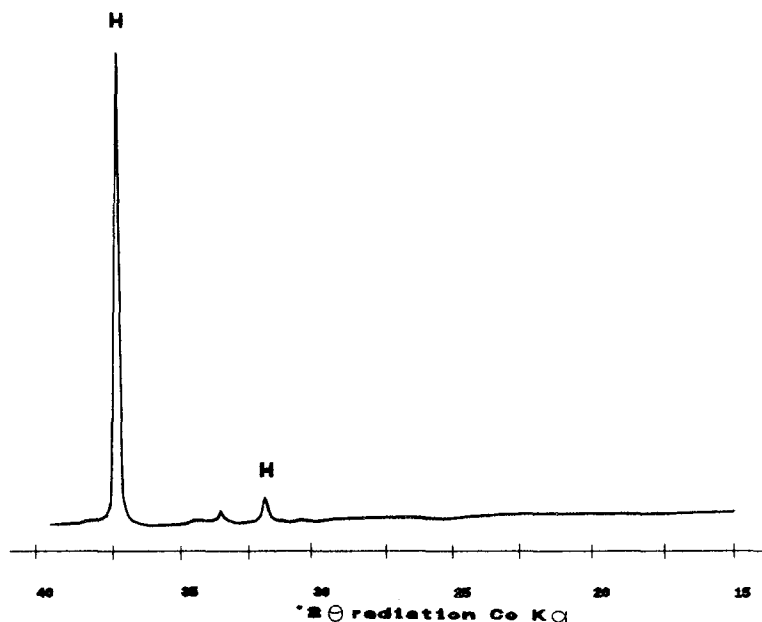


Fig.33.- Diffractogramme des rayons X d'une croûte saline de la grande galerie de la Pyramide de Khéops, après attaque à l'HCl pour dissoudre la calcite (H = halite).

*b) Les néoformations de gypse*

Un certain nombre d'observations concernant des néoformations de gypse ont été réalisées à l'intérieur des mortiers au plâtre de la plupart des édifices étudiés.

*b1) Observations microscopiques*

Les observations de néoformations gypseuses portent sur les grains d'anhydrite, utilisés comme sable.

La figure 34 montre un grain d'anhydrite  $\text{CaSO}_4$  au sein d'un mortier de la Pyramide de Khéops. Celui-ci apparaît composé d'une frange périphérique blanchâtre, formée de fins cristaux de gypse microcristallin  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  et d'un coeur d'anhydrite; la transition est progressive entre les 2 qui sont intimement liés : il s'agit d'un phénomène d'hydratation (10) de la bordure vers le coeur du grain. Ce processus est centripète (Regourd et al., 1988).

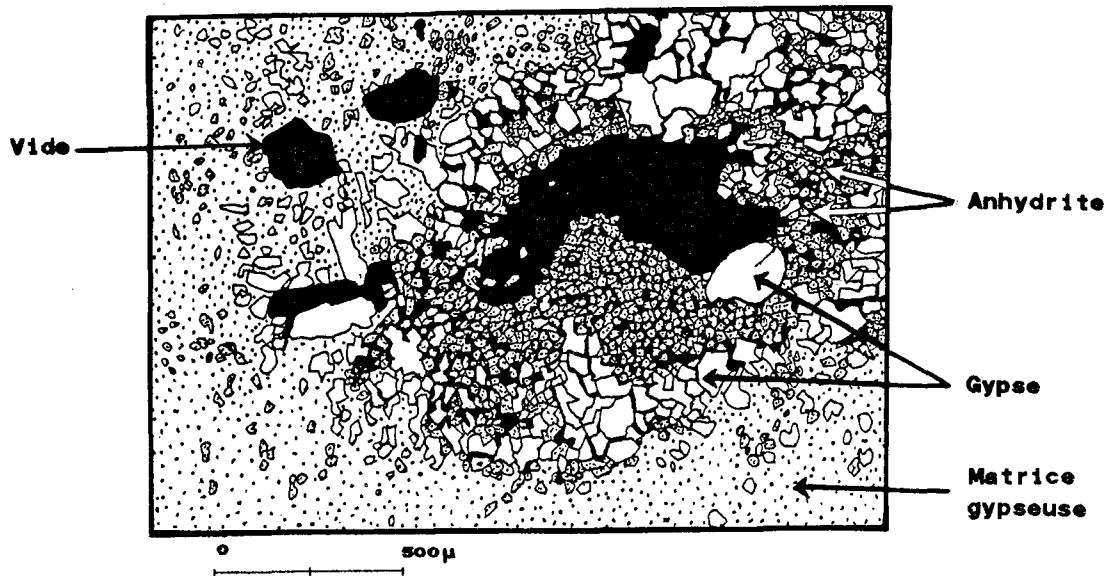


Fig.34.- Hydratation périphérique d'un grain d'anhydrite en gypse, à l'intérieur d'un mortier de la Pyramide de Khéops.

D'autres grains, totalement hydratés, ne subsistent plus que sous une apparence de "fantômes", formés de micro-cristaux de gypse qui reproduisent la forme de l'anhydrite originelle (fig.35). Quelques reliquats d'anhydrite peuvent encore subsister au sein du gypse néoformé (fig.36) (échantillons 8.7, 11.1).

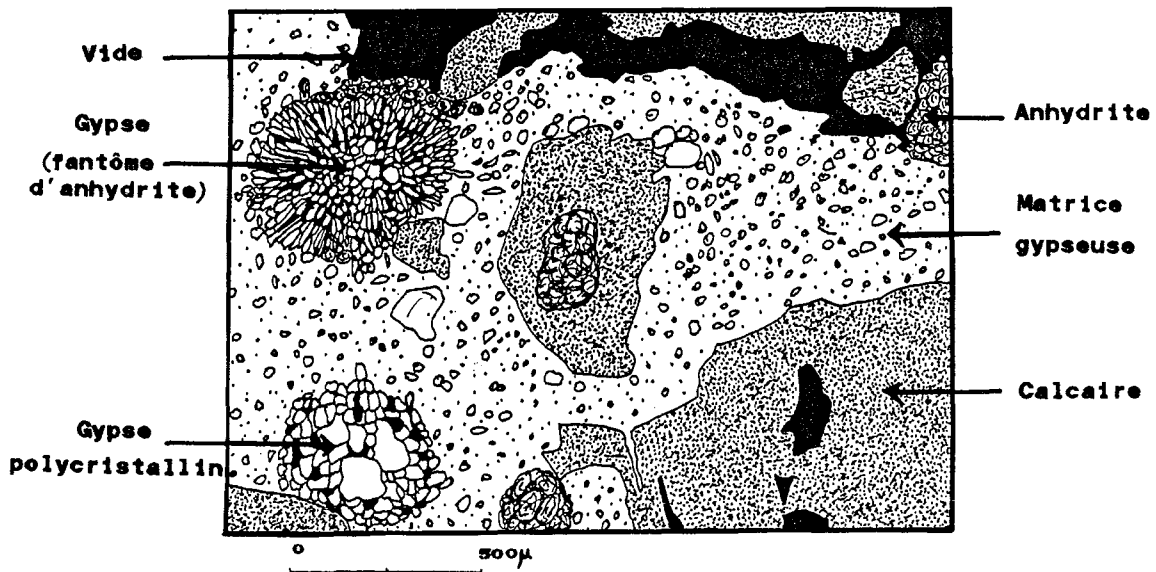


Fig.35.- Mortier de la Pyramide de Khéops : hydratation totale de grains d'anhydrite (= "fantômes") en micro-cristaux de gypse, cristallisant ensuite en gypse poly-cristallin.

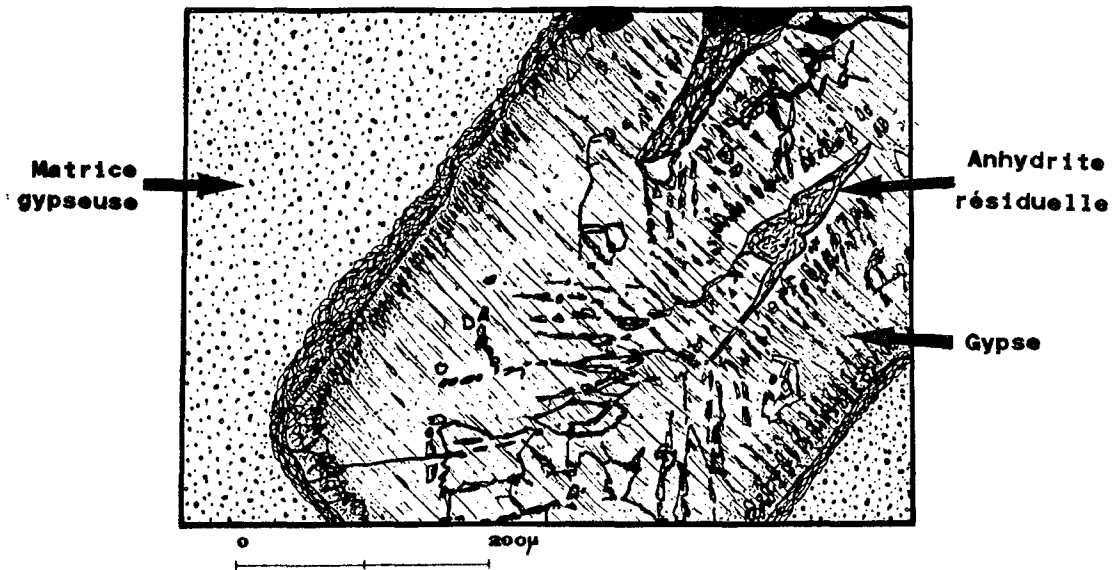


Fig.36.- Reliquats d'anhydrite à l'intérieur d'un grain de gypse néoformé (mortier du site n°8).

Différents degrés de transformation peuvent être mis en évidence, le gypse micro-cristallin tendant à recristalliser et à former des agglomérats de cristaux plus massifs : il y a passage d'une mosaïque fibreuse à granulaire, en mosaïque (fig.35).

La figure 37 illustre la croissance de gypse directement au sein d'une anhydrite, dans les plans de clivages : il en résulte des cristaux mixtes anhydrite/gypse, ce dernier étant pris "en sandwich" entre les feuilletts (2.3, 8.6, 8.7, 17.4)

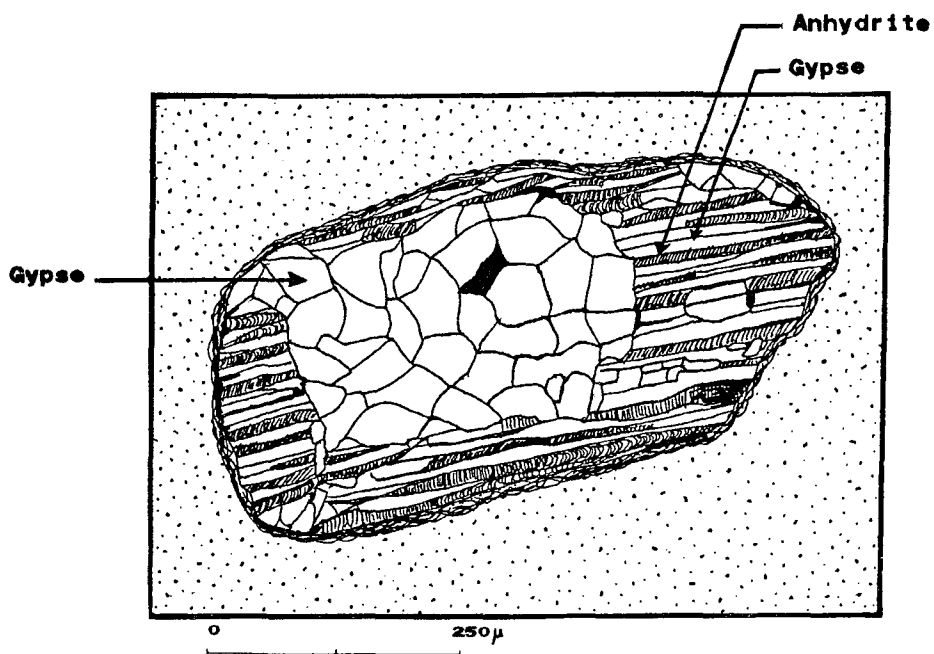


Fig.37.- Grain mixte anhydrite - gypse dans un mortier du site n°11.

Enfin, le MEB a permis d'observer de multiples marques de dissolution sur la surface de cristaux de gypse (photos 32, 33 et 34).



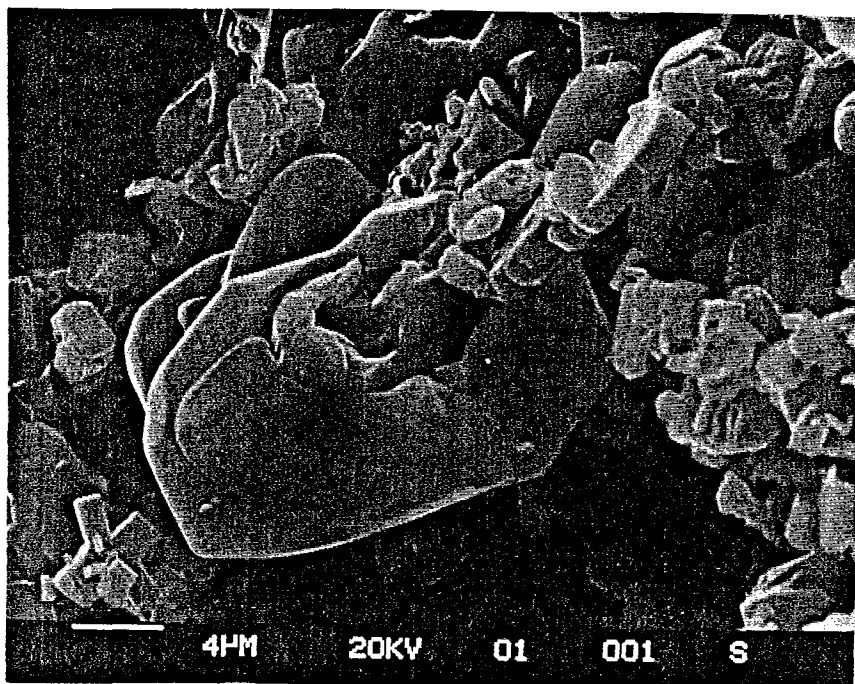


Photo 32.- Cristal de gypse à l'intérieur d'un mortier de la Pyramide de Khéops présentant des marques de dissolution en surface (MEB).

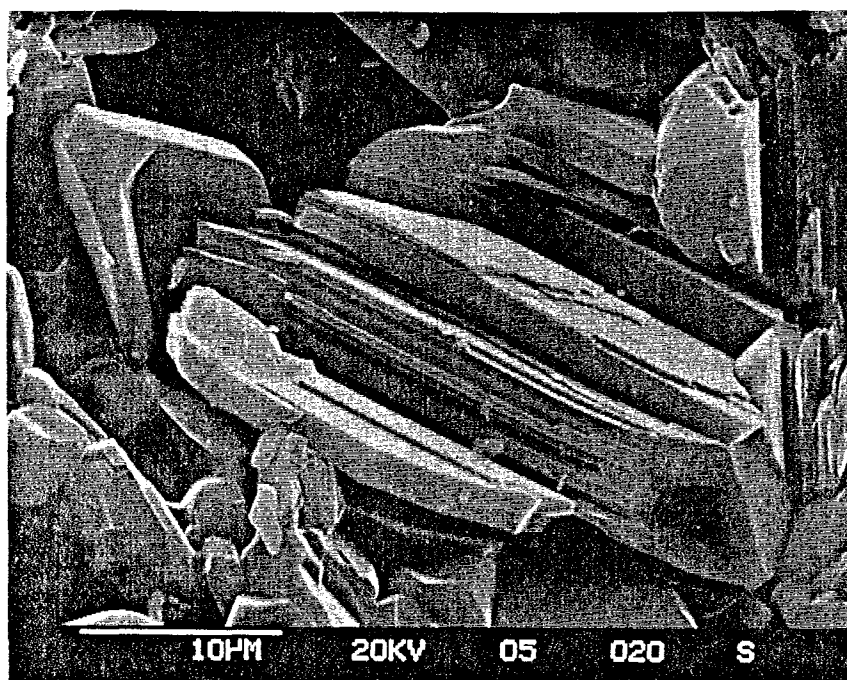


Photo 33.- Cristal de gypse à l'intérieur d'un mortier de la Pyramide de Khéops partiellement dissous (MEB).

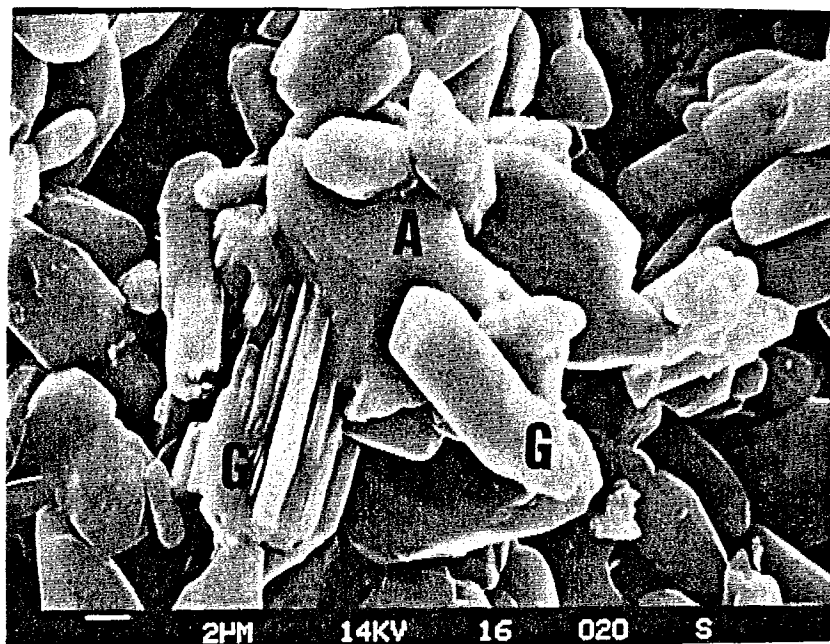


Photo 34.- Cristaux de gypse à l'intérieur d'un mortier du temple de Jerash (Jordanie) présentant des marques de dissolution en surface et pouvant illustrer une possible hydratation de l'anhydrite (=A) en gypse (=G)(MEB).

#### *b2) Recherche des causes*

Selon Sahores (1962), les mécanismes de l'hydratation de l'anhydrite en gypse impliquent une mise en solution de l'anhydrite avant sa recristallisation en gypse. Ainsi, les causes de cette transformation minéralogique se trouvent dans la mise en contact de ces mortiers avec une source d'humidité, comme le montrent les photos 32, 33 et 34. Ces marques de dissolution témoignent l'existence de circulations de solutions : celles-ci ont pu se faire à la faveur de précipitations météoriques pour les mortiers extérieurs; en ce qui concerne les mortiers à l'abri (Pyramide de Khéops), il existe probablement une liaison avec la condensation de vapeur d'eau liée à la fréquentation humaine élevée dont fait l'objet cette pyramide (Emery, 1960 ; Regourd et al., 1988 ; Kérisel, 1988).

Par ailleurs, les calcaires et mortiers des édifices égyptiens sont fréquemment recouverts de concrétions salines, résultant elles-même de cristallisations par évaporation de saumures imbibant ces matériaux (voir chapitre II.C.3.2.1.a). Ainsi, la halite détectée dans le couloir de la Grande Pyramide (voir fig.33) passe en solution à la faveur de cette humidité et augmente le pouvoir dissolvant de l'eau vis-à-vis des sulfates de calcium (Braitsch, 1971) et constituent ainsi un facteur d'altération supplémentaire de ces mortiers (G.Truc, communication personnelle).

Une autre conséquence liée à la présence de halite concerne la transformation dans le sens gypse/anhydrite (improbable dans les conditions de température et pression ordinaires, en raison des domaines de stabilité respectifs de ces 2 espèces (Mac Donald, 1953 ; Blount et

Dickson, 1973)) : la température de transition de l'anhydrite en gypse diminue avec une augmentation croissante de la concentration en NaCl (Mac Donald, 1953 ; Kern et Weisbrod, 1964 ; Zen, 1965 ; Iniguez-Herrero, 1967 ; Blount et Dickson, 1973); elle passe de 40°C dans l'eau pure à 15°C pour une chlorinité de 157 %. (fig.38). Seule une amorce de transformation en héli-hydrate (bassanite) de formations gypseuses, sous climats chauds et secs, a déjà été observée (Bromblet, 1989).

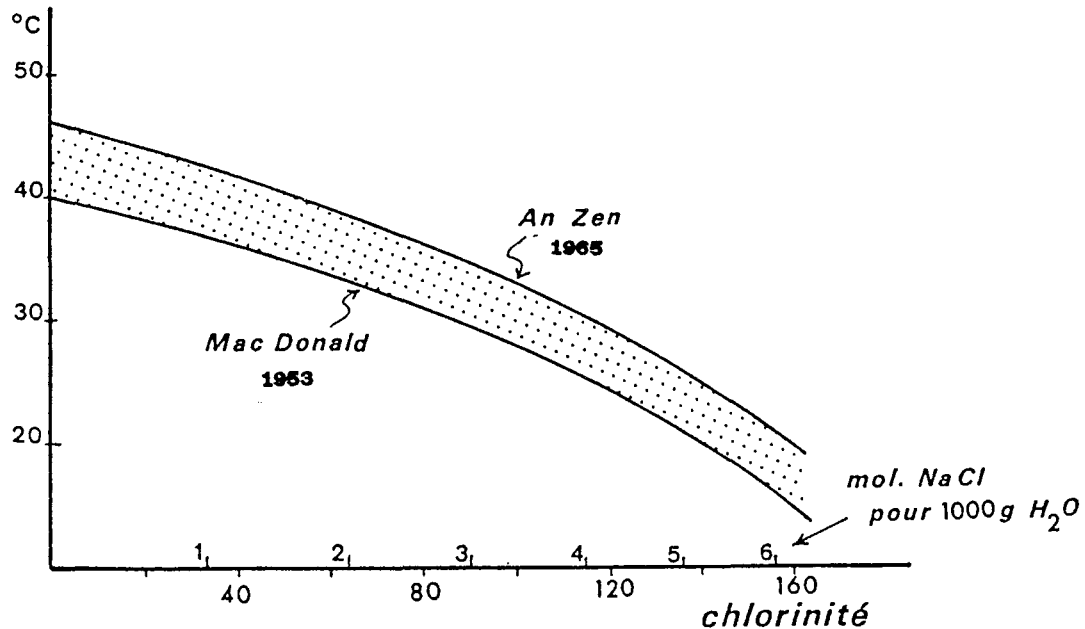


Fig.38.- Variation de la température de transition gypse - anhydrite en fonction de la salinité (d'après Jauzein, 1974).

### b3) Conséquences sur les mortiers

Les conséquences en terme de pérennité sont multiples:

- une amélioration des liaisons liant-granulats a lieu finalement, puisque le gypse néoformé en périphérie du granulat d'anhydrite recristallise et tend à "se fondre" avec la matrice gypseuse (photo 35);

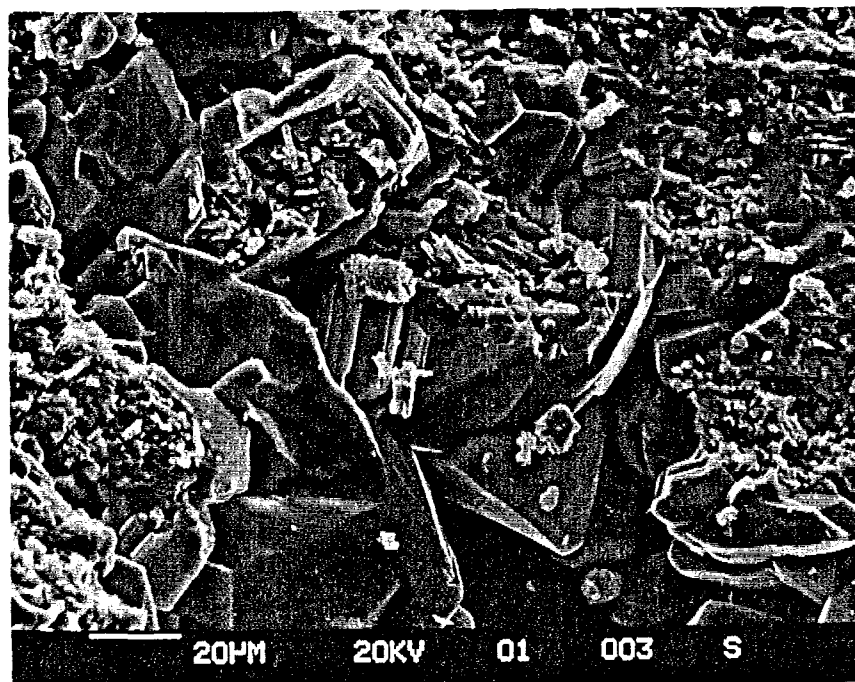


Photo 35.- Recrystallisations de cristaux de gypse (présentant de nombreuses marques de dissolution)(MEB).

- il en résulte une importante augmentation de volume, susceptible de provoquer des gonflements dans le mortier, puisque le passage anhydrite-gypse engendre (en théorie) une augmentation de volume d'environ 38 %, à partir d'une anhydrite non imprégnée d'eau (Jauzein, 1974); cependant, l'importante porosité de ces mortiers est à même d'absorber une quantité importante de ce gypse néoformé, qui s'incorpore au fur et à mesure de sa croissance à la matrice gypseuse, par le biais de dissolutions et recristallisations (photo 35). Sahores (1962) insiste sur le fait que les efforts importants de gonflement du gypse sont liés à sa croissance en cristaux aciculaires, orientés dans toutes les directions et qui laissent entre eux de nombreux vides. Il affirme que les poussées dues à l'hydratation d'un bloc d'anhydrite naturelle sont très inférieures à celles développées par la prise d'un bloc d'hémihydrate (ou bassanite) : il a mesuré expérimentalement une poussée développée par l'hydratation naturelle de l'anhydrite en gypse de 2 Mpa, valeur faible dans l'absolu;

- il est à craindre une diminution des propriétés mécaniques initiales, en raison de la faible dureté du gypse (2 sur l'échelle de Mohs) comparé à celle de l'anhydrite (entre 3 et 3,5);

- la vitesse de dissolution du gypse est plus rapide que celle de l'anhydrite à des températures inférieures à 70 °C (Blount et Dickson, 1973), bien que cette dernière soit plus soluble que le gypse aux basses températures (variable avec la température, mais voisine de 2 g/l)(Jauzein, 1974).

#### *b4) Conclusion*

Ces néoformations de gypse sont donc le reflet de l'évolution des mortiers, sous l'influence de l'humidité régnant à l'intérieur de la pyramide.

Il ressort des observations précédentes 2 modalités dans le processus d'hydratation de l'anhydrite : soit de façon centripète, quand elle est de type massive, soit le long des clivages quand ils existent.

L'emploi de grains d'anhydrite comme granulats (infra-centimétriques) occasionne donc à long terme leur transformation complète en gypse. Sahores (1962) a relaté des exemples d'hydratation d'anhydrite naturelle, dans des ouvrages souterrains (mines, galeries) et insiste sur le fait que cette transformation, hormis sa lenteur (plusieurs mois à plusieurs années), n'est souvent que très superficielle. Delporte (1988) estime qu'il n'est pas possible d'hydrater l'anhydrite dans son intégralité et que la transformation s'effectuera de préférence au niveau des particules fines.

Sahores (1962) distingue différents types minéralogiques d'anhydrite (I, II, III), qui ont des vitesses d'hydratation différentes; il n'a pas été possible ici d'en distinguer la variété.

A titre de comparaison, l'âge des mortiers étudiés varie entre 4500 ans pour la Pyramide de Khéops, 3500 ans et 2000 ans pour les échantillons des sites n°11 et de Jerash (dans lesquels subsiste encore de l'anhydrite) et 7800 ans pour ceux du site n°1 (où il n'existe plus d'anhydrite).

#### *c) La précipitation de saumures*

Quelques observations de néoformations de gypse à l'intérieur de matériaux autres que les mortiers sont à signaler.

Ainsi, comme il a déjà été écrit précédemment (chapitre II.C.2.2.2), quelques calcaires contiennent de petites plages de gypse et anhydrite, mêlés à de la calcite spathique et à des grains de quartz, en lentilles d'environ 1 mm de diamètre (fig.25); ces "passées" semblent être liées à des remplissages secondaires de cavités préexistantes (fissures, terriers fossiles) par des saumures, vraisemblablement en liaison avec des circulations d'origine météoriques.

Leur intérêt dans le cadre de ce travail est qu'elles montrent la remarquable mobilité des ions sulfates, omniprésents sous ces climats et remis en solution à la moindre précipitation... qu'illustrent aussi la genèse des célèbres "roses des sables", incorporant 20 à 30 % de quartz et autres impuretés présentes lors de leur cristallisation (Watson, 1985).

La photo 36 permet d'observer une autre forme de croissance de gypse, en oursins, formée de micro-cristaux aciculaires rayonnants,

d'environ 50  $\mu\text{m}$  de longueur; cette néoformation s'est développée sur une concrétion de halite, à l'intérieur d'une fissure d'un granite (échantillon 9.2). L'association du gypse avec le chlorure de sodium illustre bien une mise en solution commune, au sein de saumures, avant de cristalliser ensemble dans une roche dont elles ne peuvent provenir.

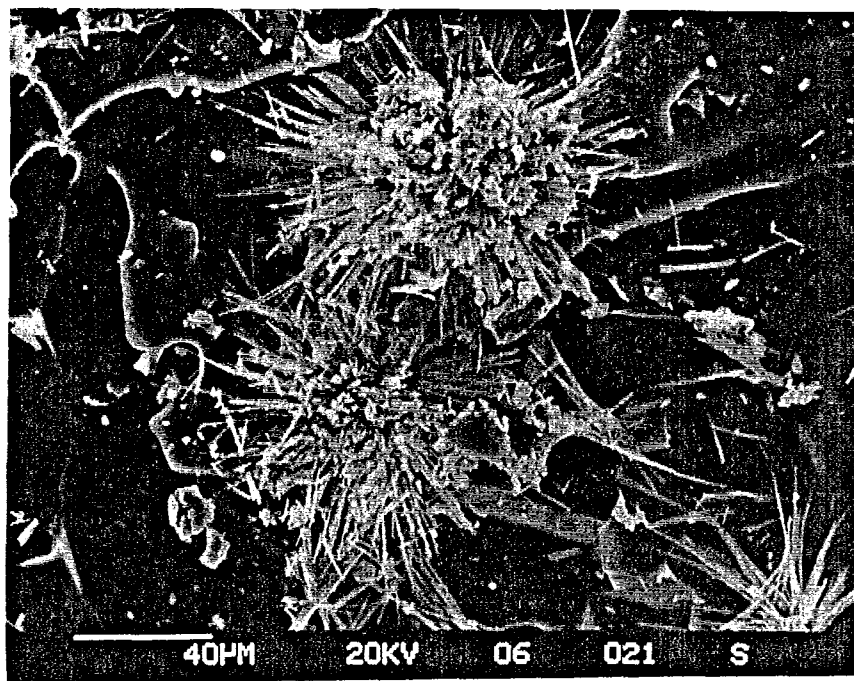


Photo 36.- Cristallisation de gypse en "oursins" sur un nappage de chlorure de sodium (granite du site n°14')(MEB).

Cette observation est en accord avec de nombreux auteurs, dont Bromblet (1989), pour qui une morphologie aciculaire est caractéristique de cristallisations en milieu sursaturé soumis à une intense évaporation.

#### *d) L'oxydation de sulfures de fer*

L'observation au microscope polarisant du marbre d'un temple de Grèce (n°19) révèle de fines cristallisations de gypse entre les cristaux de calcite (fig.39); des pyrites ont par ailleurs été reconnues à proximité, mais non oxydées.

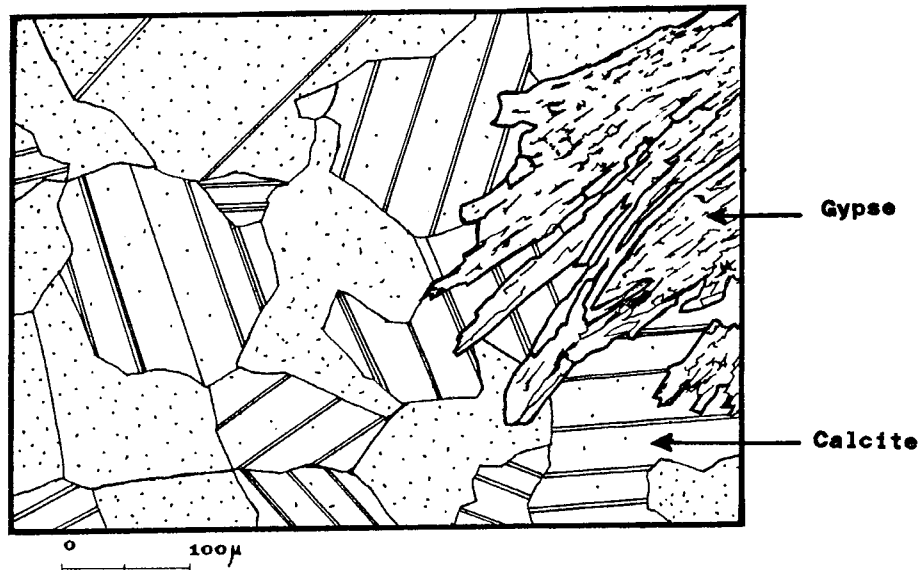


Fig.39.- Cristallisation de gypse à l'intérieur d'un marbre (site n°19).

L'origine de ce gypse peut donc être éventuellement lié à une oxydation de pyrites comme à une origine externe (pollution urbaine notamment).

### 3.3.- La dissolution des marbres et des calcaires

#### 3.3.1.- Les marbres

Il s'agit du site n°19, dans lequel les effets de la dissolution se manifestent par une détérioration de la qualité des contacts entre cristaux de calcite par rapport à un faciès sain (fig.30 et 31). Il s'agit d'une dissolution périphérique des grains à partir de leur surface, plus prononcée dans les angles. La situation de ce site au sein d'une grande métropole polluée conduit à envisager un processus d'altération typiquement urbain, cette dissolution étant liée principalement à des pluies acides (Winkler, 1988), probablement aussi aux sulfates contenus dans ce marbre.

Cet exemple d'altération, qui sort du cadre imposé dans ce travail, n'a donc pas été approfondi puisqu'il est analogue à la plupart des cas de dissolution de carbonates en atmosphère urbaine polluée.

#### 3.3.2.- Les calcaires de la Pyramide de Khéops

Un échantillon (n°2.14) provenant de la base d'une chambre souterraine de la Pyramide de Khéops renferme de multiples plages de cristaux de calcite en mosaïque, bien développés, issus de la recristallisation d'une micrite initiale, qui subsiste encore à l'état de "lambeaux" (fig.20). A l'intérieur de cette micrite, de nombreux pores témoignent de dissolutions passées; leur présence doit être mise en relation avec des phénomènes de dissolution évoqués au chapitre suivant (II.C.3.3.3).

Emery (1960) a décrit la formation de petits talus sableux pluricentimétriques en base des blocs calcaires, correspondant à une érosion par dissolution de leur matrice; selon lui, la responsabilité en incombe à l'humidité développée par les incessantes fréquentations des touristes mais aussi à l'eau de pluie ayant pu pénétrer dans l'édifice depuis le pillage de son revêtement extérieur à la fin du XII<sup>ème</sup> siècle. A titre anecdotique, l'auteur estime, à partir de la vitesse de formation de ces petits talus sableux, que la Grande Pyramide subsistera encore 100 000 ans...

### 3.3.3.- Les néoformations d'aragonite

L'objet de ce paragraphe est la mise en évidence d'une néoformation peu ordinaire de l'aragonite, survenue à l'intérieur de certains calcaires et mortiers. Cet exemple sera plus particulièrement approfondi, en raison de son caractère peu courant mais aussi de ses conséquences sur la pérennité des monuments.

Les échantillons impliqués sont issus des pyramides égyptiennes de Khéops (chambre souterraine n°4) et Meïdoum (base de la descenderie), du temple de Jerash en Jordanie, enfouis plusieurs siècles avant d'être récemment remis à jour et du site n°17.

#### a) *Observations*

Les matériaux concernés sont tous de *nature carbonatée*. Il s'agit soit de granulats calcaires issus de mortiers au plâtre (temple de Jerash (n<sup>os</sup> 1, 3, 4 et 5), Pyramide de Khéops), soit directement de calcaires (Pyramide de Meïdoum, site n°17).

Leur porosité est toujours très importante (entre 20 et 30 %). Le calcaire de la Pyramide de Meïdoum est très micro-fissuré par des fentes souvent courbes, qui séparent les grains de la matrice micritique en induisant ainsi une porosité ouverte (ou communicante). Les mortiers sont de même type que ceux qualifiés de "grossiers" dans la Pyramide de Khéops (chapitre II.C.2.1.2).

#### a1) *Morphologie microscopique*

La figure 40 montre des micro-cristaux aciculaires, d'environ 50  $\mu\text{m}$  de longueur et de 2 à 5  $\mu\text{m}$  de diamètre, formant un feutrage à l'intérieur des vides qu'ils occupent (calcaire de la Pyramide de Meïdoum). Malgré une très forte biréfringence en lumière polarisée, voisine de la calcite, ces cristallisations ont une morphologie aciculaire qui n'est pas celle d'une calcite (rhomboédrique) mais plutôt d'une aragonite, espèce peu courante de carbonate de calcium, dont le système cristallin orthorhombique est favorable à un tel habitus en aiguilles.

La confirmation de la nature aragonitique de ces aiguilles a été apportée par la coloration de Feigl (Feigl, 1958), qui a teinté d'un



noir diffus la masse de l'échantillon analysé (la calcite reste incolore).

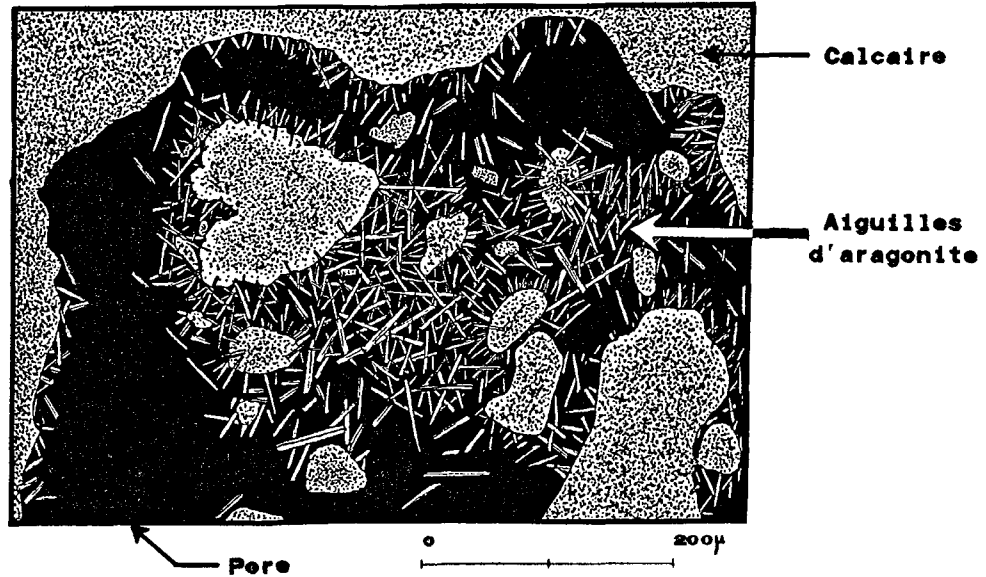


Fig.40.- Feutrage de micro-cristaux aciculaires d'aragonite à l'intérieur d'un pore d'un calcaire de la Pyramide de Meïdoum.

Ces cristallisations paraissent se développer préférentiellement dans les pores des calcaires et des mortiers, tels que d'anciens terriers fossilisés, des fissures, etc.

Le MEB permet d'affiner les observations sur leur morphologie. Il est très riche en enseignements sur la forme et l'habitus de cette aragonite; celle-ci apparaît à nouveau en fines aiguilles, parfois très enchevêtrées (photo 37). La plupart ont un faciès en baguettes, lisse d'aspect.

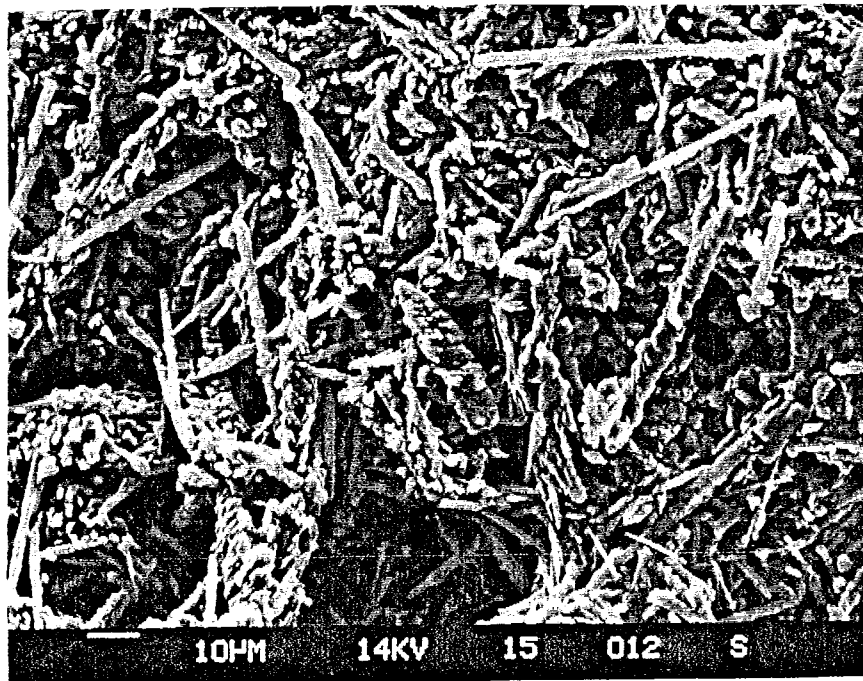


Photo 37.- Micro-cristaux aciculaires d'aragonite (mortier du temple de Jerash)(MEB).

Cependant, dans le détail, certaines ont une surface rugueuse, parfois même fortement dentelée (sur toutes les faces), au point de paraître formées de multiples "motifs" élémentaires pseudo-rhomboédriques (photo 38); leur ressemblance avec des formes de cristallisations de calcite en aiguille, décrites par Billy et Blanc (1973) et Verges et al. (1982), permet d'envisager dans ce cas une recristallisation en calcite.

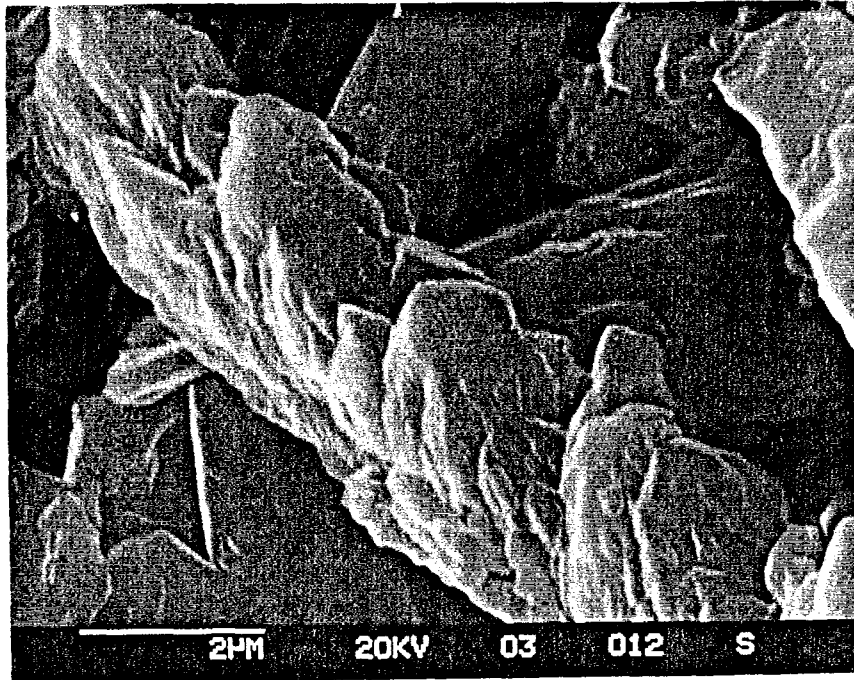


Photo 38.- Aspect de surface de micro-cristaux aciculaires d'aragonite (mortier du temple de Jerash)(MEB).

#### *b1) Chronologie relative*

Les relations spatiales entre les différentes phases constitutives des matériaux (liant et granulats pour les mortiers, micrite matricielle pour le calcaire) et les aiguilles d'aragonite semblent toujours impliquer la postériorité de ces dernières. En effet, comme le montre la figure 40, elles occupent exclusivement des espaces vides ou se superposent à d'autres minéraux qu'elles paraissent remplacer.

Le MEB apporte des éléments sur l'occurrence de ces néoformations. En effet, il permet d'observer que celles-ci sont toujours intimement liées à des cristaux de calcite, qu'elles recouvrent (photo 39). Ceci peut se traduire, en termes de chronologie relative appliquée à l'ordre de cristallisation, par la postériorité de l'aragonite : il s'agit donc de néoformations.

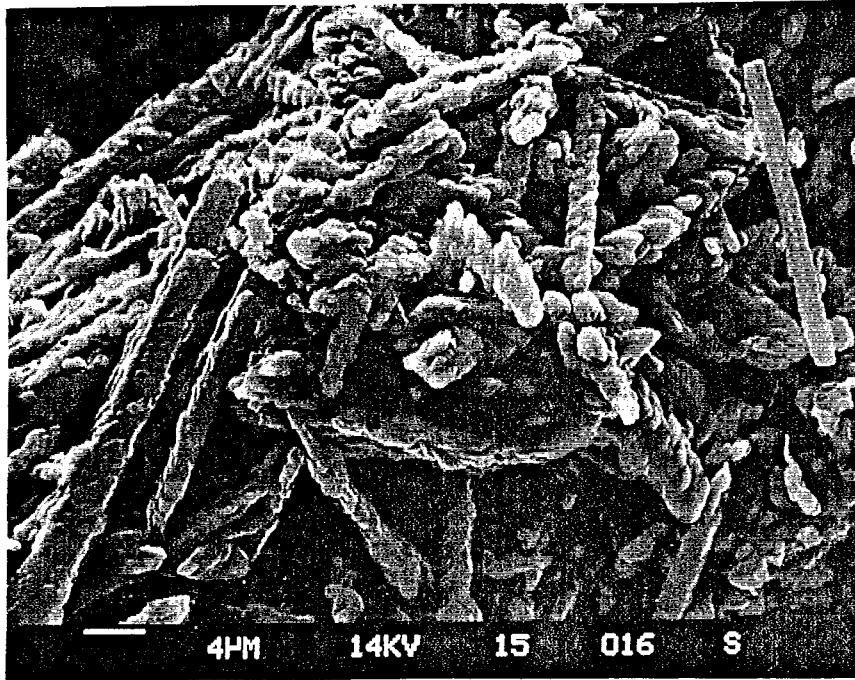


Photo 39.- Recouvrement d'un cristal de calcite par des micro-cristaux aciculaires d'aragonite (mortier du temple de Jerash)(MEB).

Par ailleurs, les photos 40 et 41 (temple de Jerash) apportent une précision génétique de taille : elles figurent un enchevêtrement d'aiguilles, dont l'ensemble mime un volume losangique. De ce fait, la forme de cristallisation en rhomboèdre de la calcite voisine tend à prouver qu'il s'agit ici de "fantômes" de calcite, équivalents à l'empreinte externe de ce carbonate, qui ne subsisterait plus que par cette forme relique : la calcite aurait été épigénisée en aragonite.

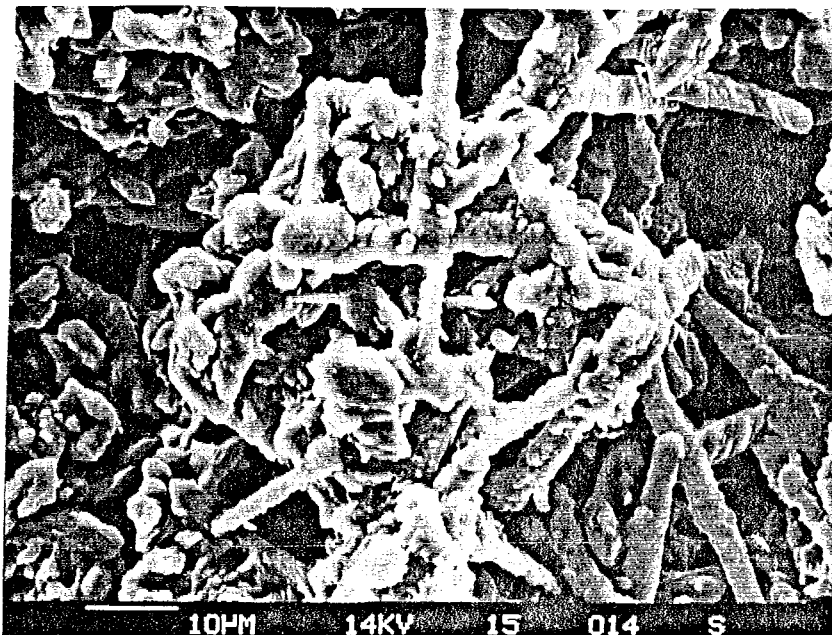


Photo 40.- Epigénie d'un rhomboèdre de calcite par des micro-cristaux aciculaires d'aragonite (mortier du temple de Jerash)(MEB).

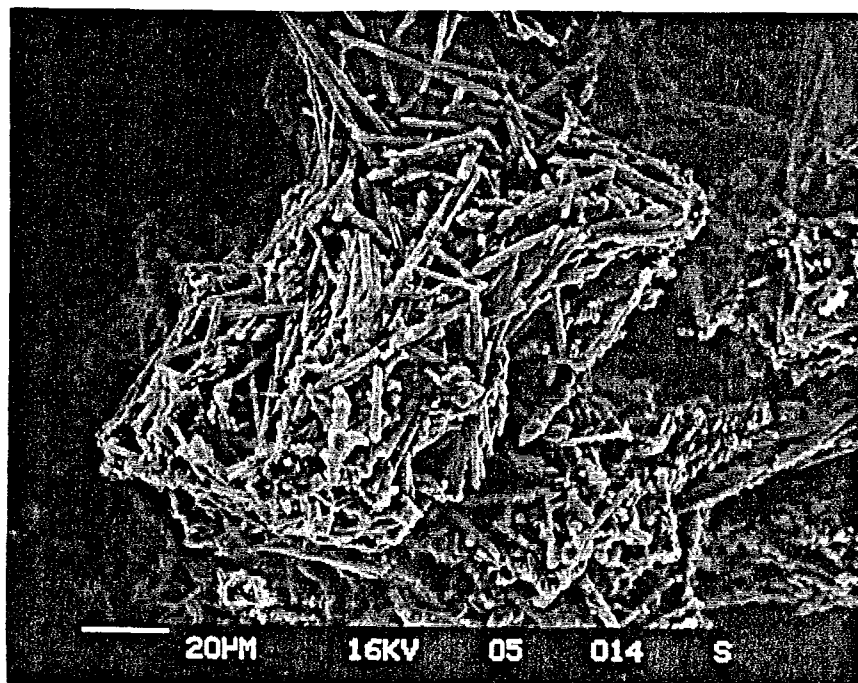


Photo 41.- Epigénie d'un rhomboédre de calcite par des micro-cristaux aciculaires d'aragonite (mortier du temple de Jerash)(MEB).

Le résultat de cette transformation de la calcite en aragonite est le développement d'une importante porosité (près de 50 %), principalement à cause des nombreux vides existant entre les micro-cristaux, peu serrés. La densité de l'aragonite, supérieure à celle de la calcite (2,94-2,95 contre 2,72)(Deer et al., 1962), participe également à l'augmentation de cette porosité car elle représente une baisse de volume (ou "contraction") du carbonate de calcium nouvellement précipité. La différence des volumes molaires de la calcite et de l'aragonite (calculés à partir du rapport de leur masse molaire et de leur densité, voir chapitre II.A.3.1.3.a), respectivement  $36,76 \text{ cm}^3$  et  $34,01 \text{ cm}^3$ , révèle une diminution de volume de 7,48 %.

#### a1) Analyse chimique

Ces cristaux ont été analysés à la microsonde de Castaing, afin de préciser la nature des éventuelles substitutions ioniques à l'intérieur de leur réseau. Les cations détectés, autres que le  $\text{Ca}^{2+}$ , sont principalement le  $\text{Ba}^{2+}$ , le  $\text{Mg}^{2+}$  et le  $\text{Sr}^{2+}$  (tableau 2).

A titre de comparaison, des cristaux de calcite voisins ont également été analysés (tableau 3).

Analyses	Sr %	Ba %	Mg %	Mn %	Fe %
4	0.00	0.00	0.88	0.13	0.02
5	0.00	0.26	1.83	0.02	0.02
6	0.15	0.00	1.04	0.00	0.00
7	0.00	0.00	1.15	0.13	0.04
8	0.00	0.21	1.27	0.00	0.02
9	0.00	0.32	0.30	0.00	0.07
11	0.00	0.00	1.27	0.11	0.00
12	0.00	0.20	1.04	0.13	0.07
17	0.11	0.00	0.67	0.00	0.00

Tableau 2.- Pourcentages des cations autres que le  $\text{Ca}^{2+}$  dans les cristaux d'aragonite (analyses à la microsonde de Castaing)(temps de comptage moyen d'une analyse : 112 secondes).

Analyses	Sr %	Ba %	Mg %	Mn %	Fe %
14	0.06	0.00	1.53	0.59	0.13
16	0.00	0.00	2.06	0.09	0.05
17	0.11	0.00	0.67	0.00	0.00
19	0.00	0.17	0.26	0.00	0.22
20	0.00	0.00	1.11	0.03	2.20
23	0.00	0.00	1.27	0.05	0.02

Tableau 3.- Pourcentages des cations autres que le  $\text{Ca}^{2+}$  dans les cristaux de calcite voisins (analyses à la microsonde de Castaing).

La comparaison des 2 tableaux ne révèle pas de différences majeures, si ce n'est des teneurs en  $\text{Sr}^{2+}$  et  $\text{Ba}^{2+}$  légèrement supérieures dans les aiguilles d'aragonite (quand ces éléments existent) et à l'opposé, des teneurs en  $\text{Mg}^{2+}$  et  $\text{Fe}^{2+}$  plus importantes dans les calcites.

#### *b) Recherche des causes*

##### *b1) Propriétés et occurrences de l'aragonite*

L'aragonite (orthorhombique) est une forme minéralogique naturelle du carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$ , avec la calcite (rhomboédrique) et la vaterite (hexagonale).

Thermodynamiquement, son domaine de stabilité dans un diagramme pression-température se situe dans les hautes pressions, supérieures à 4 Kb à 25°C (d'air ambiant) (Jamieson, 1953 ; MacDonald, 1956)(fig.41).

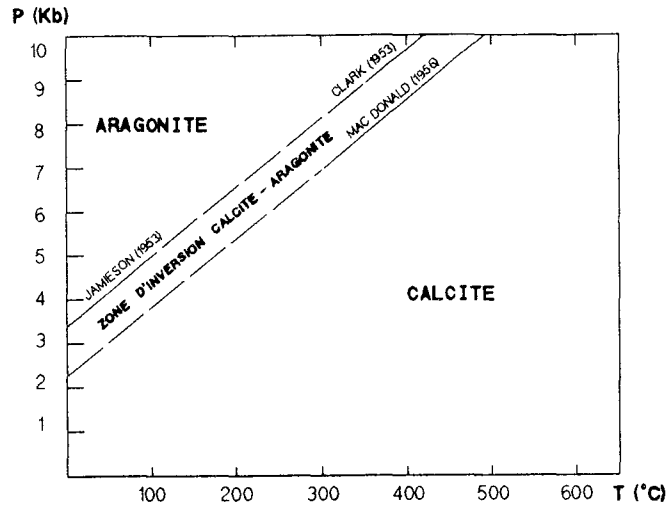


Fig.41.- Diagramme de stabilité de la calcite et de l'aragonite en fonction de la température et la pression.

Elle tend donc à être remplacée dans les conditions ordinaires par la calcite, forme stable du carbonate de calcium aux basses températures et pressions (Bischoff et Fyfe, 1968).

La solubilité de l'aragonite, supérieure à celle de la calcite d'environ 16 % (Browman et Hastings, 1937), augmente avec la pression partielle en  $\text{CO}_2$  (Kern et Weisbrod, 1964) (fig.42).

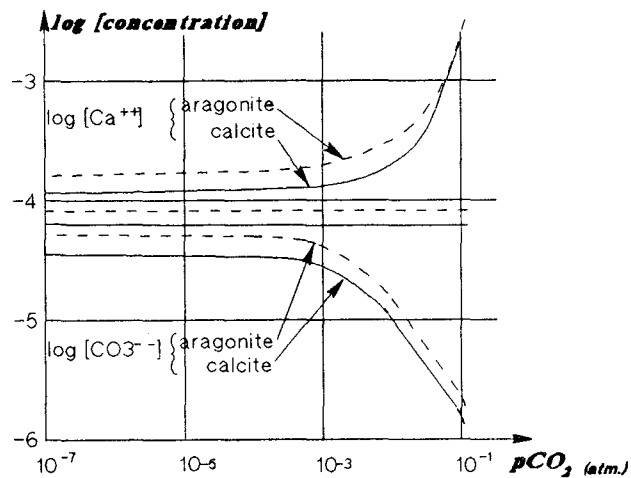


Fig.42.- Diagramme de solubilité de la calcite et de l'aragonite en fonction de la pression partielle en  $\text{CO}_2$  (d'après Kern et Weisbrod, 1964, modifié).

Elle peut cristalliser naturellement, dans des environnements très variés.

En milieu marin, elle est relativement abondante actuellement, pour la simple raison qu'elle est le principal constituant de nombreuses coquilles d'invertébrés (Madréporaires, Gastéropodes, etc.). Par ailleurs, de multiples travaux (Cloud, 1962 ; Matthews, 1968 ; Bathurst, 1971 ; Lippmann, 1973 ; Loreau, 1982 ; Aïssaoui, 1985, etc.) font état de sa précipitation actuelle dans des mers chaudes dites "carbonatées" (Mer Rouge, Golfe Persique, Banc des Bahamas, Baie de Floride), soit en contexte inorganique (oolites, ciments, croûtes), soit organique (algues).

Sa formation est liée au système  $\text{CO}_2 - \text{H}_2\text{O} - \text{CaCO}_3$ , régit par différents facteurs, tels le polymorphisme du  $\text{CaCO}_3$ , les ions en présence, les surfaces chimiques, la température et la pression dans les océans... autant de paramètres qui interfèrent et rendent possible sa précipitation.

En milieu continental, par contre, sa présence actuelle est plus rare. Elle peut être un produit tardif de la diagenèse de sédiments marins, en milieu karstique (Aïssaoui, 1985). Par ailleurs, sa cristallisation à l'intérieur des karsts est connue des spéléologues (Curl, 1964), où elle forme les "excentriques", bouquets de cristaux fibreux et flexueux (Murray, 1954). De même, Nahon et al. (1980) décrivent sa néoformation à l'intérieur de croûtes carbonatées (calcrètes), en climat sub-aride.

Elle apparaît également comme produit d'altération de roches volcaniques et dans les zones oxydées de dépôts de minerais (Deer et al., 1962). Enfin, Coleman et Lee (1962) l'ont observée à l'intérieur de séries métamorphiques (schistes à glaucophane), où les très fortes contraintes tectoniques - pressions supérieures à 400 MPa - ont rendu possible sa formation.

## *b2) Recherche des facteurs responsables*

Les observations précédentes montrent que ces néoformations peuvent revêtir 2 aspects : il s'agit soit de cristallisations directes à l'intérieur de pores de la roche ou du matériau, à partir de la précipitation d'une solution en transit (fig.40), soit de transformations par recristallisation de cristaux de calcite préexistants (photos 40 et 41).

Néanmoins, le fait que ces néoformations d'aragonite soient apparues dans les mortiers, contemporains de la construction des édifices, traduit bien une cristallisation postérieure à la mise en oeuvre. Ainsi, il existe un certain nombre d'éléments (ou facteurs) présents dans l'environnement de tous ces matériaux, responsables de cette transformation minéralogique.

Ces facteurs peuvent être d'origine naturelle comme imposés par l'homme (origine anthropique); il convient donc de bien dégager leurs effets :

### **\* les facteurs naturels**

- la nature minéralogique carbonatée est constante (et nécessaire) : en effet, l'aragonite provient de la transformation de la calcite, qui génère un "environnement" carbonaté, que ce soit par sa présence immédiate comme par les solutions résultant de sa dissolution;

- tous ces matériaux sont à proximité de sulfates de calcium (gypse), provenant soit du liant (matrice ou granulats), soit de croûtes secondairement déposées à la surface de ces matériaux;

- la structure : elle intervient par le biais de la porosité élevée et plus particulièrement de la perméabilité associée, qui a pour effet de favoriser la circulation de fluides à l'intérieur du matériau,

qu'ils soient liquides (solutions riches en ions calcium) ou gazeux (atmosphère piégée);

- la température : le climat sub-aride, chaud et sec, a pour conséquence d'accélérer la cinétique des réactions en cours, simplement par la température élevée qu'il génère. Par ailleurs, selon Bromblet (1989), une évaporation intense, sous climat aride, de solutions sursaturées serait à l'origine de la morphologie aciculaire de l'aragonite.

#### **\* les facteurs anthropiques**

- la mise en oeuvre : un certain nombre de ces édifices archéologiques ont, à un moment donné de leur histoire, été recouverts voire même enfouis avant d'être récemment déterrés (en particulier le temple de Jerash); les autres sont restés dans des atmosphères confinées et humides, typiques de cavités souterraines (pyramides, échantillon n°17.7);

- une fréquentation humaine élevée pour la Pyramide de Khéops, qui confine l'air en le saturant en vapeur d'eau et en gaz carbonique.

#### *c) Analyse de cette transformation*

Les facteurs influençant la cristallisation de l'aragonite sont multiples et dépendants les uns des autres, les travaux sur ce sujet étant fort nombreux... La diversité de ces facteurs est telle que seuls les plus significatifs seront évoqués ici.

#### *c1) Rôle de la pression partielle en CO<sub>2</sub>*

Il ressort de cette énumération de facteurs potentiellement impliqués, que chacun d'entre eux, pris isolément, joue un rôle important dans cette néoformation, indispensable mais non suffisant. En effet, de telles combinaisons pétrographiques, structurales et climatiques existent sans engendrer pour autant une transformation systématique de la calcite en aragonite (pour preuve les autres matériaux calcaires étudiés dans ce chapitre, stables). Il semble donc que ce sont les facteurs anthropiques qui induisent de nouveaux paramètres, suffisants pour créer une différence par rapport aux autres matériaux.

Or, comme le montre la figure 42, la solubilité des carbonates (calcite, aragonite) augmente avec la pression partielle en CO<sub>2</sub>. Ainsi, sous l'effet de CO<sub>2</sub> dissous dans l'eau d'infiltration ou de l'humidité imprégnant ces matériaux, la dissolution des carbonates est facilitée : si par la suite l'atmosphère au contact d'une solution chargée en carbonates varie, en raison d'une "aération" qui provoquerait une diminution de la pression partielle de CO<sub>2</sub> (plus basse d'au moins 60 %), la synthèse d'aragonite métastable est possible (Murray, 1954 ; Curl, 1964 ; Kern et Weisbrod, 1964).

Deux conditions distinctes doivent donc exister pour appliquer ce schéma :



- une pression partielle en CO<sub>2</sub> élevée pour provoquer la dissolution des carbonates (calcite);
- une baisse de la pression partielle en CO<sub>2</sub> pour favoriser la cristallisation d'aragonite.

La première condition existe dans un sol, caractérisé souvent par une forte pression partielle en CO<sub>2</sub> (en raison de l'activité de micro-organismes, de fermentations, etc.) et une hygrométrie élevée; une cavité souterraine, non aérée, présente également les mêmes particularités.

La deuxième condition peut avoir différentes origines : la dissolution de la calcite engendre une importante consommation de CO<sub>2</sub> (Al-Droubi et al., 1978a), tandis qu'une macro-porosité importante peut jouer à partir d'une certaine distance le rôle d'un "réservoir" d'air; enfin, un changement "brutal" de milieu, provoqué par une remise à l'air libre de matériaux enfouis, est apte à provoquer une baisse de la pression partielle en CO<sub>2</sub>.

Ainsi, les cristallisations d'aragonite des différents édifices peuvent s'expliquer de la façon suivante :

- pour les pyramides et le site n°17 : l'atmosphère interne, confinée, est saturée en humidité et riche en CO<sub>2</sub>, en particulier dans la Pyramide de Khéops, suite aux incessantes visites dont elle fait l'objet (Emery, 1960 ; Kérisel, 1988). Les variations de température diurnes/nocturnes vont entraîner l'apparition d'une condensation, qui va imprégner les matériaux et circuler à l'intérieur par le biais de la perméabilité élevée : ces solutions, chargées en CO<sub>2</sub>, vont être particulièrement agressives vis-à-vis des carbonates. Leur débouché à l'intérieur de pores du mortier ou du calcaire, à distance suffisante pour être isolés de cette atmosphère et provoquer une baisse de la pression partielle en CO<sub>2</sub>, sera suffisante pour favoriser la précipitation de l'aragonite; ceci imposerait de vérifier (par carottage ?) l'existence de cette distance limite à partir de laquelle l'aragonite serait le carbonate de calcium précipité à l'intérieur des matériaux;

- pour les mortiers de Jerash, enfouis plusieurs siècles, la récente remise à l'air libre des édifices a pu être suffisante, par l'aération et l'assèchement résultants, pour provoquer une baisse de la pression partielle en CO<sub>2</sub> et ainsi favoriser la précipitation d'aragonite. En effet, les observations au MEB montrent dans tous les cas des micro-cristaux aciculaires d'aragonite, qui tendent à remplacer par épigénie la calcite au sein des granulats micritiques pour les mortiers, ou à la périphérie des grains pour les calcaires (photos 39, 40 et 41).

Ces hypothèses tendraient donc à prouver que ces néoformations d'aragonite sont très récentes : une mesure au carbone 14 sur des aiguilles d'aragonite permettrait de les dater; la difficulté réside dans la très petite taille de ces aiguilles (environ 50 μm) pour les isoler.

Quelques auteurs (Peruzzi et al., 1978 ; Caner et Seeley, 1978) ont mentionné la croissance d'aragonite à l'intérieur de calcaires dolomitiques de monuments antiques et mettent en cause la concentration élevée du CO<sub>2</sub> d'origine urbaine, qui provoque la dissolution des carbonates par l'eau d'infiltration. Le magnésium de ces dolomies joue également un rôle dans cette transformation (voir paragraphe suivant).

Il apparaît ainsi que les facteurs anthropiques introduisent en fait un facteur physique supplémentaire qui est la pression partielle en CO<sub>2</sub>.

#### *c2) Influence des ions en présence*

Selon Zeller et Wray (1956), les impuretés à l'intérieur des cristaux d'aragonite ont favorisé leur formation. De nombreux auteurs (Murray, 1954 ; Cloud, 1962 ; Curl, 1964 ; Fyfe et Bischoff, 1965 ; Wollast et al., 1967, Bischoff et Fyfe, 1968 ; Bathurst, 1971 ; Lippmann, 1973, etc.) ont montré que certains ions en solution influent sur l'énergie libre de formation (dissolution et précipitation) du carbonate et par conséquent sur sa nature (calcite, aragonite, dolomite...).

La structure cristalline de l'aragonite est différente de la calcite, en raison d'une rotation de 30° des atomes de Ca<sup>2+</sup> autour du groupe CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, ménageant ainsi des sites plus vastes pour d'éventuelles substitutions (Goto, 1961 ; Deer et al., 1962 ; Lippmann, 1973), malgré une densité plus élevée.

Ainsi, les cations plus larges que le Ca<sup>2+</sup> (Ba<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup> et surtout Sr<sup>2+</sup>) tendraient à se fixer dans la structure de l'aragonite et par conséquent à favoriser sa cristallisation tout en stabilisant son réseau (par un phénomène de blocage de sites à la surface des cristaux), tandis que les plus petits influeraient pour une croissance de calcite. Une exception provient de Mg<sup>2+</sup>, qui malgré sa taille, à un effet inhibiteur sur la précipitation de la calcite et favoriserait ainsi l'apparition de l'aragonite (Cloud, 1962 ; Bischoff et Fyfe, 1968 ; Bathurst, 1971 ; Nahon et al., 1980, etc.). Les ions sulfates joueraient également le même rôle, ainsi que certaines molécules de matière organique (Curl, 1964 ; Nahon et al., 1980).

En conclusion, Mg<sup>2+</sup> et SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, évoqués comme favorisant la cristallisation d'aragonite, sont particulièrement abondants dans le milieu environnant les matériaux impliqués par cette néoformation (voir chapitre II.C.3.2.2).

#### *c3) Rôle des micro-organismes*

La présence de micro-organismes (algues unicellulaires, champignons, bactéries), abondants dans les milieux confinés et dans les sols, est un facteur supplémentaire à même de favoriser la néoformation d'aragonite au même titre que la matière organique (Billy et Blanc, 1978 ; Nahon et al., 1980).

#### *c4) Rôle de l'eau*

L'eau est responsable de la dissolution des carbonates et de leur transport en solution, donc de la cristallisation de l'aragonite mais aussi de son éventuelle transformation en calcite : elle est l'agent indispensable qui assure la liaison entre les facteurs énumérés précédemment et permet leur combinaison, de la même façon que dans une réaction chimique ordinaire :

- la nature carbonatée des minéraux (= réactif);
- la perméabilité (= système);
- la température et la pression partielle en CO<sub>2</sub> (=conditions expérimentales).

Sa présence est cependant rare en raison du climat sub-aride et du confinement des matériaux (cas des pyramides) et provient de la saturation en humidité de l'air des cavités ou du sol.

#### d) *Implications sur la pérennité de ces matériaux*

Il est légitime de s'interroger sur la pérennité de ces matériaux dans lesquels de l'aragonite est apparue, en raison de l'importante porosité créée (environ 50 % de vides entre les cristaux, comme le montrent les photos 37, 39, 40 et 41) et de la transformation d'un ensemble compact et cohérent (cristal de calcite) en un assemblage d'aiguilles, vraisemblablement moins résistant.

Les conséquences d'un accroissement de la porosité rendent les matériaux plus vulnérables vis-à-vis des dissolutions, des cristallisations salines, etc. (voir chapitre III.B.1.2.1) tandis que le remplacement de cristaux massifs par des aiguilles implique une perte de cohésion des matériaux et une diminution de leurs propriétés mécaniques, avec d'éventuels risques de fragilisation voire de dégradation des ouvrages.

La nature métastable de l'aragonite est également à prendre en compte : sa transformation en calcite, sous la pression ambiante, est très lente en milieu totalement sec : Brown et al. (1962), Davis et Adams (1965) ont calculé que le temps nécessaire à cette transformation serait de l'ordre d'une dizaine de millions d'années à une température inférieure à 100°C. Par contre, dans de l'eau pure, la cinétique de la réaction est considérablement plus rapide : Taft (1967) l'a observée à 25°C en quelques mois seulement.

Ainsi, une transformation en calcite, inévitable à moyen terme pour le temple de Jerash, pourrait impliquer une déstabilisation du feutrage de cristaux d'aragonite qui participent à la cimentation des grains.

#### e) *Conclusion*

Les néoformations d'aragonite à l'intérieur de calcaires et mortiers témoignent d'une importante mutation "en profondeur" de ces matériaux, qui sous l'influence de conditions nouvelles, se modifient à la recherche de nouveaux équilibres.

Le point commun à tous ces matériaux présentant des néoformations d'aragonite est l'existence actuelle ou passée d'une pression partielle en CO<sub>2</sub> élevée (actuelle pour les pyramides et le site n°17, passée pour le temple de Jerash); ses effets sont de favoriser la dissolution des carbonates, ce qui est le cas à l'intérieur des pyramides (sursaturées en humidité et en CO<sub>2</sub>) ou du temple de Jerash (lorsqu'il était enfoui) tandis que sa baisse brutale provoque une précipitation d'aragonite (à l'occasion de la circulation dans les pores des solutions chargées en carbonates dissous ou, pour le temple de Jerash, lors de sa remise à l'air libre).

L'intervention humaine, par le biais des conditions d'ambiance gazeuse qu'elle impose aux matériaux ("aération" pour le temple de Jerash et saturation en CO<sub>2</sub> et en humidité pour les pyramides et le site n°17), serait donc responsable de la dissolution des carbonates et de leur précipitation sous la forme d'aragonite. L'enfouissement prédispose les matériaux rocheux à s'altérer une fois déterrés : ils acquièrent lorsqu'ils sont enfouis un état d'altération "potentiel", qui ne s'exprimera que s'il y a changement de milieu. La notion d'un couple indissociable entre les minéraux et leur environnement apparaît ainsi clairement.

D'autres facteurs, secondaires, ont vraisemblablement facilité cette réaction, comme la température élevée, certains ions en présence (magnésium et sulfates de calcium), les micro-organismes et la matière organique.

Ces cristallisations peuvent aussi être rapprochées des néoformations d'aragonite décrites par Nahon et al. (1980) à l'intérieur d'encroûtements calcaires; elles représentent selon ces auteurs "la première étape d'une suite minéralogique évolutive", avant de recristalliser en calcite et de participer au phénomène des encroûtements calcaires. D'autres auteurs (Verges et al., 1982) ont quant à eux caractérisé de la calcite en micro-cristaux aciculaires du même type, à l'intérieur d'horizons humiques très diversifiés; il s'agit d'après eux de précipitations qui "se font par sursaturation rapide en CaCO<sub>3</sub> des solutions", dans des environnements "supergènes contrastés".

La liaison entre ces 2 observations est donc représentée par la nature carbonatée des néoformations et par le milieu pédologique; la différence de nature cristalline peut être due à des stades d'évolution distincts comme à des conditions d'environnement particulières (climats, ions en présence, bactéries, etc.).

En ce qui concerne la Pyramide de Khéops, ces néoformations d'aragonite confirment l'hypothèse avancée par Regourd et al. (1988), selon laquelle l'ensemble de l'édifice évolue à la recherche d'un équilibre chimique, en regard de l'hydratation de l'anhydrite des mortiers et des exsudations de halite observées.

A terme, la pérennité de ces édifices archéologiques est menacée car la transformation de la calcite en aragonite s'accompagne d'une augmentation importante de la porosité tandis que la cohésion des matériaux diminue en raison de la nature aciculaire des néoformations, moins solides que les cristaux de calcite.

Le remède, s'il en existe encore un, est de laisser dans les mêmes conditions de milieu ces monuments, à savoir, pour ceux qui ont été enfouis (temple de Jerash), ne pas les déterrer et, en ce qui concerne les pyramides égyptiennes (Khéops en particulier), limiter le nombre et la fréquence des visites afin d'abaisser la teneur en CO<sub>2</sub> et en humidité.

#### 3.3.4.- Le site n°12

Les blocs calcaires de ce site présentent des phénomènes d'érosion spectaculaires. Ils constituent en surface l'appareillage d'une antique margelle de puits, passablement détériorée. Certains de ces blocs, sans raison apparente, ont fondu "comme des sucres", au point de

ne représenter que des reliquats arrondis du calcaire originel. La faible cohésion de leur matrice occasionne une friabilité très importante.

a) *Observations*

\* *Les marques de dissolution*

L'observation au microscope polarisant de ces calcaires révèle un faciès micritique, pratiquement azoïque, recristallisé par endroits; des pores occupent fréquemment le centre de ces zones recristallisées.

Au MEB, les grains de calcite apparaissent arrondis, ménageant une importante porosité entre eux; des "ménisques" de calcite unissant les grains attestent l'existence de phénomènes de dissolution-reprécipitation (photos 42 et 43).

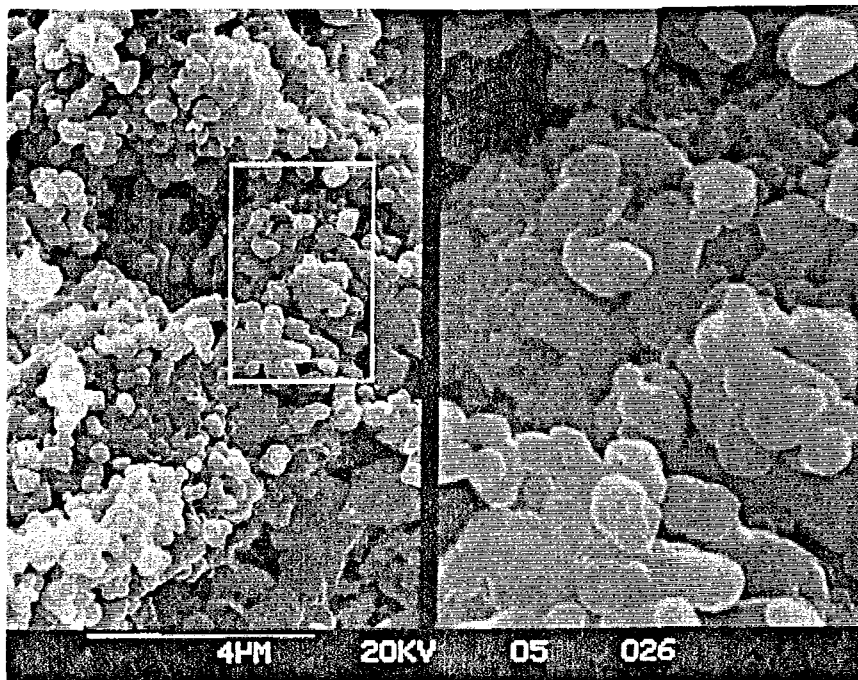


Photo 42.- Grains de calcite arrondis parfois réunis par des ménisques de calcite, illustrant des phénomènes de dissolution - précipitation (site n°12)(MEB).

La photo 43 illustre une recristallisation de micrite en calcite spathique. Plusieurs de ces cristaux présentent des marques de dissolution sur leur surface.

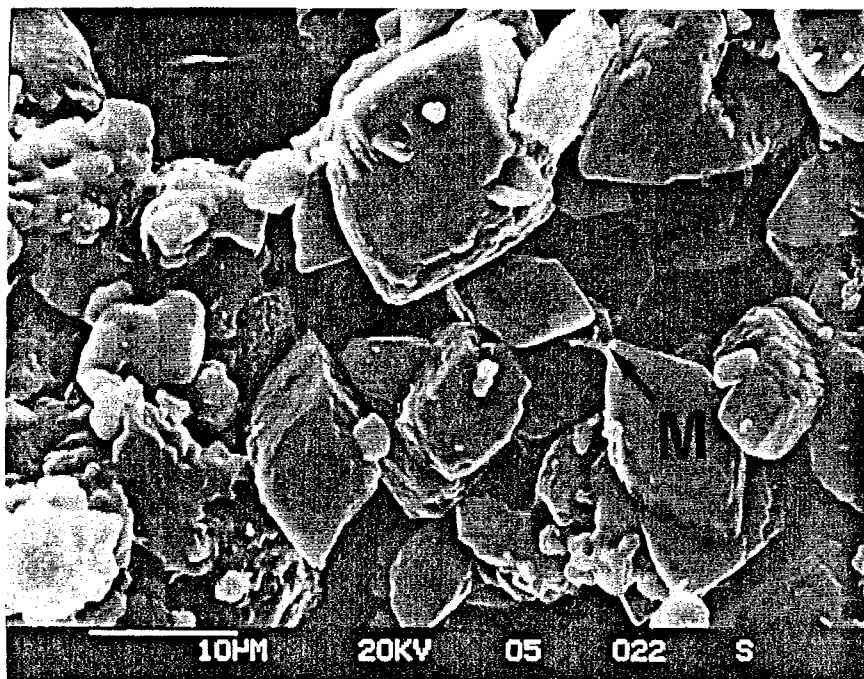


Photo 43.- Recrystallisation de micrite en rhomboédres de calcite spathique, présentant de nombreuses marques de dissolution, illustrant des phénomènes de dissolution - précipitation (M = ménisque)(site n°12)(MEB).

Il est à signaler enfin qu'un "nappage" des grains de calcite par du chlorure de sodium a été observé (photo 44); une image X sélectionnant le chlore indique par ailleurs un taux élevé dans tout l'échantillon, preuve d'une forte présence de chlorures (vraisemblablement de sodium).

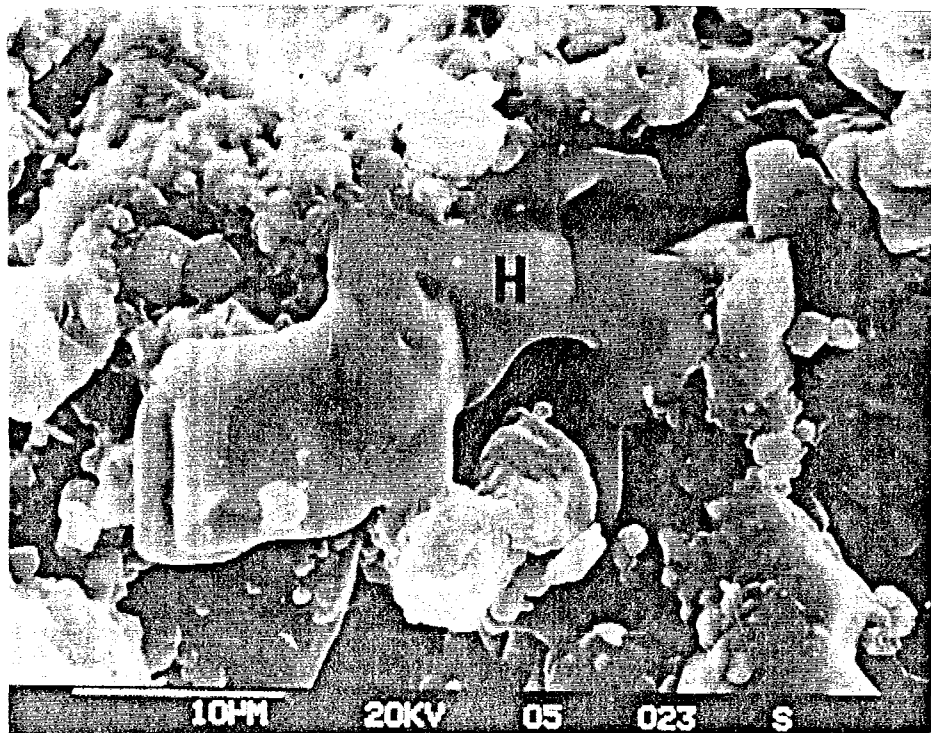


Photo 44.- Chlorure de sodium à l'intérieur du calcaire du site n°12 (MEB).

*\* Les sphéroïdes*

Le fait le plus "troublant" réside dans l'observation de sphéroïdes d'environ 5  $\mu\text{m}$  de diamètre, toujours situés à proximité immédiate de rhomboèdres de calcite (photo 45).

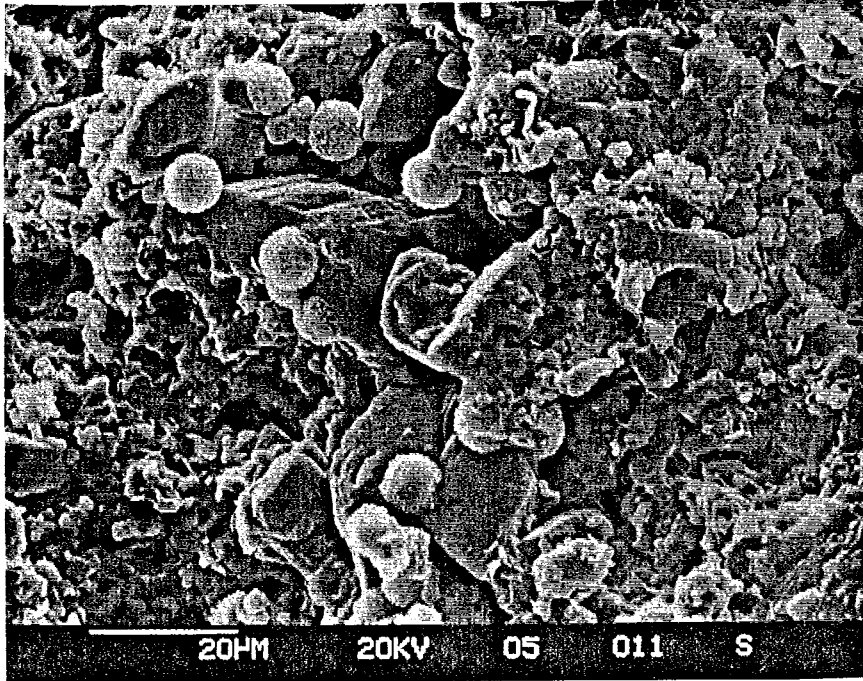


Photo 45.- Calcaire du site n°12 : "sphéroïdes" accolés à des rhomboèdres de calcite (MEB).

Certains de ces corps sphériques, accolés à ces rhomboèdres, paraissent provenir d'un processus de germination (photo 46).

Une observation détaillée révèle une organisation complexe, faite de pseudo-bâtonnets micrométriques, parfois fourchus, irrégulièrement enchevêtrés et partiellement soudés les uns aux autres. La proximité immédiate de marques en creux sur la surface des rhomboèdres de calcite pourrait être attribuée à la formation de ces corps "globuleux" (photo 46).

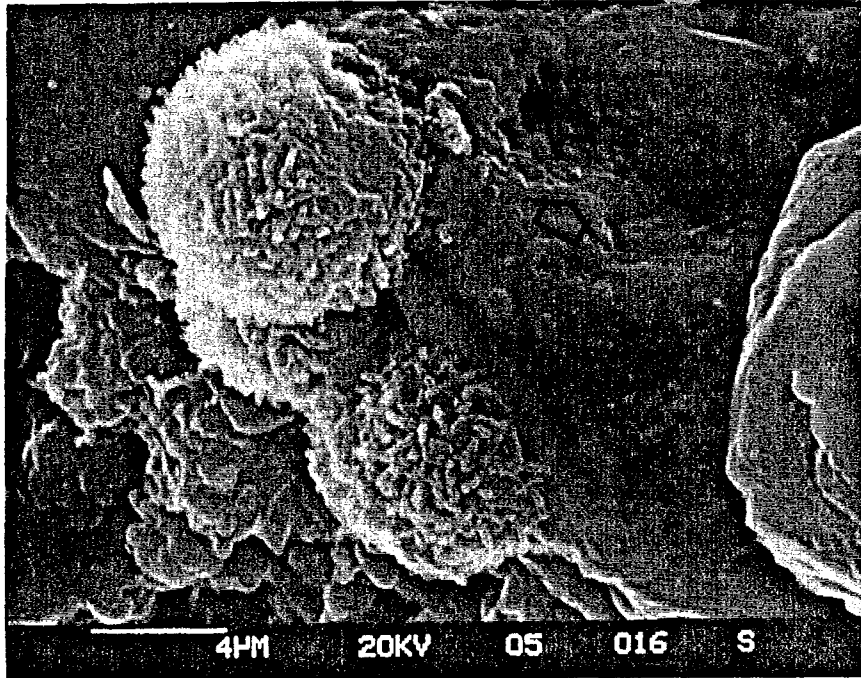


Photo 46.- Calcaire du site n°12 : détail des "sphéroïdes" accolés à des rhomboédres de calcite; observer la marque en creux (flèche), probablement en liaison avec la formation de ces corps (MEB).

Ces sphéroïdes ne ressemblent donc à aucun corps minéral cristallisé connu, la seule autre forme ressemblante pouvant être les globules blancs du sang... Leur taille est trop faible pour leur attribuer une origine végétale (pollens) ou animale (bactéries). Par ailleurs, l'analyse à la microsonde associée au MEB indique la présence de silicium, calcium et en plus faibles proportions, de chlore; ce dernier élément est probablement lié au chlorure de sodium précédemment observé (photo 44) qui tend à envahir tout le faciès.

La photo 47 montre un de ces sphéroïdes accolé à un cristal de calcite (identifiée à la microsonde); la liaison entre les 2 individus est continue. De même, une simplification des formes existe, du sphéroïde (à droite) vers la calcite (à gauche), comme si l'une des 2 formes tendait à engendrer l'autre. Il n'en demeure pas moins que le sens de cette transformation est impossible à déterminer.



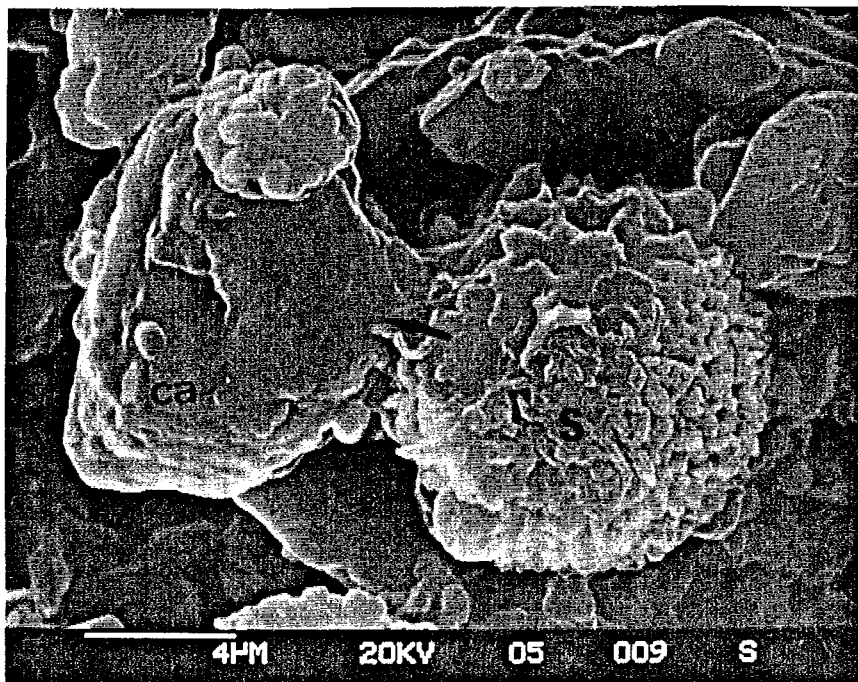
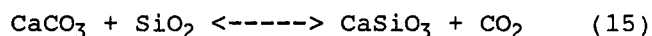


Photo 47.- Calcaire du site n°12 : accolement d'un "sphéroïde" (=S) à un cristal de calcite (=Ca), tandis qu'une simplification des formes existe de la droite vers la gauche, comme si l'une des 2 formes tendait à engendrer l'autre. Il n'en demeure pas moins que le sens de cette transformation est impossible à déterminer (MEB).

#### b) Relations entre ces observations

Une hypothèse très personnelle est que ces blocs de calcaire aient été artificiellement chauffés à de fortes températures (600°C au moins) en présence de silice (sable quartzeux), dans un four ou autour d'un feu par exemple, pour se transformer localement en wollastonite  $\text{CaSiO}_3$  selon la réaction suivante (15) (Deer et al., 1962) :



Cette hypothèse permet de prendre en compte la composition chimique relevée à la microsonde de ces "globules"; ceux-ci seraient des germes de cette transformation, incomplète. Par ailleurs, si une telle cuisson avait été réalisée, la conséquence aurait été une décarbonatation de la calcite avec la production simultanée de chaux  $\text{CaO}$  (12), peu soluble cependant, ainsi qu'un dégagement important de  $\text{CO}_2$ , favorable à une dissolution de la calcite (Kern et Weisbrod, 1964). Ces calcaires étant placés actuellement dans un environnement "neutre", les éventuelles espèces formées à haute température tendraient à se transformer en calcite et en quartz, stables dans les conditions ambiantes (photo 47). Pour information, l'âge de mise en oeuvre estimé de ces calcaires (site n°12) est d'environ 3500 ans.

Il est permis d'envisager également une autre origine, liée à un enfouissement passé de la margelle qui se serait ainsi retrouvée dans les conditions particulières d'un sol.

Il est à signaler enfin que le chlorure de sodium, omniprésent, joue également un rôle dans la dissolution de la calcite, dont la

solubilité double dans une solution à 2 % de NaCl (Iniguez Herrero, 1967).

### 3.4.- Les micro-fissurations de minéraux

Des observations concernant des fissurations à l'intérieur de grès et granites très altérés ont été réalisées sur des échantillons des sites n°9 et 14' (très voisins).

Ces fissurations sont originales dans la mesure où elles affectent non pas ces roches dans leur masse mais directement les minéraux qui les constituent.

#### 3.4.1.- Les matériaux

##### a) *Les grès*

Ces grès (14'.1, 14'.2 et 16.1) sont très friables et les grains de quartz se séparent très facilement. Ainsi, au microscope polarisant, ils apparaissent divisés par de multiples réseaux de micro-fissures, de différentes générations (ou ordres), de la même façon que les fissures de retrait thermiques à la surface de certaines faïences; il existe ainsi une véritable hiérarchie parmi ces micro-fissures (fig.43).

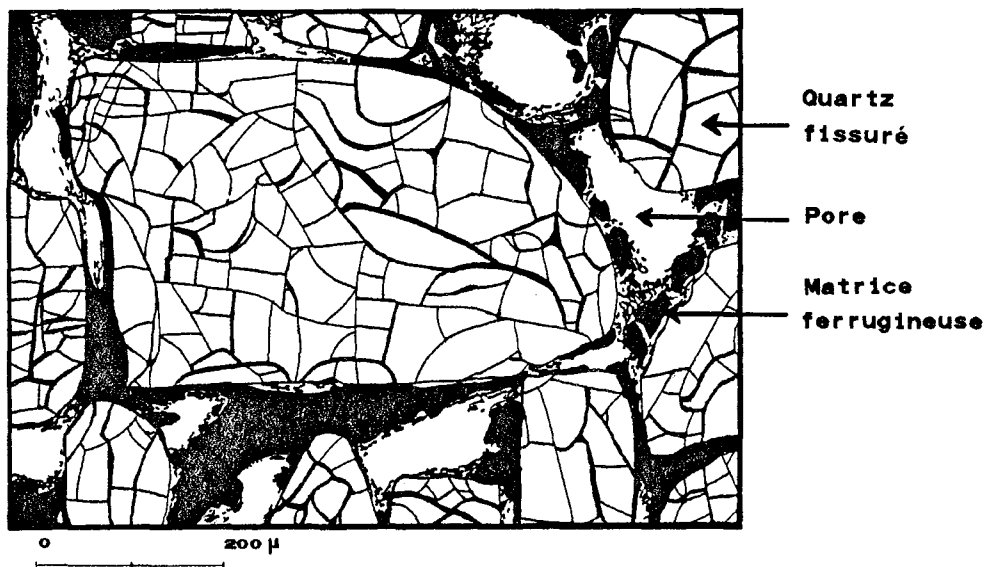


Fig.43.- Quartz micro-fissurés à l'intérieur d'un grès du site n°14'.

Au MEB, la surface des grains apparaît totalement découpée, "hachée" (photo 48), comme constituée de multiples "pseudo-rhombôdres" (photo 49); cette fissuration semble être induite par des plans de clivage du minéral, bien que ce ne soit pas une caractéristique du quartz. Cependant, les arêtes de ces fissures sont arrondies et de fins dépôts de silice néoformée sont visibles sur la surface des grains (photo 49).

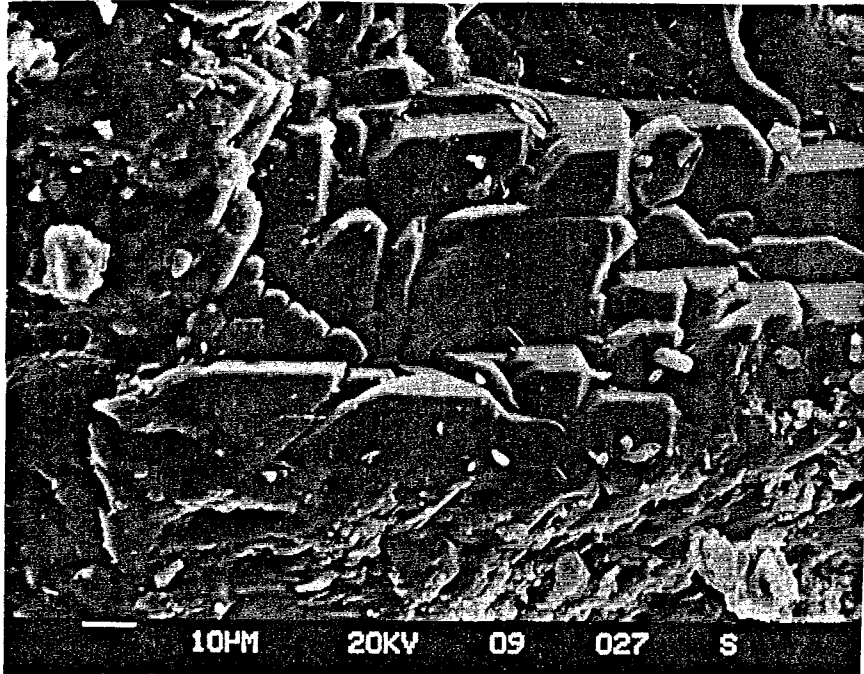


Photo 48.- Surface d'un grain de quartz micro-fissuré, découpée en "pseudo-rhomboides" (site n°14')(MEB).

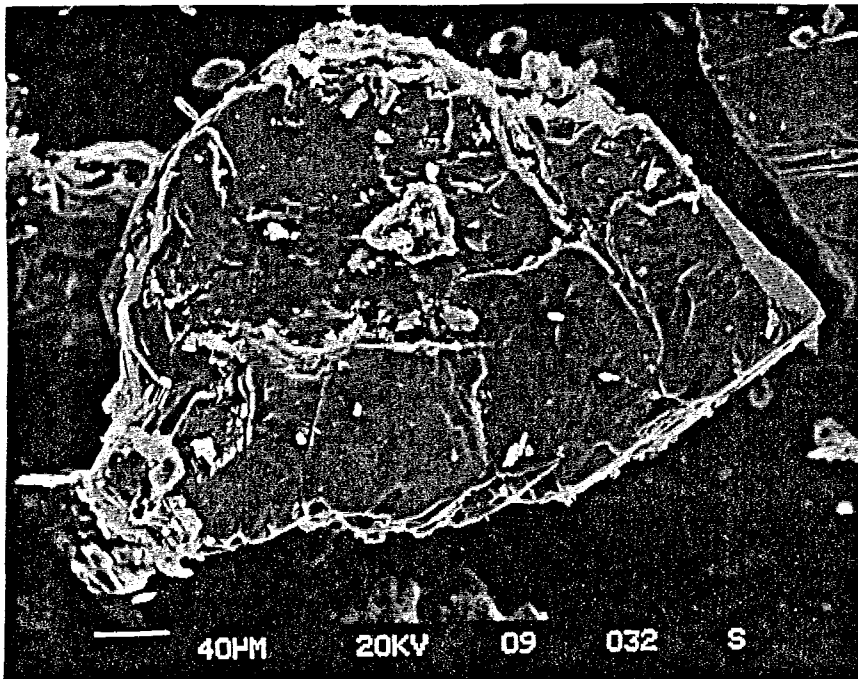


Photo 49.- Surface d'un grain de quartz micro-fissuré, dont les arêtes de fissures sont arrondies, tandis que de fins dépôts de silice néoformée sont visibles (flèche)(site n°14')(MEB).

Ces grès, très poreux, contiennent de nombreuses inclusions de chlorure de sodium, parfois cristallisé en trémies.

#### *b) Les granites*

Certains granites (9.2 et 9.3), de type porphyroïdes, sont dans un état d'altération très avancé (voir chapitre II.C.2.2.4) et ont perdu toute cohésion. L'observation microscopique de leurs minéraux (qui se

déchaussent à la main) montre qu'ils sont tous, sans exception, fissurés (quartz, feldspaths, biotites, amphiboles), de la même façon que dans les grès (fig.44).



Fig.44.- Granite très dégradé du site n°14 dans lequel tous les minéraux sont micro-fissurés (quartz, feldspaths, micas).

La porosité est très importante (environ 30 %) et de nombreuses cristallisations salines (halite) remplissent les espaces, comme dans les grès.

#### 3.4.2.- Analyse de cette fissuration

Des observations similaires de minéraux fissurés - en particulier de quartz - ont également été réalisées à l'intérieur de nombreux mortiers.

Cette forme d'altération concerne donc différents matériaux, le point commun restant la nature silicatée, voire quartzreuse, des minéraux fissurés et l'environnement aride associé. Un autre point commun à ces roches est la présence quasi-constante de cristallisations salines à l'intérieur de leurs pores.

Une fissuration d'origine géomécanique est exclue, certains matériaux n'ayant été soumis qu'à une charge très faible, voire nulle.

La thermoclastie, ou éclatement des roches par les variations de températures diurnes et nocturnes, était jadis évoquée dans les manuels pour expliquer l'éclatement des roches en milieu désertique (régolites notamment). Cependant, malgré de nombreuses tentatives expérimentales, ce phénomène n'a jamais pu être reproduit en laboratoire (Blackwelder, 1925, 1933 ; Griggs, 1936 ; Pye et Sperling, 1983). Aires-Barros et al. (1975) ont malgré tout observé l'apparition de fissures microscopiques dans des échantillons de granites exposés à des cycles de chauffage et refroidissement, sans obtenir pour autant d'éclatements francs.

La combinaison de variations de température et d'humidité ont constitué une première approche dans l'explication de ces phénomènes

érosifs (Roth, 1965), bien que le rôle de cette dernière avait déjà été évoqué par Blackwelder (1925).

Enfin, l'introduction de solutions salines dans ces expérimentations a mis en évidence le rôle des pressions d'hydratation et de croissance de certains sels dans ce mécanisme de désintégration des roches en milieu désertique (Pye et Sperling, 1983 ; Sperling et Cooke, 1985).

Il apparaît donc que l'insolation seule ne peut provoquer d'éclatement de roche, surtout de petites dimensions (Rice, 1976); mais l'existence de gradients thermiques au sein de roches soumises à l'insolation (Keer et al., 1984) est favorable à la création de contractions et dilatations, responsables de fissurations sub-superficielles (Bromblet, 1989).

Dans le cas de roches à texture hétérogène comme les granites, une augmentation de température produit une dilatation différentielle des différents cristaux; ceci se traduit par la formation de microfissures, qui s'ouvriront lors du refroidissement (Houpert et Homand-Etienne, 1984). De même, Hamès et al. (1987) ont montré que la plupart des roches soumises à des cycles d'humidification-séchage se dilataient de façon irréversible, parfois jusqu'à la rupture; ils considèrent que l'eau absorbée est responsable de ces variations dilatométriques, d'autant plus franches que le climat est contrasté, de type chaud et sec afin d'assécher suffisamment la roche entre 2 cycles... et qu'une augmentation de l'humidité relative de l'air est suffisante pour réhydrater la roche.

Les micro-fissures ainsi créées par les différents mécanismes évoqués sont une voie d'accès supplémentaire par capillarité à l'intérieur de la roche pour des solutions, salines en particulier, qui, par le jeu de leur propre dilatation et de la croissance de sels, causent la désagrégation de la roche (Goudie, 1986).

Par ailleurs, des travaux ont suggéré que la présence de sels augmentait le taux de dissolution de la silice (Morris et Fletcher, 1987). Enfin, Magee et al. (1988) ont mis en évidence des dissolutions suivies de précipitations de silice à la surface de grains de quartz sous l'influence de solutions salines.

Ainsi, les observations au MEB de l'aspect arrondi des arêtes de fractures ainsi que des fins dépôts de silice sur la surface des grains sont vraisemblablement liés à la présence de la halite.

Il est à signaler enfin que de nombreux minéraux (quartz et feldspaths) à l'intérieur des mortiers précédents présentent, à un degré moindre cependant, des fissures du même type.

En conclusion, la micro-fissuration des minéraux observée ici apparaît comme un phénomène original car peu connu, distinct de la classique fissuration des roches.

Elle est vraisemblablement liée à une combinaison d'effets thermiques (variations de température), hydriques (humidifications répétées), chimiques (dissolutions par les solutions salines) et mécaniques (cristallisations salines). Cette micro-fissuration

s'apparente par un effet d'échelle à la fracturation des roches observée dans les regs, ce qui permet de supposer l'existence d'un caractère fractal à ce phénomène.

#### 4.- CONCLUSION

Les différentes formes d'altération recensées dans ce chapitre constituent un inventaire - sans doute encore incomplet - d'évolutions minéralogiques variées, relativement "classiques" en ce qui concerne les cristallisations salines, les néoformations argileuses et gypseuses, mais aussi originales avec les micro-fissurations de minéraux et les néoformations d'aragonite; elles se sont toutes produites à l'échelle historique. Elles révèlent ainsi que, malgré l'apparente stabilité de leurs matériaux, tous les monuments étudiés sont, à des degrés divers, le siège d'évolutions complexes, pouvant menacer fortement leur pérennité dans certains cas bien précis (pyramides de Khéops et Meïdoum, temple de Jerash...).

De même, ces observations permettent de mieux cerner les effets d'un climat de type sub-aride, à priori peu agressif envers les matériaux. Il privilégie en premier lieu les processus de désagrégation mécaniques (cristallisations salines, fissurations d'origine thermique) plutôt que physico-chimico-biologiques (hydrolyses de minéraux, dissolutions, etc.). Cependant, les néoformations d'aragonite, qui appartiennent à ce dernier type d'altération, sont dues à une action anthropique : le confinement régnant à l'intérieur des monuments ou leur mise à l'air libre après une longue période d'enfouissement.

3 grands mécanismes d'évolutions minéralogiques ont été répertoriés :

- [1] : la dissolution;
- [2] : le remplacement : il suit souvent la dissolution et les effets peuvent être un gonflement comme un ameublissement;
- [3] : la fracturation.

Ces évolutions correspondent aux altérations suivantes :

- les dissolutions de calcaires [1];
- les néoformations argileuses [2];
- les micro-fissurations de minéraux [3];
- les néoformations d'aragonite [1 et 2];
- les néoformations de sels (halite, gypse) [1, 2 et 3].

Les 2 premières altérations sont universellement répandues et apparaissent pratiquement sous toutes les latitudes. Par contre, les micro-fissurations de minéraux sont spécifiques d'une ambiance aride, en raison des fortes températures nécessaires. Les 3 derniers types de néoformations reflètent l'ordre de précipitation des sels d'une saumure qui s'évapore. Ceci signifie simplement qu'un tel climat peut produire une mobilisation à la fois des carbonates, des sulfates et des chlorures, en raison de la température élevée qu'il impose.

Une conséquence importante est l'omniprésence d'ions de natures variées, qui interviennent dans de nombreuses réactions de

transformations minéralogiques (passage anhydrite - gypse, calcite - aragonite, etc.) en jouant un rôle inhibiteur ou accélérateur. Ils autorisent ainsi des réactions improbables sous nos climats, uniquement en raison de leur effet catalyseur.

Il ressort donc de ce chapitre qu'un climat de type sub-aride exerce sur les matériaux de construction rocheux une action relativement peu agressive, les monuments étudiés étant généralement très anciens (3500 à 7800 ans...). Ses principales conséquences sont la température élevée et la forte concentration d'ions en présence, qui en accélérant la plupart des réactions chimiques, préfigurent ce qui pourrait se produire sous nos climats à très long terme, mais révèlent aussi celles dont la cinétique trop lente a empêché la manifestation.

## D] ANALYSE PETROGRAPHIQUE DES EVOLUTIONS DE MATERIAUX ISSUS DE DIFFERENTS MONUMENTS FRANCAIS

Les monuments français, plus proches, présentent également dans de nombreux cas des signes d'altération avancés, en dehors parfois de tout contexte urbain.

Leur étude permettra de comparer l'état de leurs matériaux avec ceux du chapitre précédent, en raison d'un climat différent (continental tempéré humide) et d'un âge inférieur (150 à 800 ans). Enfin, cette démarche sera aussi utile pour vérifier s'il y a une constance dans les processus d'altération, indépendamment des conditions climatiques et d'âges de mise en oeuvre.

### 1.- LES CHATEAUX DE L'EST DE LA FRANCE

4 châteaux féodaux de l'Est de la France (sites n<sup>os</sup>25, 26, 27 et 28) ont été étudiés, allant des Hautes Vosges (château du Landsberg) à la frontière luxembourgeoise (château de Manderen). Ces édifices ont pour la plupart été bâtis au XII<sup>ème</sup> siècle.

#### 1.1.- Les matériaux

##### 1.1.1.- Les grès

###### a) *Description*

Présents dans 3 sites (26, 27 et 28), il s'agit toujours de grès d'âge triasique, issus en particulier de l'assise des "Grès vosgiens" du Buntsandstein moyen. Hormis les fondations en granite, ils constituent en général l'intégralité des murs.

De teinte rosée, ils sont essentiellement composés de grains de quartz généralement monocristallins, arrondis et d'une dimension moyenne de 500  $\mu$ m; il existe localement quelques grains de feldspaths potassiques et de minéraux phylliteux. La porosité est assez élevée et

la matrice argileuse rare. Il existe localement des intercalations de galets de quartzite centimétriques.

La diffraction des rayons X effectuée sur un échantillon de grès (n°28.2) révèle la présence de minéraux argileux proches de l'illites (séricites ?) et en plus faible quantités, de kaolinite, de feldspaths alcalins, de calcite et d'hématite (fig.45); cette dernière, mêlée à d'autres oxydes, est responsable de la teinte rosée de ces grès.

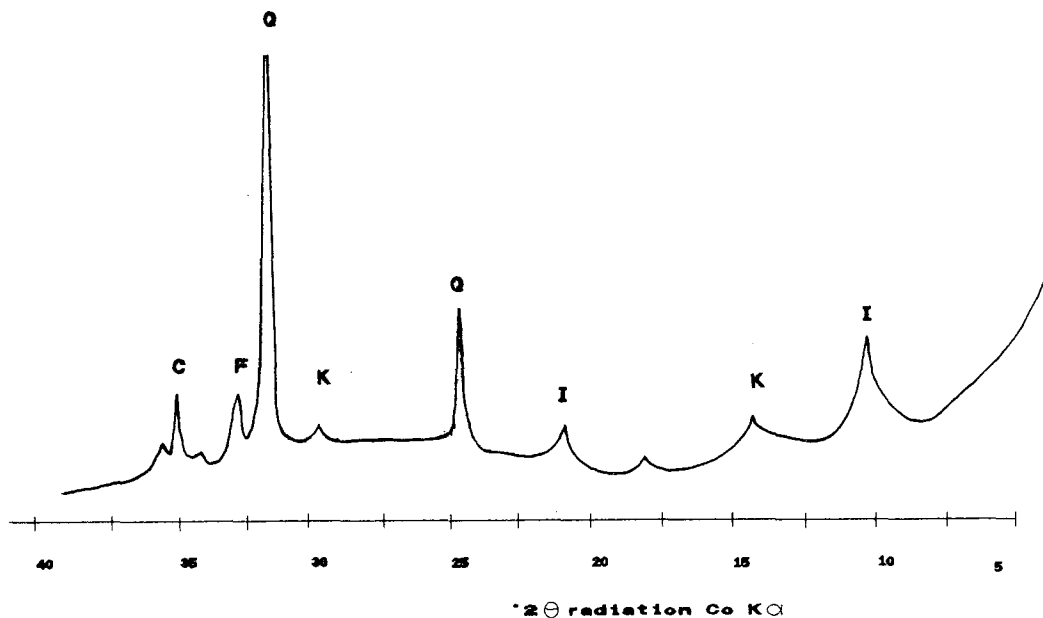


Fig.45.- Diffractogramme des rayons X d'un grès d'un château vosgien (site n°28)(I = Illite, K = kaolinite, Q = quartz, C = calcite).

La cimentation des grains est assurée par un nourrissage de silice secondaire à leurs contacts, qui reprend fréquemment la forme et l'orientation cristalline des éléments primitifs (dont la forme ressort soulignée par un liseré d'impuretés)(fig.46). Il en résulte une excellente cohésion de l'ensemble, ce qui explique l'utilisation généralisée de ce grès dans les monuments locaux et aujourd'hui pour la restauration de la Cathédrale de Strasbourg, en remplacement du "Grès à meules" altéré (Jeannette, 1981).

#### b) Altérations

La dégradation de ces grès au sein de constructions alsaciennes a déjà été étudiée par de nombreux auteurs, dont Jeannette (1980, 1981). Celui-ci a recensé diverses formes d'altération, de type superficielles, liées à des cristallisations de gypse; par ailleurs, en dehors de tout contexte urbain, il décrit la formation d'alvéoles ou évidements pluricentimétriques à la surface de moellons, formant parfois des chapelets conformes au litage (photo 50), suite à une désagrégation sableuse importante qu'il met en liaison avec des cristallisations de sels de sodium.



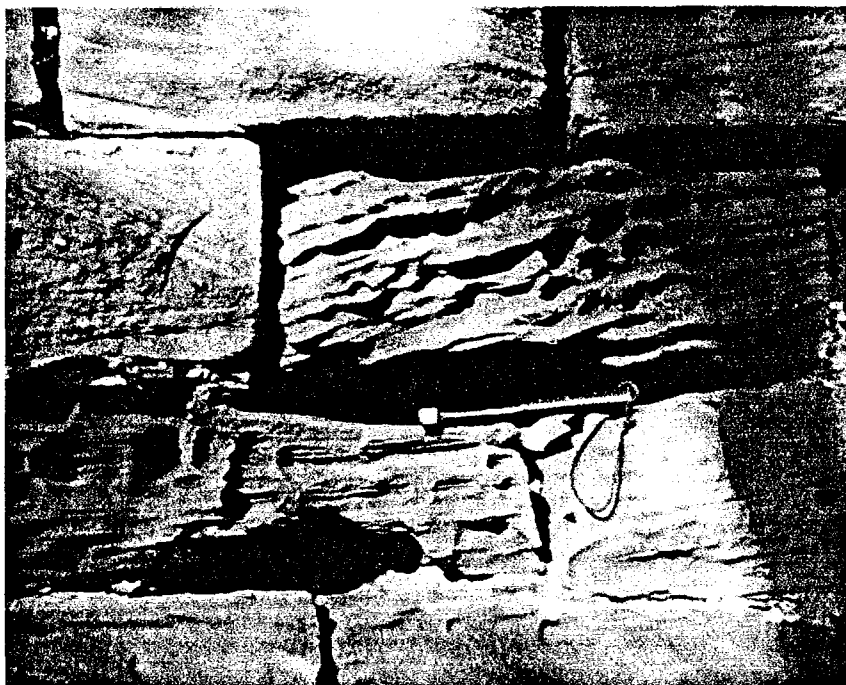


Photo 50.- Aspect d'un moellon gréseux (château vosgien, site n°28), présentant une altération de surface en alvéoles, formant des chapelets conformes au litage.

L'origine de ces sels est pour l'essentiel atmosphérique, une part pouvant également provenir des joints en mortier (Fritz et Jeannette, 1981).

Ces altérations en alvéoles ont été observé sur la plupart des murs des sites étudiés. Une autre forme d'érosion est la mise en relief de fins niveaux indurés, créant une saillie à la surface des blocs : le processus est également une désagrégation sableuse de lamines plus tendres (site n°26).

Au microscope optique, la plupart des pores inter-granulaires, fissures et clivages apparaissent envahis de fins minéraux argileux translucides (séricite, damourite ainsi que kaolinite probablement), mêlés localement à des cristaux de calcite (fig.46); des oxydes de fer tapissent également des fissures et clivages au sein des quartz et feldspaths. Enfin, quelques cristallisations de gypse ont été observées. Par contre, les feldspaths sont pour la plupart séricitisés et damouritisés; les quartz ne sont ni corrodés ni fissurés.

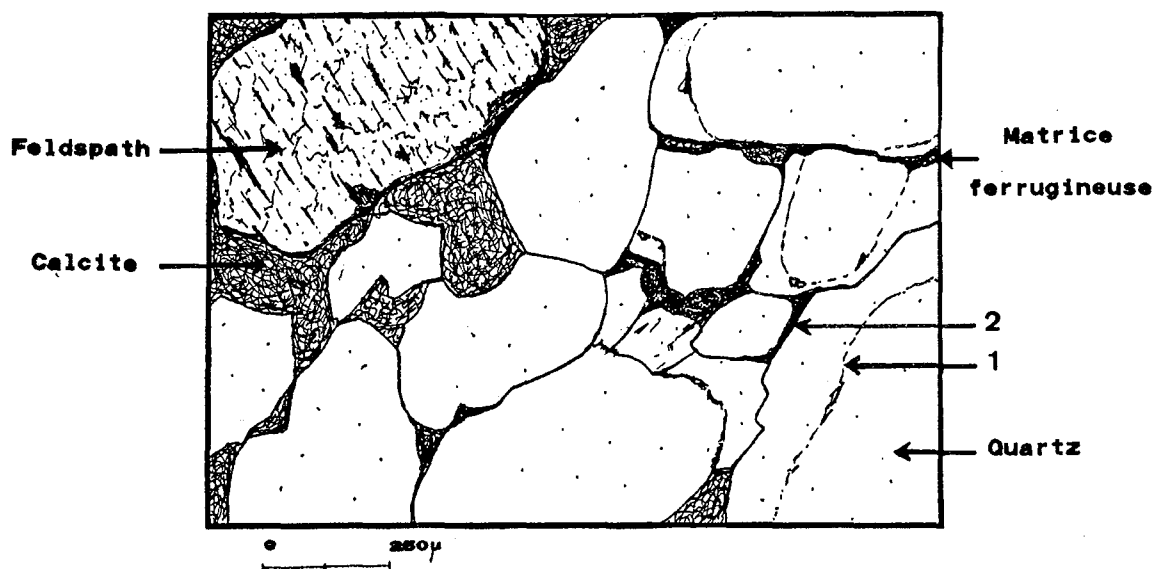


Fig.46.- Aspect du grès d'un moellon d'un château vosgien (site n°28) : les pores sont envahis de calcite (1 : limite du grain originel, 2 : limite de la silice secondaire).

### c) Analyse de ces altérations

Selon Jeannette (1980), la calcite observée au sein des grès provient d'une imprégnation de la chaux utilisée comme mortier. Cependant, sa localisation dans les pores au centre même des moellons suggère une remobilisation secondaire.

Un élément important pour expliquer certaines formes d'altération est apporté par l'acidité des précipitations météoriques. En effet, d'après Fritz et Jeannette (1981), les eaux de pluie prélevées dans les Vosges et en Alsace sont à la fois très acides (le pH est voisin de 4 avec un minimum mesuré de 3,59) et aussi sulfatées.

Cette acidité est donc propice à une dissolution de la calcite par lessivage, tandis que les sulfates dissous permettent d'attribuer une origine aux cristallisations de gypse ou de thénardite.

Ceci permet aussi d'expliquer la concentration d'oxydes de fer dans la zone périphérique des blocs. En effet, Jeannette (1980) parle "d'évolution chromatique" pour souligner l'origine matricielle du fer, à la suite, mentionne-t-il, "d'un drainage de la roche". Or, les conditions oxydantes engendrées lors du lessivage des moellons - exposés aux intempéries - par les eaux de pluie, au pH très acide, augmentent l'efficacité des hydrolyses de silicates.

Ainsi, la mobilisation du  $Fe^{3+}$  est rendue possible, peut-être sous la forme d'une combinaison avec les anions sulfates; celui-ci a pu migrer depuis la matrice mais aussi être extrait des rares minéraux ferro-magnésiens présents (biotites). Le lessivage prononcé et l'hydrolyse facilité sont d'ailleurs confirmés par l'altération avancée des feldspaths potassiques mais surtout par la présence de kaolinite (fig.45); cette dernière provient probablement de l'hydrolyse des

feldspaths et signe donc une altération continentale avancée, en milieu lessivant acide.

Hormis ces quelques cas de désagrégation sableuse et de cimentations secondaires de calcite et oxydes de fer, ces grès sont dans un état de conservation encore très satisfaisant, compte tenu de l'action agressive du climat vosgien (gel, pluies acides, humidité).

### 1.1.2.- Les granites

Les granites utilisés appartiennent tous à la même formation du "granite d'Andlau". Il s'agit d'un granite leucocrate calco-alcalin, à structure grenue porphyroïde, riche en phénocristaux d'orthose. Il existe également de nombreux plagioclases (oligoclase), biotites et chlorites, ainsi que de rares hornblendes vertes.

Les moellons de granite sont, dans l'ensemble, fortement altérés : un début d'arénisation apparaît et leurs minéraux se déchaussent dans certains cas à la main. De même, de nombreux moellons ont une forme centrale fortement convexe, en relief par rapport aux côtés très en retrait tandis que les joints de mortier sont en saillie (photo 51) : il s'agit d'une érosion, davantage marquée au niveau des arêtes, qui tend à arrondir les moellons, de la même façon que la célèbre altération "en boules" des affleurements granitiques voisins.

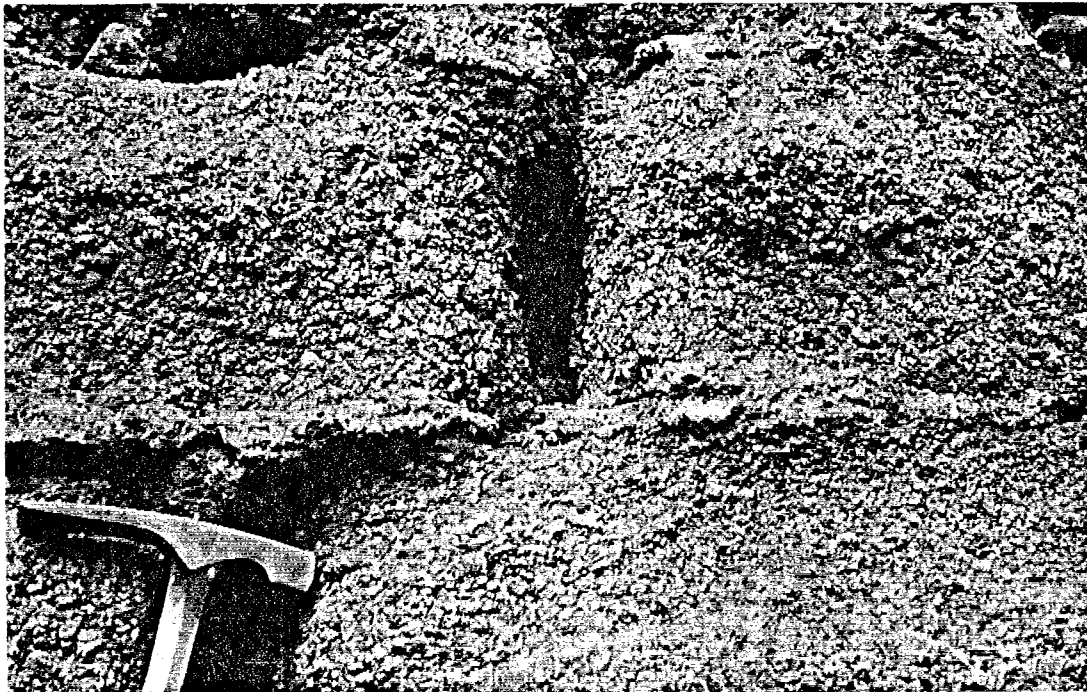


Photo 51.- Aspect de moellons granitiques (château vosgien, site n°27) fortement altérés (début d'arénisation).

Au microscope optique, les feldspaths potassiques comme les plagioclases apparaissent tous séricitisés et damouritisés, tandis que les biotites sont en voie de chloritisation : le fer est sorti de leur réseau et envahit les nombreuses fissures voisines (fig.47), qui recoupent l'ensemble des cristaux (n°27).

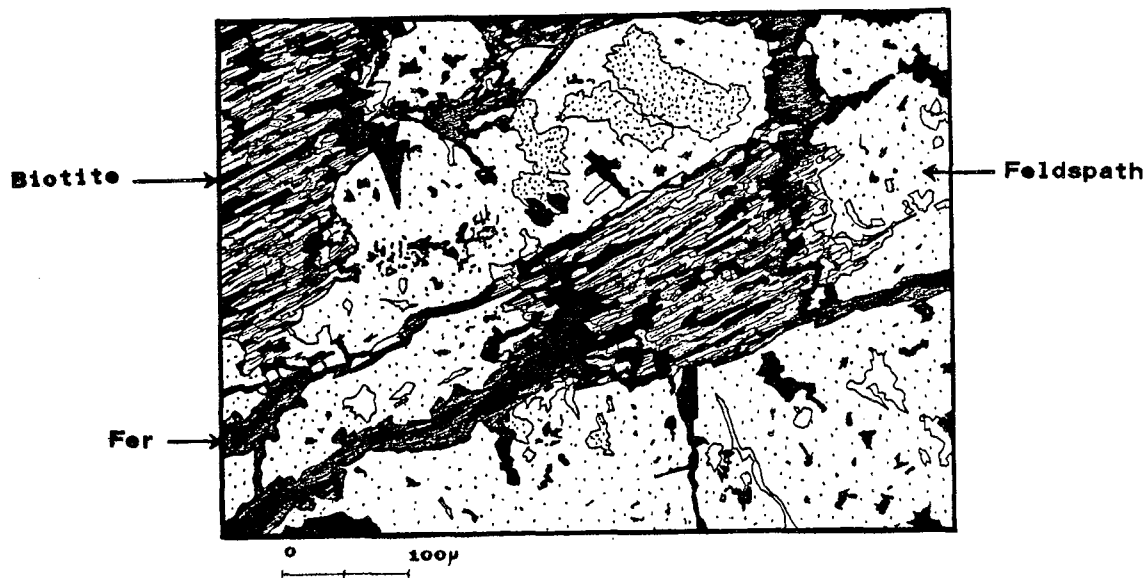


Fig.47.- Biotite en voie de chloritisation ayant libéré son fer à l'intérieur des fissures d'un feldspath microcline.

L'analyse d'un échantillon de granite (n°28.3) par diffraction des rayons X a révélé la présence, en faibles quantités, de kaolinite (fig.48) : son origine est, au même titre que dans les grès, en relation avec un lessivage accentué des feldspaths. Les smectites n'ont par ailleurs pas été détectées, en raison peut-être du contexte lessivant acide.

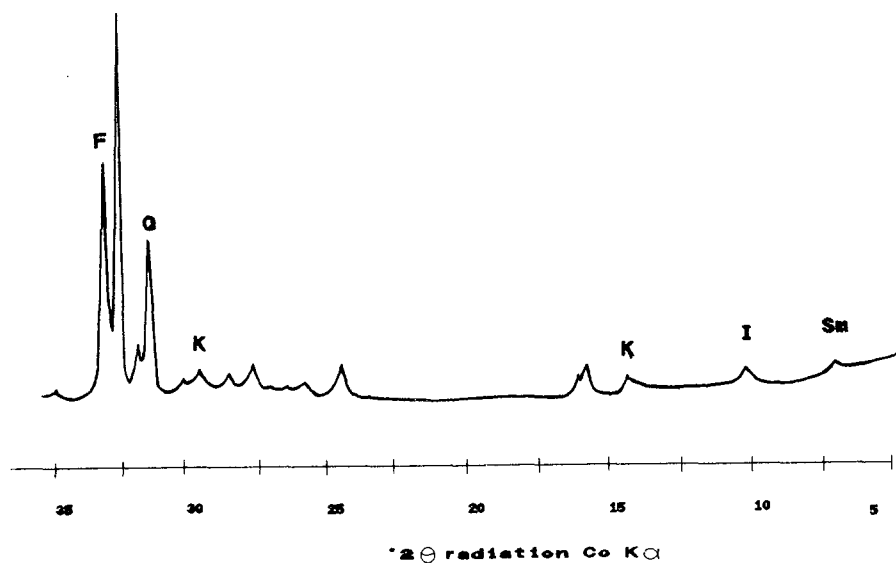


Fig.48.- Diffractogramme des rayons X du granite d'un château vosgien (site n°28)(Sm = smectite, I = illite, K = kaolinite, Q = quartz, F = feldspaths alcalins).

### 1.1.3.- Les mortiers

Utilisés dans les 4 sites, il s'agit de mortiers à la chaux, mélangés à une arène granitique dans des proportions variables pour le site n°28. La porosité de ces mortiers est toujours importante (entre 10 et 20 %).

Les argiles, abondantes dans le site n°28, sont associées à la calcite et à des oxydes de fer pour constituer la matrice des mortiers.

Les minéraux rencontrés sont, pour le site 28, ceux Odu granite d'Andlau, très altérés. Toutes les biotites sont chloritisées, les feldspaths alcalins et plagioclases totalement séricitisés : la limite avec la matrice riche en argiles n'est pas toujours évidente à situer. Une différence apparaît cependant dans l'altération des biotites par rapport aux granites : le fer n'a pas migré de leur réseau cristallin, vraisemblablement en raison de la forte basicité apportée par la chaux, qui neutralise l'acidité des pluies (voir chapitre II.D.1.1.1).

La diffractométrie des rayons X a révélé la présence de chlorite, illite et kaolinite (fig.49).

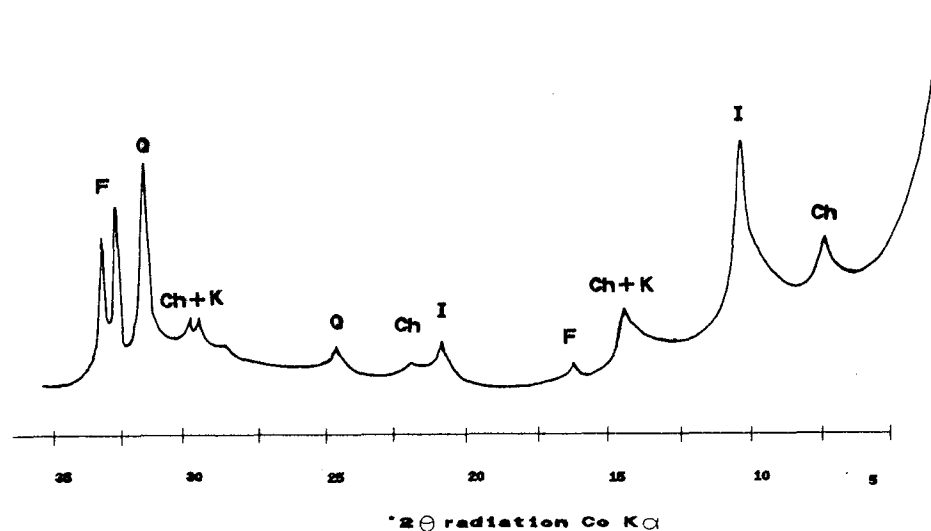


Fig.49.- Diffractogramme des rayons X du mortier d'un château vosgien (site n°28)(Ch = chlorite, I = illite, K = kaolinite, F = feldspaths alcalins, Q = quartz).

Dans les autres échantillons (sites n°s 26, 27 et 29, le sable utilisé est riche en quartz, probablement issus de grès vosgien. Le liant, purement carbonaté, est plus compact que celui du site n°28, mélangé à une arène granitique.

De nombreux minéraux, dans tous les échantillons, présentent des golfes de corrosion : quartz, feldspaths; d'après Jeannette (1980), ces traces sont contemporaines de la fabrication du mortier, en raison de la réaction alcaline produite par l'hydrolyse de la chaux, qui favorise la dissolution de la silice.

La calcite, omniprésente, s'insinue dans tous les minéraux, jusqu'à l'intérieur de biotites dont elle paraît écarter les feuillets (fig.50)(n° 28.2).

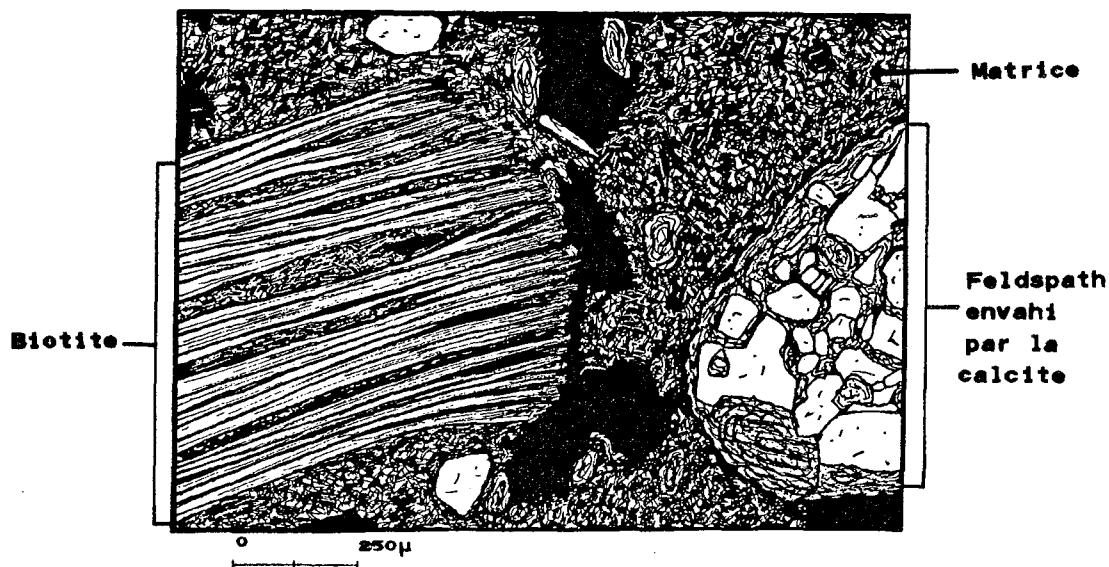


Fig.50.- Mortier d'un château vosgien : les feuillets d'une biotite sont écartés par une cristallisation de calcite, qui envahit également un feldspath voisin.

## 1.2.- Conclusion

L'observation de ces différents matériaux a permis d'établir une "base de comparaison" avec les grès et granites issus de monuments péri-méditerranéens, donc soumis à un environnement totalement différent.

Ainsi, les points communs proviennent de l'altération très avancée des granites porphyroïdes, de la migration du fer et de l'apparition de kaolinites dans les grès.

Par contre, les différences majeures sont l'absence de microfissurations des grains et la rareté des cristallisations salines : ceci tend à confirmer le rôle prépondérant de la température élevée dans ces réactions (mais aussi leur liaison ?). De même, les effets de l'humidité élevée se traduisent ici par une hydrolyse beaucoup plus poussée et rapide des silicates (feldspaths, biotites, etc.). Ainsi, malgré l'âge moindre de ces édifices (800 ans contre 3500 ans en moyenne pour les matériaux du chapitre précédent), les granites sont dans un état d'altération sensiblement équivalent; en revanche, les grès sont, dans leur majorité, encore sains.

La comparaison de 2 matériaux bien distincts - un granite et un grès - au sein d'un même édifice, dans les mêmes conditions de mise en oeuvre révèle ainsi une altérabilité plus forte des granites par rapport aux grès. Aussi, certains murs (site n°27) composés de moellons granitiques et gréseux mélangés indiquent immédiatement la présence de l'une ou l'autre de ces roches, simplement grâce au retrait des blocs de granites par rapport aux grès, suite à leur désagrégation.

Compte-tenu du fait que ces châteaux ont de toute évidence été construits il y a 800 ans environ avec des grès et granites à priori sains (ou au moins cohérents), l'état actuel de ces derniers fixe un ordre de grandeur pour leur arénisation, relativement rapide.

## 2.- L'ARC DE TRIOMPHE DE PARIS

### 2.1.- Présentation

Achevé en 1836, ce célèbre monument occupe le centre de la place de l'Etoile, à Paris. Construit en pierres calcaires de Château-Landon et de Chérencé, il a une hauteur au-dessus du sol de 50 m et ses fondations descendent à 8,5 m de profondeur (Bancon et Vandangeon, 1988).

Cet édifice ayant subi des déformations récentes, responsables de la chute de blocs, un programme de reconnaissances et de consolidation des assises a été mis en oeuvre en 1987. 4 sondages carottés traversant les maçonneries des fondations ont ainsi été réalisés par la société SIMESOL (maître d'oeuvre de cette opération), avant de procéder à des injections de coulis visant à renforcer les joints de maçonnerie profonde.

Les échantillons observés ici proviennent exclusivement de ces carottages : il s'agit du calcaire des fondations ainsi que du mortier attenant. Les pierres de façade n'ont pas été étudiées (altération typiquement "urbaine").

### 2.2.- Description des altérations

#### 2.2.1.- Le calcaire

Il présente un faciès sain, non altéré en apparence. Fortement bioclastique (nombreux débris de miliolidés), il contient également de multiples grains de quartz détritiques. Sa porosité est importante (environ 10 %) et d'abondantes cristallisations de calcite spathique témoignent de recristallisations secondaires de la micrite primitive.

Le cortège argileux, révélé par diffractométrie des rayons X, est composé d'illites, mal cristallisées et de smectites (fig.51).

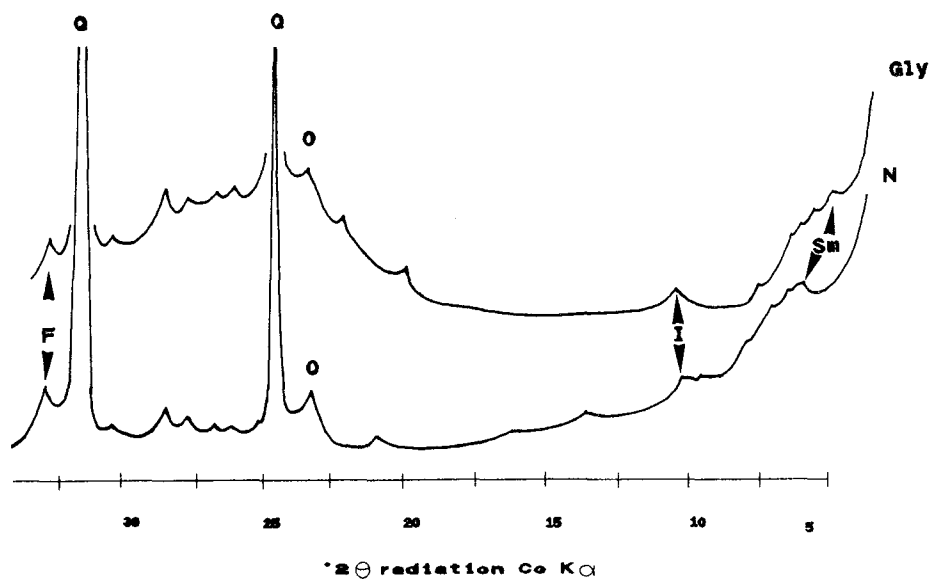


Fig.51.- Diffractogramme des rayons X d'un calcaire des fondations de l'Arc de Triomphe à Paris (Sm = smectite, I = illite, O = opale, Q = quartz, F = feldspath alcalin).

### 2.2.2.- Les mortiers

A base de chaux, ils assurent la cimentation des blocs dans les fondations. Leur fraction sableuse est composée d'un mélange de grains de calcaires, de quartz et de feldspaths, généralement anguleux.

Le cortège argileux, révélé par diffractométrie des rayons X, est composé d'illites, mal cristallisées et de kaolinites (fig.52).

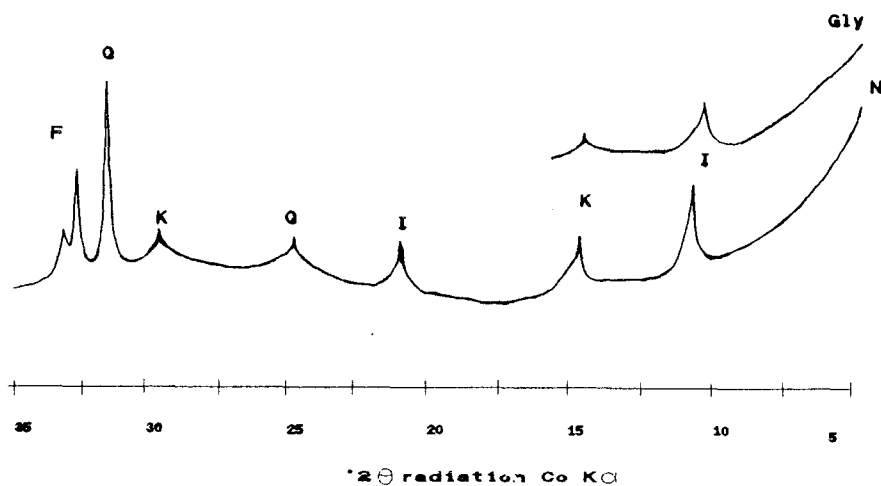


Fig.52.- Diffractogramme des rayons X d'un mortier des fondations de l'Arc de Triomphe à Paris (I = illite, K = kaolinite, Q = quartz, F = feldspath alcalin).



La porosité est toujours importante (entre 10 et 20 %). La calcite envahit les clivages de nombreux feldspaths; beaucoup de minéraux présentent des golfes de corrosion. Ainsi, l'observation au MEB de grains de quartz révèle une surface fortement corrodée, comme attaquée par le liant (photos 52 et 53). Ces marques de dissolution sont probablement en liaison avec la forte basicité de la chaux, la solubilité de la silice s'accroissant fortement pour un pH supérieur à 9 (Krauskopf, 1959).

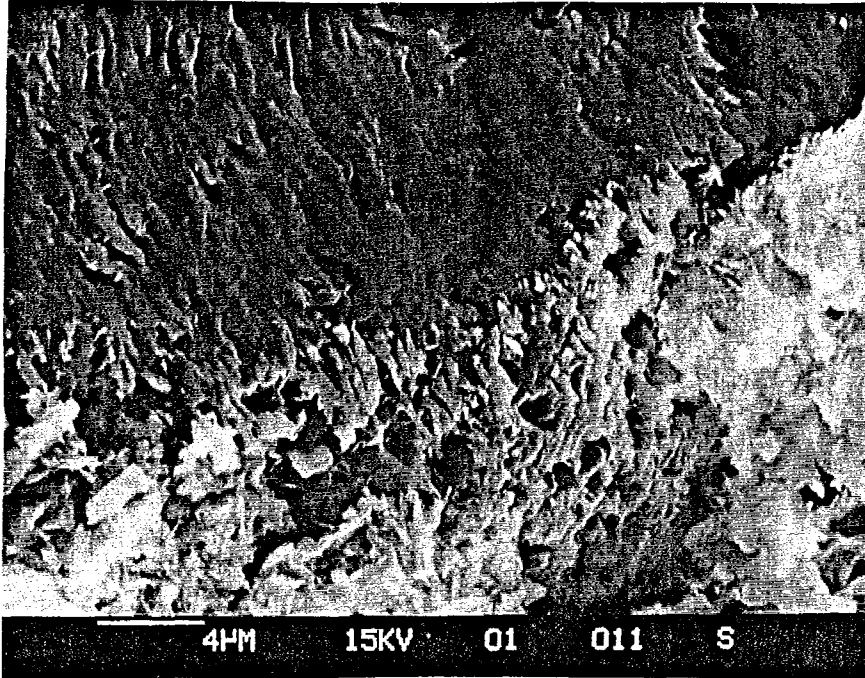


Photo 52.- Surface corrodée d'un grain de quartz (mortier de l'Arc de Triomphe), présentant des marques de dissolution (MEB).

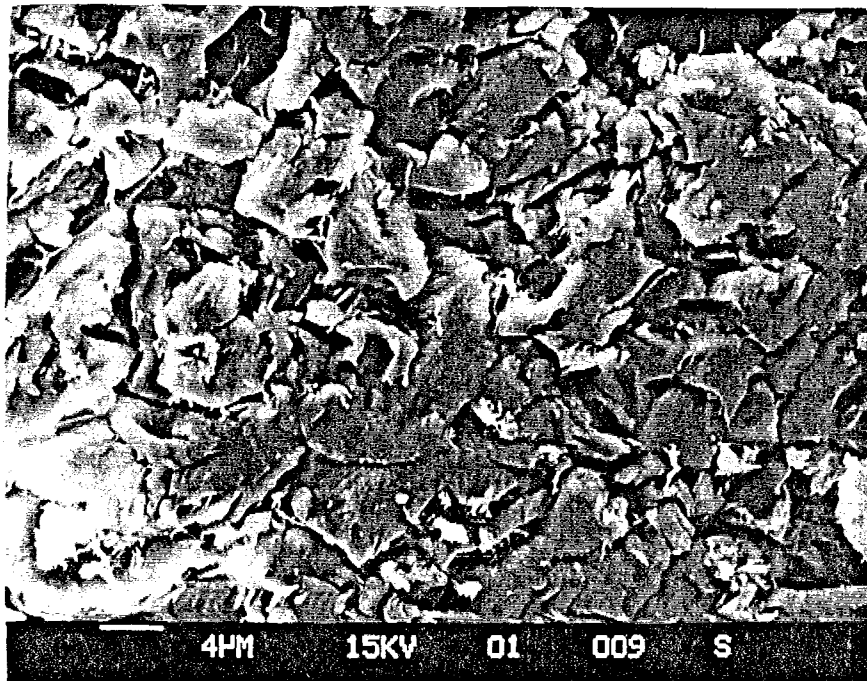


Photo 53.- Détail de la surface corrodée d'un grain de quartz (mortier de l'Arc de Triomphe), présentant des marques de dissolution (MEB).

Par ailleurs, le MEB a permis d'observer de multiples cristallisations aciculaires au sein de cavités (photos 54 et 55). Leur habitus fibreux, de section hexagonale, caractérise l'ettringite.

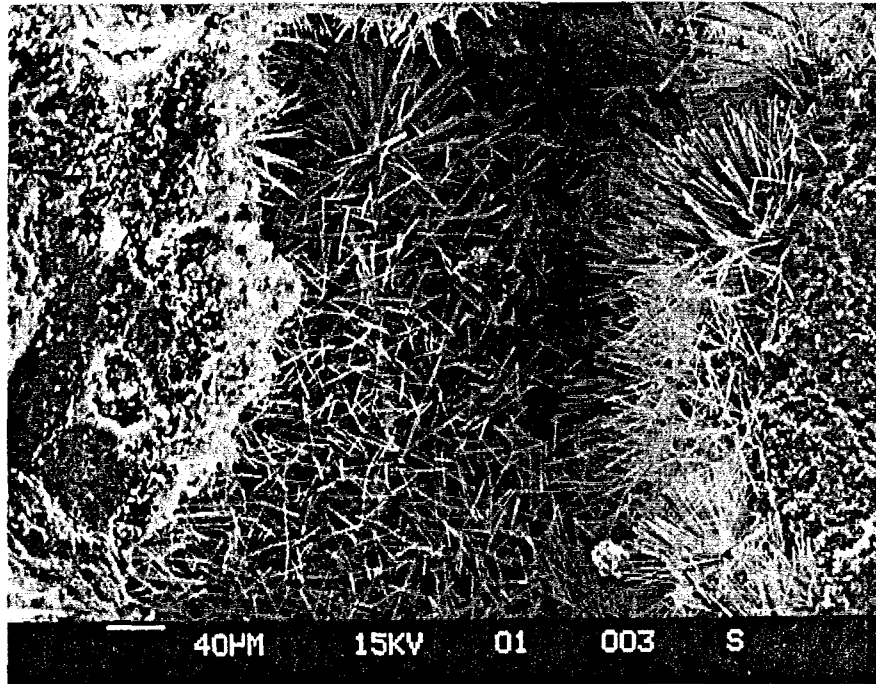


Photo 54.- Cristallisations d'ettringite au sein d'un pore du mortier de l'Arc de Triomphe (MEB).

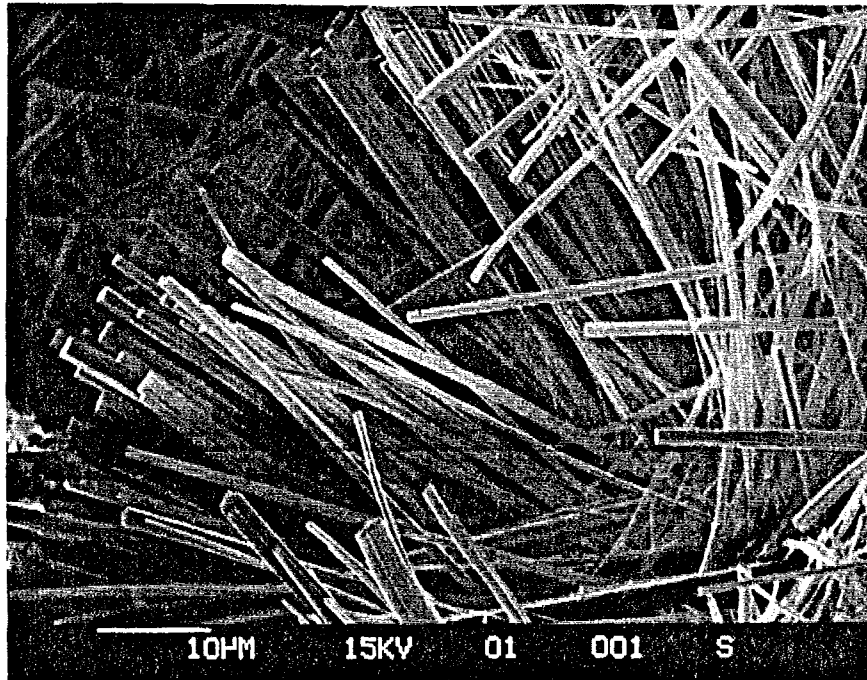


Photo 55.- Cristaux d'ettringite au sein d'un mortier de l'Arc de Triomphe (MEB).

L'analyse à la microsonde de Castaing de ces aiguilles indique, outre l'aluminium, le soufre et le calcium, la présence de silicium, probablement substitué (fig.53).

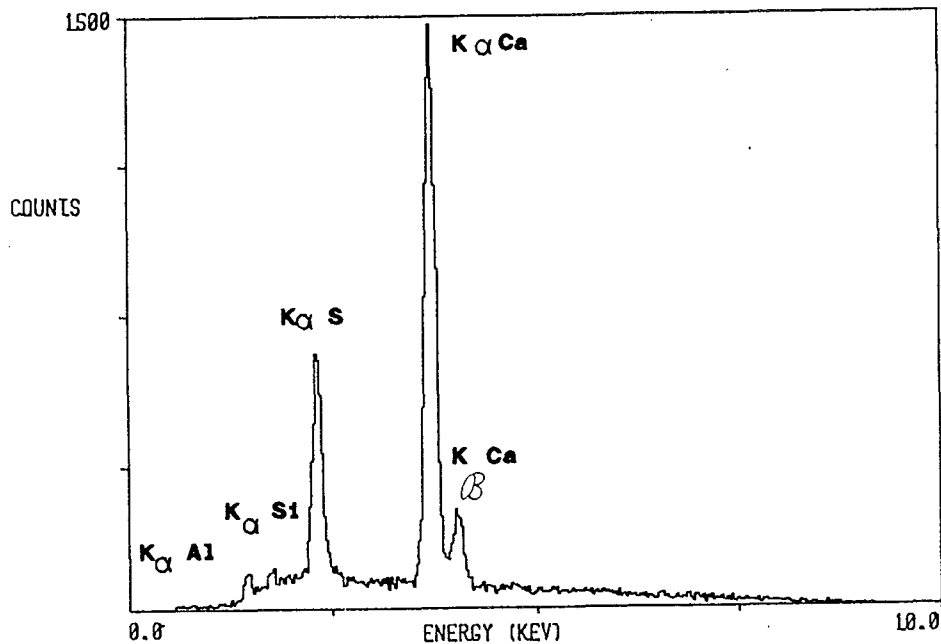


Fig.53.- Spectre d'absorption atomique de l'analyse de l'ettringite observée dans le mortier des fondations de l'Arc de Triomphe à Paris : aluminium, soufre, calcium et silice.

### 2.3.- Analyse de l'altération des mortiers

La présence de l'ettringite dans un mortier à la chaux est à priori surprenante, compte tenu du fait que les aluminates de calcium (ou phase "C<sub>3</sub>A" des cimentiers) nécessaires à sa formation, n'existent en principe que dans les ciments de type portland; il s'agit donc d'une réaction de type pouzzolanique, mettant en jeu la chaux libre du mortier avec des argiles, probablement issues du liant et des grains de calcaire. Cette réaction est facilitée par la déshydroxylation des argiles (illites en particulier) pendant la phase de cuisson des calcaires (environ 800 °C) nécessaire à la fabrication de la chaux (Adams et Kneller, 1988).

Seulement, comme il a déjà été évoqué au chapitre II.B.3.2.2, lorsque les argiles se trouvent être des illites, cette réaction pouzzolanique produit des aluminates de calcium hydratés (Deloye, 1989); bien qu'ayant un rôle important dans les liaisons au sein du liant, ceux-ci sont très sensibles à l'action de sulfates et réagissent avec pour donner de l'ettringite (Regourd, 1982a ; Deloye, 1989).

La cristallisation de cristaux d'ettringite implique nécessairement une source d'humidité, apportée par les nombreuses infiltrations d'eau, provenant du lessivage de l'édifice et de ses sels, comme dans une pollution phréatique : les sulfates se trouvent vraisemblablement dans ces eaux de lessivage et d'infiltration.

Par ailleurs, le confinement des mortiers au sein des fondations a vraisemblablement ralenti le processus de carbonatation de la chaux (14), déjà naturellement long dans l'air ambiant; la chaux est ainsi restée en contact pendant une longue période avec les granulats et

les argiles avant de se transformer en calcite, beaucoup moins agressive. Les nombreuses marques de dissolutions observées ainsi que les réactions pouzzolaniques trouveraient ainsi une justification.

Il est à noter enfin que de l'ettringite a déjà cristallisé expérimentalement après 18 h seulement de réaction d'un mélange de granite finement broyé, de chaux et d'anhydrite (Espagne et al., 1990).

#### 2.4.- Conclusion

D'après Bancon et Vandangeon (1988), à propos de l'Arc de Triomphe : "la cause essentielle des désordres réside dans un tassement des joints de la maçonnerie en fondation, suite au délavage de ces joints par les eaux de ruissellement et les fuites de réseaux".

Cette conclusion, intuitive, est confirmée par le degré d'altération avancé de ces mortiers : porosité élevée, dissolutions de grains quartzes et feldspathiques et surtout croissance d'ettringite.

Tous les éléments sont réunis pour expliquer sa cristallisation : argiles (illites), chaux, sulfates et infiltrations d'eau.

Ses propriétés gonflantes ont pu participer à la déstabilisation des fondations de l'édifice. Elles révèlent aussi la participation de la chaux des mortiers à des réactions qui ne peuvent que nuire à sa stabilité et à sa carbonatation en calcite, garante de la résistance de ce type de mortiers.

Il n'est également pas exclu que les smectites détectées à l'intérieur des calcaires aient pu gonfler et provoquer ainsi une déstabilisation des fondations.

Une dernière remarque concerne les calcaires, poreux, enfouis puis remis à jour : les conditions sont comparables à celles ayant engendré des néoformations d'aragonite à l'intérieur des calcaires étudiés précédemment (chapitre II.C.3.3.3)... sauf qu'elles n'ont pas été mises en évidence ici. La raison se trouve vraisemblablement liée à la rareté en sels (sauf les sulfates), à la température plus basse ou encore à la relative "jeunesse" de ce monument.

### 3.- LA PIERRE DE CAEN

#### 3.1.- Description du faciès

Il s'agit d'un calcaire d'âge bathonien, fortement bioclastique, utilisé dans de nombreux monuments de la ville de Caen et des environs; il a été échantillonné en 2 endroits différents.

Le premier échantillon (n°24.1) a été prélevé sur un sarcophage daté du VII<sup>ème</sup> siècle, tandis que le deuxième échantillon (n°24.2) provient des piliers intérieurs d'une église "désaffectée" du centre ville (XII<sup>ème</sup> siècle).

Le premier échantillon (n°24.1) ne présente pas d'altérations majeures et sa cohésion est satisfaisante. Il est cependant poreux (environ 15 % de vides).

Par contre, le second échantillon (n°24.2) est représentatif d'un site où les murs intérieurs et les reliefs sont fortement émoussés, le calcaire étant devenu totalement pulvérulent; il s'effrite sous les doigts et d'importants dépôts sableux s'accumulent à la base des murs. Ce calcaire se présente dans un état d'altération analogue au faciès "fondant" du site n°12.

Au microscope optique, il apparaît très poreux (entre 20 et 30 % de vides) et fortement recristallisé.

Le ciment de calcite spathique est hétérogène; il est composé de 2 familles de cristaux (fig.54) :

- des cristaux fins (environ 10  $\mu\text{m}$ ), responsables de la cimentation proprement dite et qui assurent une très mauvaise soudure entre les constituants allochimiques de la roche;

- des cristaux grossiers (entre 50 et 100  $\mu\text{m}$ ), qui ne font que remplir partiellement les espaces intergranulaires.

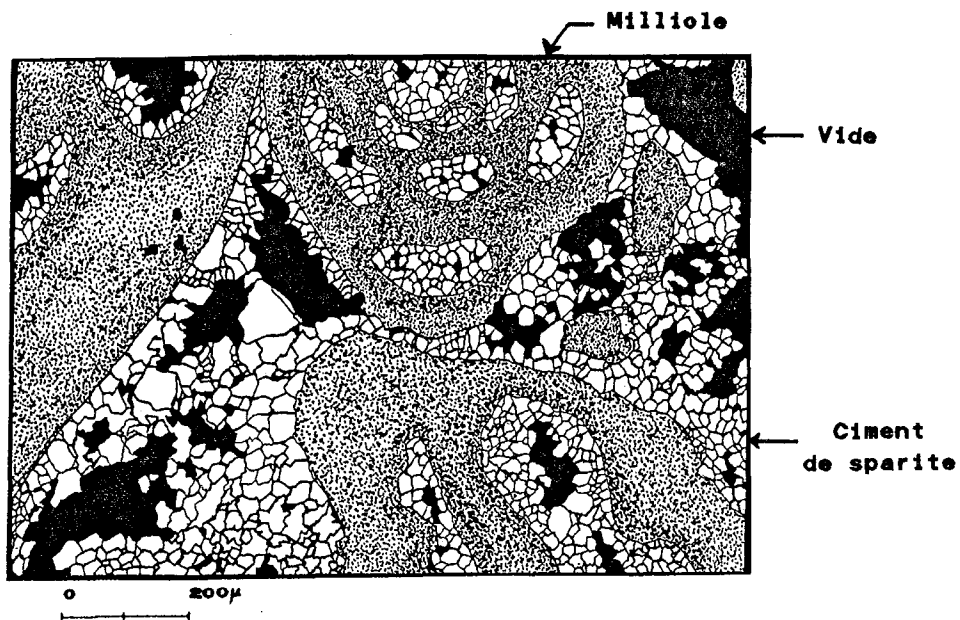


Fig.54.- Calcaire de Caen : aspect du ciment de calcite spathique très discontinu ménageant une importante porosité.

Le MEB permet d'observer des cristaux de calcite fortement corrodés (photo 56); des traces de dissolution sont visibles.

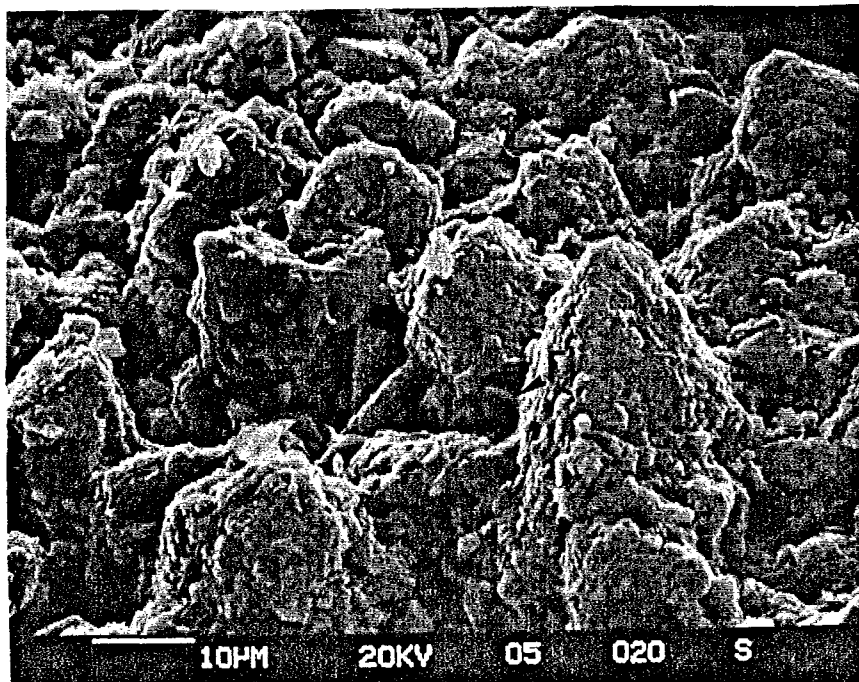


Photo 56.- Cristaux de calcite fortement corrodés (calcaire de Caen)(MEB).

Le point le plus important concerne la présence de chlorure de sodium (identifié à la microsonde), qui revêt un aspect lisse, en nappages, de la même façon que dans l'échantillon calcaire des sites n°12 (photo 57).

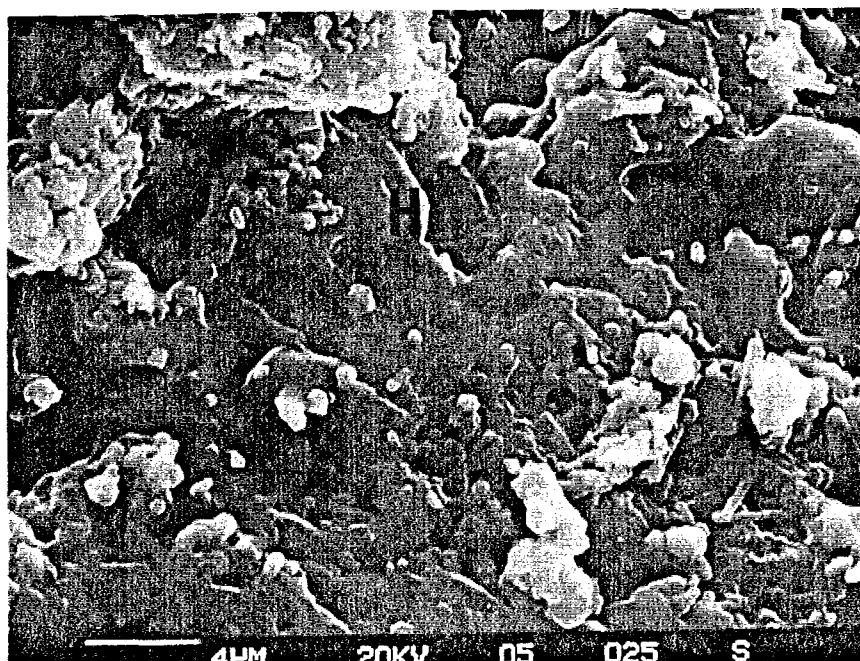


Photo 57.- Chlorure de sodium (=H) à l'intérieur du calcaire de Caen, en liaison avec l'aspect fortement corrodé des cristaux de calcite (photo 56)(MEB).

Il est à signaler enfin la présence de filaments mycéliens dans les pores du calcaire (photo 58). Leur présence ne paraît pas liée à ces phénomènes de dissolution, mais plutôt être due au confinement et à l'humidité élevée régnante (moisissures).

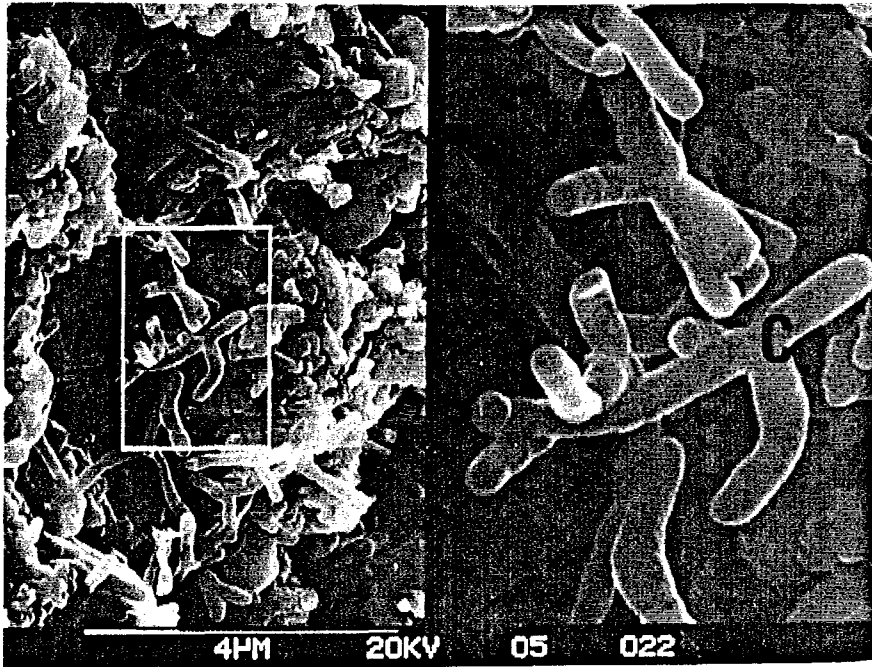


Photo 58.- Filaments mycéliens (=C) à l'intérieur du calcaire de Caen, en liaison avec l'humidité et le confinement de ces calcaires (MEB).

Une analogie existe avec le calcaire de l'Eglise S<sup>t</sup> Roch à Montpellier. Ce calcaire, sensiblement identique (biosparite), s'effrite d'une façon similaire et apparaît également très poreux et recristallisé (photo 59).

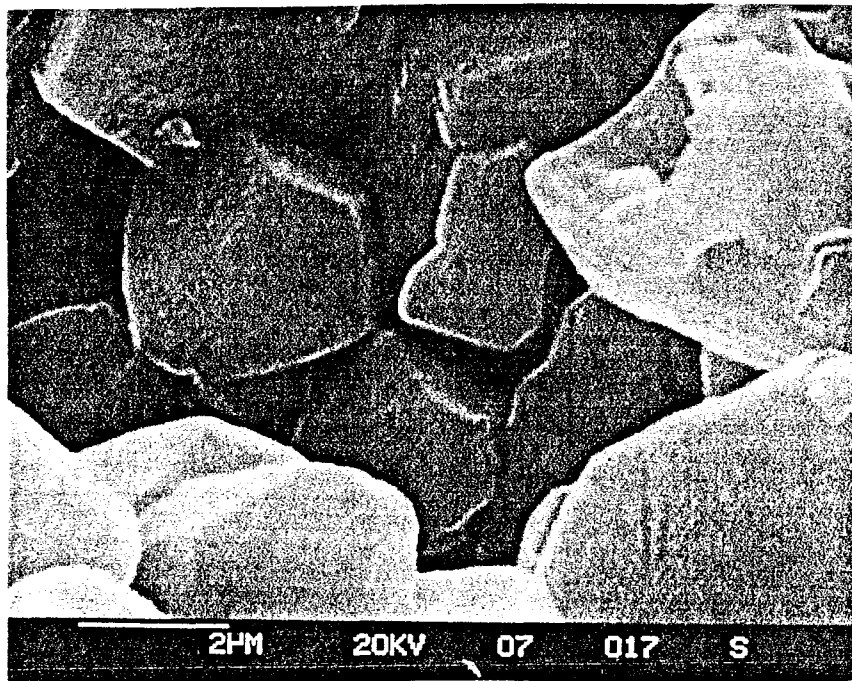


Photo 59.- Aspect des cristaux de calcite spathique du calcaire de l'église Saint Roch (Montpellier), ménageant une importante porosité entre eux (MEB).

Le fait le plus intéressant est à nouveau la présence de chlorure de sodium (identifié à la microsonde) (photo 60).

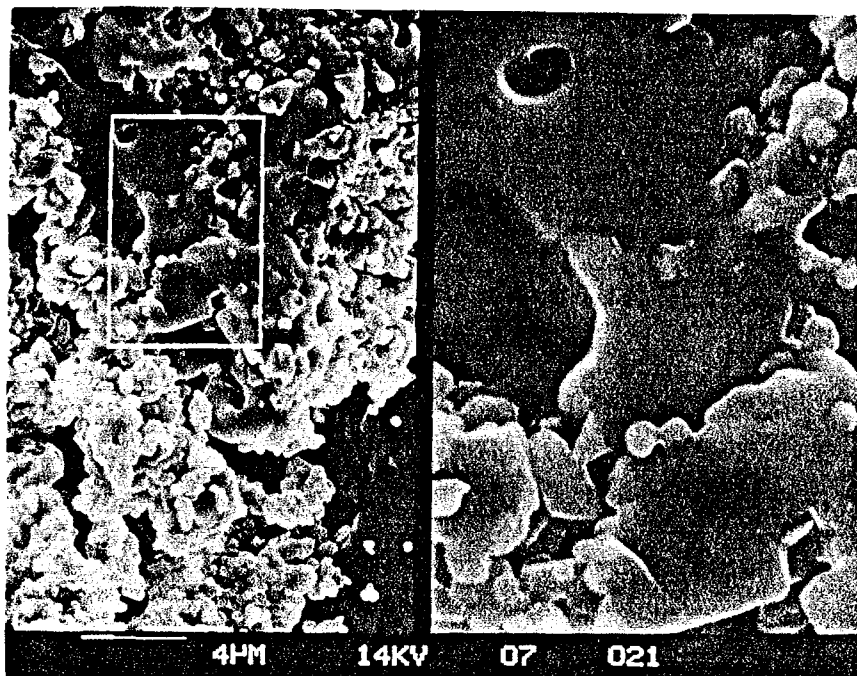


Photo 60.- Chlorure de sodium à l'intérieur du calcaire de l'église Saint Roch (Montpellier)(MEB).

### 3.2.- Analyse de l'effritement des calcaires

Ces observations révèlent un effritement de ces calcaires, en liaison avec une perte de cohésion du liant; la cause est une dissolution des cristaux de sparite du ciment, recristallisé par endroits.

Ces dissolutions provoquent un affaiblissement des liaisons entre cristaux du ciment et allochèmes, qui se désolidarisent.

Le chlorure de sodium, toujours associé à ces dissolutions, semble jouer un rôle primordial dans la mise en solution de la calcite.

Son origine est marine (proximité du littoral, donc des embruns) mais peut aussi provenir de remontées capillaires depuis le sous-sol (dans le cas de l'échantillon n°24.2, sous abri).

### 4.- CONCLUSION

Ce nouvel inventaire d'évolutions minéralogiques, qui s'ajoutent encore aux précédentes - certaines sont inédites - reste insuffisant et incomplet puisqu'il ressort de toutes ces observations que chaque monument et ses altérations constituent un cas particulier...

Les grands mécanismes mis en évidence sont :

- la dissolution et la précipitation de la calcite;
- la dissolution et la précipitation de silice;



- l'hydrolyse de silicates.

Ces formes d'altérations menacent dans certains cas fortement la pérennité des édifices.

Les observations présentes, bien que peu nombreuses, sont davantage liées à des altérations chimiques (dissolutions, hydrolyses, etc.) que purement physiques (éclatements, etc.); ceci permettrait d'opposer - avec toutes les réserves liées au faible échantillonnage - les effets d'un climat de type tempéré humide, qui privilégie les altérations chimiques à un climat de type sub-aride, propice à des altérations "physico-chimiques".

Les réactions relevées sont néanmoins plus modérées dans leurs effets que celles du chapitre II.C précédent et ne dépassent pas le stade de l'hydrolyse ou de la dissolution, tandis que l'environnement diffère principalement par une température plus faible ainsi qu'une quantité moindre d'ions en solutions, susceptibles d'intervenir dans un nombre élevé de réactions.

Cependant, le point le plus important est sans doute que ces altérations ont déjà été observées à l'intérieur des édifices étudiés au chapitre précédent, dont les âges sont considérablement plus élevés (3500 ans en moyenne dans un cas contre 150 à 800 ans dans l'autre). Hormis les problèmes d'échantillonnage, ceci peut être le fait d'un effet plus agressif vis-à-vis des matériaux rocheux d'un climat tempéré humide par rapport à un climat de type sub-aride; que resterait-il de la Pyramide de Khéops si elle avait été construite dans un pays pluvieux ?

Ainsi, l'humidité apparaît, plus encore que la température élevée seule, comme un facteur d'altération essentiel des matériaux rocheux.





### CHAPITRE III : LES MODALITES DU VIEILLISSEMENT

L'objet de ce chapitre est l'établissement d'une synthèse relative aux évolutions minéralogiques reconnues précédemment, en général synonymes d'altération :

- la première partie est commune aux minéraux et aux matériaux de construction, compte tenu de leur dépendance réciproque; il s'agit, à partir des cas du chapitre précédent et d'exemples tirés de la bibliographie, d'inventorier les principales caractéristiques et comportements des minéraux et matériaux vis-à-vis de l'altération, en fonction des conditions de mise en oeuvre;

- la seconde partie est un inventaire des principaux facteurs responsables de l'altération liés à la mise en oeuvre, avec la consultation d'une banque de données informatique (créée à partir des cas d'évolutions du chapitre précédent) pour tenter d'identifier certaines associations de facteurs responsables.

#### A] PROPRIETES ET COMPORTEMENT DES PRINCIPAUX MINERAUX ET MATERIAUX LORS DE LA MISE EN OEUVRE

Le comportement des matériaux de construction lors de la mise en oeuvre est subordonné d'une part à la nature de leurs minéraux constitutifs mais aussi à leur agencement (structure)(voir chapitre III.B.1.2.1).

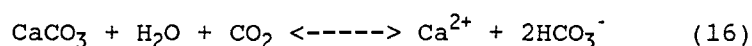
##### 1.- LA CALCITE ET LES CALCAIRES

Le comportement des calcaires, matériaux utilisés de façon quasi universelle dans la construction, dépend essentiellement des propriétés de la calcite.

La calcite, variété ubiquiste de carbonate de calcium, est le constituant principal de la majorité des calcaires et marbres, mais aussi le composant essentiel du liant des mortiers à la chaux durcis.

De faible dureté (3 sur l'échelle de Mohs), elle a une solubilité très variable, de l'ordre de 14,3 mg/l à 25°C dans l'eau pure; celle-ci augmente d'une part fortement avec la pression partielle en CO<sub>2</sub> (1,3 g/l à 9°C et 777 mm de mercure de CO<sub>2</sub>) et la concentration en sels, d'autre part avec la baisse du pH (acidité) et enfin, ce qui est plus rare, avec la diminution de température. Certains ions en présence peuvent aussi modifier sa solubilité.

Sa dissolution peut s'exprimer ainsi (Bathurst, 1971)(16) :



Les principales observations du chapitre précédent concernant son altération sont toujours relatives à une dissolution, facilitée par des conditions particulières :

- calcaire poreux riche en ions "étrangers" au système  $\text{CO}_2 - \text{H}_2\text{O} - \text{CaCO}_3$  (sulfate de calcium, chlorure de sodium, etc.) pour la Pyramide de Khéops, mais aussi pour le calcaire du site n°12, la pierre de Caen et l'église Saint Roch de Montpellier;

- lessivage du ciment calcitique de la molasse de la galerie du Bourget, par des solutions d'acide sulfurique provenant de l'oxydation de pyrites;

- atmosphère saturée en humidité et en  $\text{CO}_2$  pour le calcaire et les mortiers des pyramides de Khéops et Meïdoum et du site n°17.

En effet, la dépendance de la calcite du système  $\text{CO}_2 - \text{H}_2\text{O}$  la rend particulièrement sensible à toute forme d'humidité et d'acidité.

De même, sa dissolution a été suivie dans quelques cas bien particuliers (pyramides égyptiennes, site n°17 et temple de Jerash) d'une précipitation en aragonite, variété de carbonate de calcium métastable sous conditions de température et pression ordinaires (voir fig.41 chapitre II.C.3.3.3). Cette transformation minéralogique - sous des conditions bien précises - illustre ainsi une "faiblesse" des matériaux calcaires soumis à de telles conditions de mise en oeuvre, qui prédisposent ces matériaux à s'altérer.

Il est d'autres cas où ce sont des précipitations de calcite qui ont été observées à l'intérieur de matériaux divers :

- recristallisation en sparite du ciment de calcaires "grainstones" (Pyramide de Khéops, pierre de Caen et Eglise Saint Roch de Montpellier);

- précipitation de calcite au sein des pores de grès de châteaux vosgiens (issue du mortier voisin);

- "prise" de tous les mortiers à la chaux, résultat de la transformation de la chaux en calcite après combinaison avec le  $\text{CO}_2$  atmosphérique;

- carbonatation des bétons (galerie du Bourget, barrage du Chambon);

- formation du "calcin" en surface de blocs calcaires fraîchement extraits de carrière : il s'agit en fait d'un mécanisme naturel, correspondant à une carbonatation en surface des blocs, provoquant leur durcissement après quelques mois de mise à l'air libre; l'origine provient de solutions interstitielles imprégnant les calcaires ("l'eau de carrière") qui précipitent à l'extérieur sous l'influence de l'évaporation ("laitance" des calcaires)(observation de carriers). Ce

mécanisme diffère quelque peu du calcin décrit dans les altérations superficielles de pierres calcaires en milieu urbain, véritable "patine" de suies, sulfates et carbonates, liée principalement au SO<sub>2</sub> atmosphérique (voir Mamillan et Bouineau, 1982).

Par ailleurs, l'utilisation de calcaires comme granulats à bétons est très satisfaisante en raison d'une excellente liaison avec la pâte de ciment (Lesage, 1982); les inconvénients sont une résistance mécanique en général inférieure à celle des granulats silicatés et, en présence de phases impures présentes dans la matrice calcaire (argiles, silice amorphe, etc.), une réaction avec les alcalins Na<sub>2</sub>O et K<sub>2</sub>O du liant (Le Roux, 1988).

La "dédolomitisation", qui affecte les granulats dolomitiques au sein d'un béton, a pour conséquences une formation de calcite et de brucite Mg(OH)<sub>2</sub> (les alcalins étant régénérés); selon Deloye (1988) : "cette réaction n'est pas délétère en soi, mais elle rend le béton plus sensible à des agressions éventuelles". Cet auteur cite le cas d'un ouvrage renfermant des granulats dolomitiques partiellement dédolomitisés en une quarantaine d'années, ce qui prouve le caractère rapide de cette transformation.

Ainsi, il est important de souligner que si la calcite est assez facilement dissoute, elle précipite également rapidement; ce minéral est donc caractérisé par une relative mobilité au sein des matériaux, en migrant facilement à l'intérieur sous la forme de bicarbonates Ca(HCO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> en solution. La conséquence de cette "mobilité" est une évolution dans le temps et l'espace de la qualité des liaisons entre minéraux au sein d'un matériau carbonaté, ce qui explique la durabilité "étonnante" dans le temps des calcaires en général, mais aussi leur dissolution accélérée lorsque certaines conditions se trouvent réunies (lessivage accentué combiné à des facteurs accélérant la dissolution de la calcite : sels, acidité, etc.).

Ce minéral, qui est donc relativement "fragile", serait à priori peu compatible avec les contraintes et agressions imposées à des matériaux de construction; cependant, l'usage montre d'une part une étonnante résistance vis-à-vis de l'altération dans certains cas et d'autre part, l'abondance des roches calcaires impose souvent leur utilisation, même s'il en résulte des inconvénients. L'optimisation de leur utilisation permettrait d'offrir un excellent matériau de construction, à la condition de suivre des règles strictes dans leur choix et leur emploi... pas toujours économiquement réalisables.

## 2.- LE QUARTZ ET LA SILICE

Le quartz, minéral ubiquiste par excellence, est classiquement considéré comme très résistant voire inaltérable : cette propriété est la conséquence d'une dureté élevée (7 sur l'échelle de Mohs) mais aussi d'une solubilité réduite (de 7 à 14 mg/l sous pression atmosphérique et à 25°C) (contre 120 mg/l à 25°C pour la silice amorphe) (Krauskopf, 1959).

Cependant, sa "faiblesse" vis-à-vis de l'altération provient de la solubilité qui peut varier sous certaines conditions; ainsi, il a été montré que la solubilité de la silice augmentait légèrement avec la température (Winkler, 1987) et fortement en milieu très basique, à partir d'un pH de 9 (Krauskopf, 1959). C'est sans doute pour cette raison que l'observation au MEB de grains de quartz issus d'un mortier à la chaux de l'Arc de Triomphe a révélé une surface fortement corrodée, "rongée" par le liant : ces marques de dissolution sont probablement en liaison avec la forte basicité de la chaux (photos 52 et 53, chapitre II.D.2.2.2). La rapidité avec laquelle cette réaction s'est produite (l'édifice est âgé de 150 ans environ) infirme cette notion "d'inaltérabilité" du quartz sur une aussi courte durée.

C'est également en raison de la basicité élevée, présente à l'intérieur des bétons, que certaines formes de silice ou de quartz mal cristallisés ne sont pas totalement "inertes" lorsqu'ils sont utilisés comme granulats; ainsi, des roches riches en silice "amorphe" (opales, silex, verres volcaniques), en silice cryptocristalline (calcédoine), en silice de haute température (tridymite et cristobalite) ou encore en quartz à extinction "roulante" (dont le réseau cristallin est déformé) réagissent avec les alcalins du ciment dans les réactions alcali-granulats.

Par ailleurs, des travaux ont suggéré que la présence de sels augmentait le taux de dissolution de la silice (Morris et Fletcher, 1987).

Ainsi, les grès et granites du site n°14', imprégnés de halite et soumis à une intense insolation, renferment des quartz totalement divisés et hachés en "pseudo-rhombôdres" par un réseau de microfissures, arrondies et recouvertes latéralement de fins dépôts de silice néoformée (fig.43, photos 48 et 49, chapitre II.C.3.4.1.a). La cause de cette combinaison de fractures et dissolutions sur des grains de quartz semble, en regard des nombreuses expérimentations existant sur le sujet, être la conséquence d'effets thermiques (variations de température), hydriques (humidifications répétées), chimiques (dissolutions par les solutions salines) et mécaniques (cristallisations salines).

### 3.- LES FELDSPATHS

Les ouvrages de génie-civil étudiés aux chapitres II.A et II.B (galerie du Bourget, barrage du Chambon) sont constitués de bétons riches en granulats feldspathiques. Dans les 2 cas, les feldspaths (potassiques et plagioclases) se sont avérés être très altérés (séricitisés), tandis qu'une réaction alcali-granulats était mise en évidence : il semblerait que c'est l'apport en ions alcalins  $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{K}_2\text{O}$  (mais aussi en silice ?) issus de l'hydrolyse des feldspaths qui aurait permis cette réaction, "autorisée" par le pH fortement basique du béton.

Il est donc important de souligner que ces réactions ont eu lieu en raison de l'état d'altération déjà avancé des feldspaths préalablement à leur mise en oeuvre, le béton n'étant pas en lui-même responsable de leur hydrolyse. Il est possible cependant que l'acide sulfurique libéré par l'oxydation des pyrites ait accentué leur hydrolyse et provoqué une libération supplémentaire d'ions alcalins; la cinétique de la séricitisation serait dans ce cas très rapide, contemporaine des ouvrages.

L'utilisation de granulats riches en feldspaths dans les bétons impose donc une extrême prudence, qui passe par le choix impératif de matériaux sains, non hydrolysés, afin de ne pas apporter d'ions alcalins supplémentaires susceptibles "d'alimenter" une réaction alcali-granulats.

#### 4.- LES MINERAUX ARGILEUX

La présence de minéraux argileux à l'intérieur de matériaux rocheux est souvent une conséquence de leur altération : les exemples du chapitre II.C.3.1 l'ont illustré à maintes reprises (argiles fibreuses, kaolinite, smectites). Cependant, ces argiles - quelle que soit leur origine - deviennent fréquemment une source de problèmes, dès qu'elles se trouvent à l'intérieur de matériaux mis en oeuvre.

Les conséquences d'un mélange au ciment (dans le cas de granulats mal lavés) peuvent être multiples, mais globalement néfastes pour un béton destiné à la construction (Lachaud et Salomon, 1984). En particulier, une trop grande quantité d'argiles n'est déjà pas favorable à une bonne adhérence du liant avec les granulats (Tourenq et Primel, 1980 ; Lesage, 1982), tout en nuisant de surcroît à la maniabilité du béton lors de sa mise en oeuvre, en raison des propriétés d'adsorption des argiles vis-à-vis de l'eau (Unikowski, 1982); par ailleurs, ces propriétés hydrophiles peuvent empêcher l'hydratation du ciment et, par gonflement, provoquer des fissurations (Lesage, 1982).

Les argiles peuvent également participer à des réactions de type pouzzolaniques (Unikowski, 1982 ; Lachaud et Salomon, 1984), c'est-à-dire réagir avec la chaux libre libérée par l'hydratation des silicates calciques du ciment (phases "C<sub>3</sub>S" et "C<sub>2</sub>S" des cimentiers) pour donner des composés stables ayant des propriétés hydrauliques (Venuat, 1969); seulement, selon Deloye (1989), lorsque les argiles se trouvent être des illites, ces réactions de type pouzzolaniques produisent des aluminates de calcium hydratés (tout en libérant potassium et silice, qui peuvent former un gel). Or ces aluminates, bien qu'ayant un rôle important dans les liaisons au sein du liant, sont très sensibles à l'action des sulfates et réagissent avec pour donner de l'ettringite (Regourd, 1982a ; Deloye, 1989). Enfin, la montmorillonite en particulier a été estimée responsable de l'apparition de phases métastables lors de l'hydratation du ciment (Unikowski, 1982).



Certaines argiles, en particulier du groupe 2/1 (au sens de Holtzapffel, 1985) sont également susceptibles, au même titre que les feldspaths, de libérer des ions alcalins par hydrolyse.

Une propriété importante des argiles est aussi leur aptitude au gonflement en présence d'eau, quel que soit le matériau dans lequel elles se trouvent.

Ainsi, de toutes les argiles, ce sont les chlorites "gonflantes" d'altération et surtout celles du groupe des smectites (montmorillonites en particulier) qui possèdent les propriétés hydrophiles les plus marquées. Ces dernières ont une capacité d'échange considérable (10 à 20 fois supérieure aux autres argiles), qui croît avec le pH (Caillère et al., 1982). Leurs réflexions au diffractogramme sont centrées sur 15 Å, tout en étant élargies de 12 à 19 Å, en raison des variations du nombre de couches d'eau et de la nature des ions interfoliaires (Holtzapffel, 1985); ce comportement très hydrophile provient des liaisons peu solides des feuillets, assurées par des cations et des molécules d'eau facilement échangeables au sein d'une couche interfoliaire de nature variable (cations mono ou divalents, 1 à 3 couches d'eau).

Le gonflement des montmorillonites peut développer des forces de poussées considérables, suffisantes pour entraîner la désagrégation de la plupart des roches et bétons. Ainsi, en laboratoire, des poussées de gonflement supérieures à 20 MPa ont été mesurées (Nicolas de Lamballerie, 1962 ; Espagne et al., 1990). Selon ces derniers auteurs, la pression de gonflement développée est une fonction croissante du degré de compaction des minéraux phylliteux expansifs, dont elle atteint environ le 1/10<sup>ème</sup>. Ainsi, ils considèrent que les smectites de paléaltération, plus compactes, ont un pouvoir gonflant plus élevé que celles de néoformation contemporaines de la mise en oeuvre.

Enfin, ces auteurs affirment que des proportions en montmorillonites de quelques % suffisent à entraîner la désagrégation granulaire de granites si l'eau arrive à imprégner le matériau dans sa masse, grâce à la micro-fissuration des minéraux. Baudracco (1978) a montré que le gonflement des montmorillonites en présence d'eau était proportionnel à leur quantité.

Par ailleurs, Mielenz et King (1955) ont montré que sous une charge de 0.017 MPa avec une retenue latérale, la montmorillonite s'expansait de 66 % en 33 jours de trempé dans l'eau.

## 5.- LES SELS

Les sels, quelque en soit la variété minéralogique, sont omniprésents au Moyen-Orient et, d'une manière plus générale, dans les pays côtiers au climat chaud et sec où ils imprègnent les sols, les fondations et les murs des édifices, à la suite d'apports essentiellement éoliens (voir chapitre II.C.3.2). Ils existent également en plus faibles quantités dans les pays tempérés, où leur origine est

variable : atmosphérique (embruns marins), lessivage de mortiers, sels routiers, etc.

L'analyse de l'altération des matériaux montre que les sels y jouent très souvent un rôle capital.

Les principales causes de dégradation qui en résultent sont les forces développées par la cristallisation des sels, regroupant en fait 2 mécanismes bien distincts : l'hydratation d'une part et la croissance cristalline d'autre part (Sperling et Cooke, 1985). De même, la forte dilatation thermique des sels a également été évoquée par Cooke et Smalley (1968) et Bell et Dearman (1988).

Les conséquences sont une désagrégation mécanique parfois importante des matériaux suite à l'augmentation de volume résultante, comme l'ont illustré précédemment les granites, grès et calcaires devenus pulvérulents.

Une propriété importante des sels est aussi leur effet cumulatif dans le temps à l'intérieur des matériaux rocheux (Goudie, 1986 ; Auger, 1988).

#### 5.1.- Le chlorure de sodium

Le chlorure de sodium est le sel le plus abondant des échantillons analysés; il a été identifié dans des matériaux très variés : calcaires, grès, granites, mortiers.

La principale caractéristique de ce sel est une solubilité très importante (360 g/l à 20°C), liée à une vitesse de dissolution élevée; il en résulte une capacité à migrer facilement dans les solutions en transit et à imprégner les matériaux par le jeu de leur porosité et des phénomènes de capillarité.

Le chlorure de sodium est responsable d'altérations physiques par éclatements, liées aux forces développées par sa cristallisation, mais il intervient surtout dans un grand nombre d'altérations chimiques : la solubilité de nombreux minéraux augmente à son contact en solution : calcite, gypse, quartz, etc.

La mise en contact de solutions chlorurées avec les bétons est également nuisible, en raison de leur réaction avec les ciments et les armatures métalliques des bétons "dépassivées" (Grandet, 1988).

Le chlorure de sodium est donc **extrêmement nocif** envers les matériaux de construction, les exemples précédents ayant montré que sa présence allait toujours de pair avec une altération très poussée des dits matériaux.

## 5.2.- Les sulfates de calcium

Le gypse  $\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$  et l'anhydrite  $\text{CaSO}_4$  sont les variétés de sulfate les plus représentées dans la nature; l'hémihydrate (ou bassanite)  $\text{CaSO}_4, 1/2\text{H}_2\text{O}$ , provenant de la déshydratation du gypse entre  $70^\circ\text{C}$  et  $100^\circ\text{C}$ , constitue, en mélange avec des grains d'anhydrite et de calcite, le "plâtre de Paris". Sa réhydratation en gypse, rapide, est responsable de la prise du plâtre.

De très faible dureté (2 sur l'échelle de Mohs), le gypse a une solubilité élevée, de l'ordre de 2 g/l à  $25^\circ\text{C}$ , qui varie peu avec la température (maximum vers  $40^\circ\text{C}$ ). L'anhydrite, plus dure (entre 3 et 3,5), est également un peu plus soluble. Cependant, la vitesse de dissolution du gypse est plus rapide que celle de l'anhydrite à des températures inférieures à  $70^\circ\text{C}$  (Blount et Dickson, 1973), mais elle dépend de la surface de l'échantillon et de la vitesse de renouvellement de l'eau à son contact (Robinet, 1990).

L'utilisation de matériaux de construction contenant du gypse (ou à proximité) nécessite d'être prudent quant à leur emploi, pour plusieurs raisons :

- résistance mécanique... faible;
- la combinaison d'une forte solubilité avec une vitesse de dissolution rapide en fait un matériau peu résistant à l'humidité; l'observation au MEB de mortiers au gypse sous-abri a révélé de nombreuses traces de dissolution, simplement dues à une hygrométrie élevée (Pyramide de khéops);
- sa dissolution aisée va de pair avec une capacité à recristalliser rapidement, parfois à distance, au risque de provoquer des gonflements au sein des matériaux "récepteurs", compte tenu de l'augmentation de volume résultante (molasse de la galerie du Bourget);
- la réaction des ions sulfates avec les aluminates de calcium (phase "C<sub>3</sub>A" des cimentiers) du ciment Portland hydraté des bétons (ou même dans certains cas avec des argiles : illites) provoque la cristallisation rapide d'ettringite, aux propriétés gonflantes; les observations précédentes (galerie du Bourget, barrage du Chambon) ont montré que de faibles quantités de gypse, issues de l'oxydation de pyrites (représentant moins de 1 % de l'ensemble des minéraux), étaient suffisantes pour provoquer d'importants désordres.

Il est à noter que ces restrictions dans l'emploi du gypse sont toutes mises en relation avec sa dissolution, qui doit ainsi toujours être évitée. Cette prudence doit également être de mise dans l'utilisation du plâtre dans la construction.

L'utilisation d'anhydrite impose sensiblement les mêmes remarques que celles formulées pour le gypse, en raison de son hydratation parfois rapide à l'état divisé. L'observation de grains d'anhydrite (millimétriques) à l'intérieur de mortiers antiques a permis

de distinguer 2 modalités dans le processus d'hydratation : soit de façon centripète, quand l'anhydrite est de type massive, soit le long de ses clivages quand ils existent. Son hydratation totale en gypse a souvent été observée (présence de "fantômes" d'anhydrite).

Il existe cependant quelques cas de moellons muraux ou même de galeries au sein de massifs d'anhydrite qui n'ont pas évolué après plusieurs dizaines d'années d'utilisation (mis à part une pellicule millimétrique de gypse en surface) (Sahores, 1962).

Le passage anhydrite-gypse engendre (en théorie) une augmentation de volume d'environ 38 %, à partir d'une anhydrite non imprégnée d'eau (Jauzein, 1974); ce gonflement peut donc provoquer d'importants dégâts au sein des matériaux.

Il est à noter enfin que la distinction du gypse au microscope polarisant n'est pas toujours aisée en raison de propriétés optiques voisines de celles du quartz; par sécurité, le recours à d'autres méthodes de détermination sera souvent indispensable (dureté, coloration à l'Alizarine en milieu fortement basique, MEB, microsonde de Castaing, etc.).

## 6.- LES PYRITES

Les pyrites  $FeS_2$ , sulfures de fer les plus courants, sont, au même titre que la calcite et le quartz, ubiquistes puisqu'elles existent dans la plupart des roches.

Souvent de petite taille (inframillimétriques), elles passent ainsi fréquemment inaperçues ou bien leur présence est simplement négligée compte tenu de leur rareté dans la roche...

Toutefois, plusieurs exemples d'évolutions de matériaux décrites précédemment sont en relation directe avec les pyrites (galerie du Bourget, barrage du Chambon). Leur propension à s'oxyder facilement et à libérer ainsi de l'acide sulfurique, dont la réaction avec la calcite ou la chaux engendre la cristallisation de gypse, interdit leur présence dans un matériau destiné à être mis en oeuvre, en raison des propriétés du gypse. Les observations précédentes tendent à prouver qu'il existe un seuil limite dans leur taille au-delà duquel elles ne s'oxydent plus : la limite dans l'exemple de la galerie du Bourget semble être entre 20 et 200  $\mu m$ ; pour le barrage du Chambon, les pyrites d'environ 100  $\mu m$  ne sont pas oxydées.

De même, ce sont les pyrites présentant le faciès framboïdal, d'une dizaine de  $\mu m$  de diamètre, qui paraissent les plus "réactives". La raison provient de leur surface spécifique, bien plus importante que pour les individus d'habitus cubique.

Les conditions favorables à leur oxydation semblent être la présence conjointe d'une source d'humidité et d'une atmosphère renouvelée. Les exemples précédents ont ainsi démontré qu'une teneur en pyrites (à l'intérieur d'une roche) inférieure à 1 % est suffisante pour

provoquer son éclatement suite à la néoformation de gypse résultant de l'oxydation.

Enfin, les observations précédentes rejoignent celles de nombreux auteurs, qui ont remarqué la présence fréquente de pyrites dans les granulats de bétons dégradés par une réaction alcali-granulats : une explication possible à ce constat - donnée en détail au chapitre II.A.3.3 - repose sur l'acide sulfurique libéré par l'oxydation des pyrites. Cet acide a été caractérisé par Farran (1950) et Baudracco (1978) comme très agressif vis-à-vis des silicates (feldspaths, micas), dont l'hydrolyse produit entre autres oxydes  $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{K}_2\text{O}$ , qui interviennent directement dans les réactions avec la silice dans les liants.

## B] LES FACTEURS RESPONSABLES DE L'ALTERATION

### 1.- RECENSEMENT DES DIFFERENTS FACTEURS

#### 1.1.- Les facteurs d'altération liés à la mise en oeuvre

Les principales évolutions minéralogiques recensées au chapitre II ont toutes été conditionnées, au départ, soit par la nouvelle position du matériau dans l'édifice, soit par son exploitation proprement dite.

Le changement de milieu, donc d'environnement, imposé à une roche mise en oeuvre est ainsi une de ses principales causes d'altération, en raison du bouleversement de la plupart des équilibres chimiques qui assuraient la conservation de ses minéraux (pH, eH, température, etc.). Les exemples précédents montrent que les processus de l'altération sont généralement identiques à ceux déjà connus dans la nature (néoformations et dissolutions diverses, fissurations, etc.), seules les vitesses d'évolution pouvant être accélérées en raison d'une position défavorable du matériau au sein de l'édifice : cette position dans l'ouvrage est primordiale car elle conditionne son exposition aux agents de l'altération et à leurs agressions, au même titre que sur un affleurement rocheux naturel. Ainsi, de nouvelles contraintes vont affecter le matériau sorti de son milieu naturel : lessivage, confinement, charge géomécanique, insolation, gel, remontées capillaires depuis le sol, etc. Le cas de l'enfouissement de matériaux préalablement mis en oeuvre confère à ces derniers une altérabilité potentielle qui s'exprimera si ces matériaux se retrouvent déterrés.

Outre les contraintes citées ci-dessus, le cas des granulats à béton est encore plus critique; en effet, les "paramètres" de l'altération, comme le degré d'imbibition par l'eau et l'aération, c'est-à-dire les échanges liquides et gazeux entre la roche et le milieu extérieur, sont modifiés de façon radicale : la roche se retrouve dans un milieu confiné, humide, fortement basique et de surcroît soumis à des contraintes. Cependant, malgré la complexité des réactions liant-granulats, les caractères physico-chimiques des processus d'altération ne sont pas modifiés fondamentalement par l'incorporation au béton.

### 1.1.1.- L'action de l'eau

Les mouvements de l'eau régissent la dynamique des solutions, véritables "moteurs" des échanges d'ions, donc du pH, du potentiel d'oxydo-réduction mais aussi des dissolutions, de l'hydrolyse et des précipitations.

Selon Millot (1964), il est nécessaire de coupler lessivage et soustraction ionique, ainsi que confinement et addition ionique : c'est l'intensité du lessivage ou du confinement qui régit l'acidité ou la basicité du milieu (pH) et par conséquent les modalités de l'altération des minéraux.

L'eau a rendu possible, sous différentes formes, la plupart des évolutions minéralogiques observées précédemment, soit :

- par de simples variations d'humidité dans un système pouvant être confiné (hydratation de l'anhydrite en gypse, dissolution de la calcite, transformation de la calcite en aragonite, néoformation des argiles fibreuses et des smectites, dissolution sur la surface des quartz, dissolution et précipitation des sels);

- par une imbibition partielle ou complète (oxydation de pyrites, alcali-réaction, néoformation d'ettringite, remontées capillaires de sels);

- par un lessivage (néoformation de kaolinite, dissolutions et précipitations de calcite).

Différents types de réactions apparaissent, antagonistes quant à leurs effets sur les minéraux : d'une part la dissolution, l'oxydation, l'hydrolyse, "dégradants", d'autre part, l'hydratation et la précipitation, "aggradants" (au sens de Millot, 1964).

Le nombre élevé de cas d'évolutions de minéraux associé à des variations d'humidité (humidification-séchage) est par ailleurs révélateur des conséquences néfastes de ce type d'action sur l'altération des roches. Cette conclusion, conforme à Javey (1972), complète Tardy (1969), pour qui la concentration des solutions est le facteur fondamental de l'altération chimique, en particulier de l'hydrolyse des minéraux : les variations d'humidité constituent un facteur dominant dans l'altération physico-chimique des matériaux rocheux.

### 1.1.2.- L'aération

Le potentiel d'oxydo-réduction (ou eH) d'un milieu est conditionné par la concentration en oxygène de l'air ambiant, qui impose l'oxydation ou la réduction des éléments.

Ainsi, les réactions d'oxydation de minéraux (pyrites essentiellement) ou au contraire de carbonatation (chaux) ne sont rendues possibles que par un renouvellement de l'air ambiant, nécessaire pour apporter respectivement l'oxygène ou le dioxyde de carbone aux comburants.

Dans le cas de la molasse de la galerie du Bourget, cette aération a été rendue possible par les travaux de percement et par l'exploitation de l'ouvrage; dans d'autres cas, c'est l'extraction, la taille des matériaux ou encore leur position "aérienne" dans l'édifice (non enfoui) qui provoquera leur aération. Ainsi, la dissolution superficielle de quartz du mortier des fondations de l'Arc de Triomphe a vraisemblablement été rendue possible par la très lente carbonatation de la chaux, enfouie, qui a ainsi maintenu un pH élevé de façon durable et suffisante pour que la silice puisse se dissoudre.

Une autre forme d'altération dépendante des échanges gazeux est la dissolution-précipitation des carbonates de calcium. En effet, la calcite appartenant au système  $\text{CaCO}_3 - \text{CO}_2 - \text{H}_2\text{O}$ , la pression partielle en  $\text{CO}_2$  conditionne sa solubilité (Kern et Weisbrod, 1964 ; Al-Droubi et al., 1978a). Ainsi, plusieurs cas de dissolution de calcite, mis en relation avec une atmosphère confinée, saturée en humidité et en  $\text{CO}_2$  (d'un sol ou d'une cavité souterraine), ont par ailleurs été suivis d'une précipitation en aragonite après "aération" de ces matériaux (voir chapitre II.C.3.3.3).

Un fait important enfin est de souligner la dépendance de l'aération d'un matériau avec sa porosité, qui conditionne l'efficacité des échanges gazeux.

### 1.1.3.- La température

Ce facteur d'altération n'est pas obligatoirement lié à la mise en oeuvre, bien que souvent dépendant (insolation, gel) et son action est très importante sur les mécanismes d'altération des minéraux. L'action du gel a volontairement été écartée de cette étude, ce facteur d'altération agissant de façon purement mécanique sur la dégradation des matériaux, essentiellement en fonction de leur porosité.

Une élévation de température augmente l'agitation thermique et ainsi accélère les migrations d'ions en solution (donc les hydrolyses), accroît la solubilité de la plupart des minéraux (sauf la calcite), entraîne des dilatations volumétriques de la plupart des gaz, liquides ou solides et surtout évapore les solutions : la conséquence est une concentration d'ions, qui précipitent sous forme de sels.

Plusieurs formes d'altération décrites précédemment sont en relation avec une température élevée :

- la micro-fissuration des quartz des grès et granites des sites n°9 et 14 (combinaison d'effets thermiques (variations de température), hydriques (humidifications répétées), chimiques (dissolutions par les sels) et mécaniques (cristallisations salines));

- la transformation de la calcite en aragonite (combinaison de variations d'humidité et de la pression partielle en CO<sub>2</sub>, d'ions, de la température et de l'action de micro-organismes);

- l'oxydation des pyrites est favorisée par une température élevée (Gratan-Bellew et Eden, 1975; Nicholson et al., 1988);

- la concentration des solutions salines est également régie par la température (évaporation, dissolution, cristallisation, etc.).

Il est à noter cependant que la force d'hydratation du gypse augmente avec la baisse de température (Winkler et Wilhelm, 1970). Par ailleurs, des amorces de transformation en héli-hydrate (bassanite) de formations gypseuses, sous climats chauds et secs ont déjà été observée (Bromblet, 1989).

#### 1.1.4.- Le pH

Le pH, comme il a été dit ci-dessus, dépend de la dynamique des solutions chargées d'ions : un milieu lessivant est généralement acide, tandis qu'un milieu confiné est plutôt basique, en raison de l'abondance des bases fortes et des acides faibles dans la nature (Millot, 1964).

Il conditionne de nombreux équilibres chimiques, notamment le potentiel d'oxydo-réduction mais aussi les constantes de dissolution des minéraux.

Sa diminution vers l'acidité favorise la dissolution des carbonates de calcium, l'hydrolyse des silicates mais aussi l'oxydation des pyrites; les altérations observées dans les grès de châteaux vosgiens (migrations de fer et de calcite, néoformation de kaolinite) sont toutes dépendantes du pH acide des eaux de pluies (inférieur à 4). Enfin, selon Baudracco (1978), les entraînements de matière en milieu sulfurique ne sont importants qu'en deçà de pH = 3.

Selon ce même auteur, son augmentation vers la basicité a très peu d'effets sur l'hydrolyse des minéraux, sauf sur la dissolution de la silice qui est facilitée (au-delà de pH = 9, Krauskopf (1959)) tandis que les carbonates sont "conservés".

Ainsi, le pH régnant à l'intérieur d'un béton est supérieur à 12,5, en raison de la chaux libérée par l'hydratation du ciment Portland. Cette basicité, exceptionnelle dans la nature, est donc agressive vis-à-vis de certaines formes de silice tandis qu'elle protège les armatures métalliques de l'oxydation (Grandet, 1988).

#### 1.1.5.- Les combinaisons de minéraux

La mise en oeuvre voisine de matériaux de natures différentes peut être dans certains cas une source d'altérations, suite à des "incompatibilités de voisinage" entre phases minéralogiques. Il s'agit généralement de la mise en solution d'ions variés véhiculés par les solutions capillaires et qui réagiront ensemble, ou bien des oppositions de potentiel d'oxydo-réduction, de pH...



Ces combinaisons "néfastes" pour l'utilisation sont plus fréquentes avec les granulats à l'intérieur d'un béton que des moellons dans un mur (libération de sels par des joints en mortier).

Ainsi, des exemples de mauvaise combinaison ont été fournis par la cristallisation d'ettringite dans la galerie du Bourget et le barrage du Chambon, conséquence de la réaction des sulfates de calcium avec les aluminates de calcium des bétons; de la même façon, la réaction alcali-granulats est la conséquence de l'incompatibilité qui règne entre certains silicates et certains liants.

#### 1.1.6.- La charge géomécanique

Ce facteur possible de dégradation par voie mécanique n'a pas été incriminé dans les altérations observées, les pressions supportées ne dépassant jamais quelques dixièmes de MPa. Cependant, une exception concerne les bétons du barrage du Chambon, lesquels supportent à la base une pression colossale, due à la masse de l'ouvrage (barrage poids); en outre, des mesures de contraintes à l'intérieur du béton ont révélé des pressions élevées (jusqu'à 8 MPa), en particulier dans la partie supérieure de l'ouvrage, siège des déformations maximales (Millet et al., 1985).

Pérami (1971) a montré que la micro-fissuration naturelle d'une roche pouvait augmenter très fortement sous contraintes mécaniques ou thermiques. Cette augmentation de la micro-fissuration augmente donc la surface de contact des minéraux avec les solutions et peut ainsi faciliter leur dissolution voire même leur hydrolyse. Cependant, Baudracco (1978) a montré que la perméabilité d'une roche micro-fissurée diminuait lorsqu'elle était comprimée. Par ailleurs, Espagne et al. (1990) ont montré que la pression de gonflement des smectites augmentait de 5 à 15 MPa lorsque leur pression de compactage passait de 50 à 200 MPa.

L'incidence de pressions interstitielles élevées sur l'altération chimique proprement dite des minéraux demeure inconnue; par référence à certaines roches sédimentaires ayant supporté des contraintes de compression élevées, durant leur diagenèse, les effets prévisibles - à très long terme - seraient une dissolution sous pression des minéraux en contact et des précipitations secondaires de ciments, avec une occultation de la porosité (à l'image de certains grès par exemple).

#### 1.1.7.- Les micro-organismes

La participation des micro-organismes (algues, champignons, bactéries, etc.) à l'altération des roches en oeuvre a été démontré par de nombreux auteurs (Kauffmann, 1960 ; Pochon, 1968 ; Jatou, 1971 ; Holdom et Smith, 1977 ; Jeanson, 1978 ; Koestler et al., 1985 ; Arnould, 1988, etc.), notamment dans leur participation aux processus de sulfatation et de nitrification. Ces micro-organismes ne sont pas exclusifs aux matériaux de construction, mais certaines conditions de

mise en oeuvre favorisent leur présence à l'intérieur (humidité, enfouissement, végétation, pollution atmosphérique, etc.).

Des filaments, probablement mycéliens, ont été observés à l'intérieur des calcaires de Caen (photo 58) sans que leur rôle dans l'altération ait pu être établi.

Leur intervention a été invoquée à 2 reprises - par référence à la bibliographie - parmi les évolutions minéralogiques décrites au chapitre II. Il s'agit de l'oxydation des pyrites (processus renforcé par une action bactérienne (Thiobacillus ferroxidans notamment)) et de la néoformation d'aragonite dans les matériaux carbonatés enfouis ou confinés.

## 1.2.- Les facteurs d'altération intrinsèques aux matériaux

### 1.2.1.- La structure des matériaux

La structure pétrographique d'une roche (ou agencement des minéraux) conditionne l'importance et la répartition des vides à l'intérieur, qui régissent eux-mêmes l'action des facteurs de l'altération au sein des matériaux (eau, gaz, sels, etc.).

Ainsi, la morphologie de la structure des vides dépend de la compacité de l'arrangement des minéraux, de leur taille, de la fissuration et est représentée globalement par la porosité, ou volume total des vides internes.

Trois critères sont nécessaires pour qualifier la porosité :

- le volume total des vides (en pourcentage);
- la taille moyenne des pores (micro ou macro-porosité);
- la communication entre les pores (ou perméabilité).

Ce sont les différentes combinaisons possibles de ces paramètres qui régissent la forme d'altération dominante à l'intérieur d'un matériau, en permettant la pénétration des fluides (eau, oxygène, CO<sub>2</sub>) : oxydation, dissolution, hydrolyse, cristallisation de sels, etc.

Selon Iniguez-Herrero (1967), la dimension des pores est plus importante que le volume total de ceux-ci. Pour Mamillan et Bouineau (1982), les matériaux présentant de nombreux pores fins sont les moins résistants aux altérations. Ainsi, une importante micro-porosité de type communicante (pores très fins) représente une combinaison néfaste car elle permet l'absorption de solutions aqueuses par capillarité. Les conséquences sont variables et dépendent de la nature du matériau mais surtout de la solution absorbée : variations dilatométriques par hydratation d'argiles (Hamès et al., 1987), éclatements dus au gel et, s'il s'agit de solutions salines, dissolutions et gonflements par les sels; ceux-ci ont en effet tendance à cristalliser dans les espaces les plus confinés, par ce mécanisme de capillarité (Bromblet, 1989). L'influence d'une porosité "critique" dans les processus de gélifraction a été montrée par Lautridou et Ozouf (1987).

Selon Mamillan et Bouineau (1982), Gauri et al. (1988), les pierres poreuses les plus durables (vis-à-vis des cristallisations salines) sont celles qui ont beaucoup de pores de grosse taille, non resserrés aux extrémités et peu de capillaires étroits; cette morphologie n'oppose pas de résistance à la circulation des solutions, en particulier salines, ce qui évite les éclatements mécaniques consécutifs à une dilatation des solutions "emprisonnées" dans des pores trop fins : une pierre doit "respirer" pour durer. Par ailleurs, il est devenu courant, dans les bétons soumis à des températures très basses, de mélanger au ciment des adjuvants "entraîneurs d'air", qui ont la propriété de provoquer la formation d'une multitude de bulles d'air à l'intérieur du liant : l'intérêt de cette porosité imposée est qu'elle absorbe l'eau chassée dans les capillaires lors de la progression du front de gel et lui offre ainsi un volume suffisant pour geler sans provoquer l'éclatement du béton (Pigeon, 1988). Cette technique paradoxale démontre le rôle bénéfique d'une porosité importante dans certains cas, lorsqu'il existe déjà une porosité capillaire, très difficile à éviter...

Le critère de porosité apparaît donc fondamental dans la prévision de l'altérabilité d'une roche et semble dans certaines conditions être plus important que la nature pétrographique proprement dite.

Ainsi, la règle de Viollet-le-Duc d'usage en maçonnerie, qui préconise un emploi très précis des pierres dans un édifice en fonction de leur "dureté", a été redéfinie par Mamillan (1985) qui remplace "dureté" par "résistance à des cycles gel-dégel", qualité conditionnée essentiellement par la porosité; il conseille également de ne pas associer des pierres de porosités différentes afin d'éviter des saturations locales en eau. La même recommandation s'applique aux mortiers afin de ne pas retenir des solutions en transit à leur niveau (ceux-ci doivent en outre être d'une qualité voisine de celle des pierres qu'ils assemblent afin de ne pas libérer de sels (Jeannette, 1980)).

Les observations du chapitre II montrent que les matériaux dans lesquels les évolutions minéralogiques sont les plus spectaculaires (transformation calcite - aragonite, fissurations de quartz, calcaires pulvérulents...) sont ceux présentant la plus forte porosité absolue (supérieure à 20 % de vides); les porosités de type communicantes conférant une perméabilité moyenne sont favorables à la pénétration de fluides et privilégient ainsi les altérations "mécaniques" par les cristallisations de sels piégés (éclatements, dissolutions) mais aussi les altérations "chimiques" (hydrolyses, transformation calcite - aragonite...), en raison d'un temps de contact des fluides agressifs plus long avec les minéraux.

Il conviendrait cependant de quantifier avec précision ces seuils de porosité et de perméabilité critiques (taille des pores plutôt que volume total, communication, proportion) fixant entre autres la limite des phénomènes de capillarité, afin d'établir des règles d'utilisation plus concrètes.

Un autre paramètre conditionnant l'altération est la taille des minéraux. Les exemples précédents ont ainsi démontré la réactivité chimique plus prononcée des espèces minéralogiques de petite taille : les cas d'évolutions de matériaux en rapport avec une oxydation de pyrites (galerie du Bourget, barrage du Chambon) ont montré que seuls les individus inférieurs à une centaine de  $\mu\text{m}$  étaient oxydés, en raison d'une surface spécifique plus importante qui a déterminé la rapidité de l'oxydation. Cependant, les roches les plus fines ne sont pas toujours les moins résistantes à l'altération, les granites porphyroïdes étudiés précédemment (site n°14', châteaux vosgiens) étant tous très dégradés : leurs minéraux très altérés se déchaussent aisément, entraînant ainsi une perte de cohésion de la roche, à l'instar de certains calcaires "grainstones" (pierre de Caen, église Saint Roch de Montpellier, etc.) dans lesquels la dissolution des ciments est responsable de leur désagrégation.

Ainsi, les roches composées de minéraux de taille importante s'altèrent paradoxalement plus facilement que les roches à grains fins, bien que ces derniers soient potentiellement plus réactifs; l'altération plus poussée des grands minéraux peut être due à des clivages plus importants qui facilitent leur hydrolyse mais aussi à des surfaces spécifiques plus faibles, qui diminuent d'autant leurs surfaces de contacts inter-minérales et donc la qualité de leurs liaisons.

### 1.2.2.- Composition minéralogique

Les exemples précédents ont montré que la nature des minéraux conditionnait également les caractéristiques physiques et chimiques des matériaux; le comportement des principaux minéraux et matériaux étudiés vis-à-vis de l'altération est abordé au chapitre III.A.

## 2.- RECHERCHE DES ASSOCIATIONS DE FACTEURS RESPONSABLES

### 2.1.- Approche envisagée

Les différents cas d'évolutions de matériaux recensés précédemment ont mis en évidence un certain nombre de facteurs responsables, parfois faciles à identifier (exemple de l'humidité, cause de l'hydratation de l'anhydrite en gypse), mais aussi parfois plus difficiles à cerner (exemple des néoformations d'aragonite, attribuées à la fois à une température élevée, à une pression partielle en  $\text{CO}_2$  importante, à la présence de certains ions, etc.); il apparaît ainsi évident que dans ce cas, ce n'est pas un facteur isolé qui est responsable mais une association (ou conjonction) et la "part" de responsabilité de chacun n'est pas toujours quantifiable.

Il est donc apparu intéressant, compte-tenu du nombre important d'échantillons étudiés (plus de 110), d'utiliser cette quantité comme une "banque de données", dans laquelle seraient représentés la plupart des matériaux, des environnements, des âges et des évolutions minéralogiques; ce principe permettrait ensuite d'établir des comparaisons et, par retranchements, d'identifier quelques associations de facteurs liés à la mise en oeuvre et, d'une manière générale, à l'environnement, responsables des évolutions de matériaux.

## 2.2.- Constitution d'une banque de données

Ainsi, la première démarche a été de trouver un moyen de définir chaque échantillon d'un point de vue strictement pétrographique et environnemental, de façon simple et objective, afin de pouvoir appliquer un schéma de description reproductible à chacun d'entre eux. Il s'est donc avéré qu'une "fiche type" de caractérisation par échantillon permettait de prendre en compte rapidement un grand nombre d'observations et surtout de les comparer ensuite entre elles. Cependant, l'établissement d'un schéma type de description, susceptible de prendre en compte tout matériau situé dans n'importe quel environnement a nécessité une importante synthèse des évolutions minéralogiques préalablement observées... Un modèle de fiche est donné en annexe 1.

Le meilleur moyen de traiter un grand nombre d'échantillons (ou de fiches) est d'utiliser une base de données informatique, en raison d'une souplesse d'utilisation incomparablement supérieure à un fichier "manuel". Pour cela, il a été décidé d'utiliser le logiciel dBASE III Plus d'Ashton-Tate, qui présente entre autres avantages, la possibilité de définir exactement le modèle de fiche mais surtout de pouvoir choisir et programmer toutes les opérations à effectuer sur ces fiches. Un logiciel nommé STEPH, composé de 5 programmes distincts pilotés par un programme menu a été écrit sous dBASE, afin de simplifier au maximum les tâches suivantes :

- entrée des données (= remplissage d'une fiche par échantillon);
- consultation d'une fiche;
- corrections éventuelles (= modifications de valeurs ou caractéristiques, ajout ou effacement d'une fiche, etc.);
- choix des caractéristiques à retenir et tri automatique des échantillons concernés.

## 2.3.- Consultation de la banque de données

### 2.3.1.- Sélection des caractères

Un certain nombre de caractères significatifs de l'état d'altération et de l'environnement des matériaux "fichés" ont été sélectionnés :

- degré d'altération (1 à 5);

- dureté (1 à 5);
- porosité totale (%);
- exposition du matériau (exposé/sous-abri/enfoui);
- humidité générale régnante (sec/humide/saturé);
- température moyenne ( $t < 10^{\circ}\text{C}$ ,  $10^{\circ}\text{C} < t < 30^{\circ}\text{C}$ ,  $t > 30^{\circ}\text{C}$ );
- âge de mise en oeuvre.

La caractéristique choisie pour qualifier le vieillissement d'un matériau est le "degré d'altération", à partir d'une échelle comportant 5 degrés :

- degré 1 : matériau totalement sain, au mieux identique au faciès de carrière non altéré (s'il en existe un);
- degré 2 : matériau sain (moins de 10 % des minéraux présentent des signes d'altération contemporaine à la mise en oeuvre, aucune perte de cohésion sensible);
- degré 3 : matériau passablement altéré (moins de 30 % de minéraux altérés, légère perte de cohésion);
- degré 4 : matériau très altéré (moins de 60 % de minéraux altérés, perte sensible de la cohésion);
- degré 5 : matériau "pourri", devenu poreux, perdant toute cohésion (plus de 90 % des minéraux sont altérés).

Ce critère d'évaluation est malgré tout scientifiquement critiquable car il laisse une part de subjectivité dans l'appréciation de l'altération de certains minéraux, cette évaluation n'étant pas reproductible comme une norme; cependant, dans la mesure où je suis le seul opérateur à avoir agi, l'appréciation est constante. Par ailleurs, cette échelle n'a pour seul but que de résumer une tendance, en représentant l'altération globale d'un échantillon compte tenu de sa dureté, de sa porosité, des contacts entre minéraux, des dissolutions, des néoformations, des fissurations, etc. Elle permet ainsi une comparaison entre des matériaux de nature différente, l'altération d'un granite n'étant pas la même que celle d'un calcaire par exemple (même si les 2 roches sont globalement "pourries"). L'idéal aurait été l'attribution "automatique" d'une note d'altération par le logiciel STEPH pour chaque fiche (à partir d'un barème préétabli); cette idée a vite été écartée, un programme informatique ne pouvant remplacer sur cet objectif "l'oeil exercé" du pétrographe... (limite de la méthode).

Ainsi, cette estimation de altération est semi-quantitative, ce qui permet de la traiter comme une variable ordonnée qui peut prendre différents états (ou modalités : 1 à 5).

Une estimation de la dureté aurait aussi pu être faite, la difficulté étant de définir une mesure qui soit reproductible à l'ensemble des matériaux; ce pourrait être pour des matériaux homogènes la profondeur d'une rayure ou pour des matériaux hétérogènes une résistance à la compression, le tout pratiqué dans des conditions expérimentales bien précises...

Par ailleurs, les caractéristiques propres à caractériser l'environnement (humidité, exposition, température et âge) sont des variables qualitatives, de type explicatives.

Un programme de tri a ensuite permis de dénombrer les échantillons concernés par les croisements de ces variables explicatives et ordonnées, afin de constituer des tableaux dits de contingence, ou "tris croisés multiples" (De Lagarde, 1983) : ceux-ci recensent dans chacune de leurs cases le nombre d'échantillons concernés par les 2 modalités croisées (voir annexe 2).

L'effectif total est de 112 échantillons.

### 2.3.2.- Traitement par analyse factorielle des correspondances des combinaisons de caractères

Ces différentes combinaisons (ou croisements) stockées dans les tableaux de contingence nécessitent l'emploi d'une méthode statistique pour leur dépouillement. Pour cela, l'analyse factorielle des correspondances (ou AFC) a été retenue, car elle se prête très bien à l'analyse des tableaux de contingence croisant des variables qualitatives, dont elle est essentiellement un mode de représentation graphique (De Lagarde, 1983); elle vise à rassembler en un graphe la correspondance entre les caractères, en recherchant les axes de plus forte inertie (ou de variance) du nuage de points. Son avantage enfin par rapport à d'autres méthodes (analyse en composantes principales surtout) est de pondérer les colonnes par leur poids et ainsi de moins "pénaliser" les individus peu nombreux. L'outil utilisé pour ce traitement mathématique est le logiciel BIOMECO version 3.7, écrit et distribué gratuitement par le groupe Biométrie du CNRS de Montpellier.

La représentation graphique par BIOMECO des nuages de points n'admet que 4 lettres pour les variables et impose ainsi le codage suivant :

- calcaire : calc

- granite : gran

- grès : gres

- mortiers : | chx (=à la chaux)  
                  |  
                  | gyp (=au gypse)

- degré d'altération (1 à 5) : deg1 à deg5

- porosité : | po<5 (=porosité inférieure à 5%)  
                  | <po< (=porosité comprise entre 5 et 20 %)  
                  | p>20 (=porosité supérieure à 20%)  
  
                  | sec (=sec)

- humidité : |humi (=humide)  
|satu (=saturé en humidité)
- exposition : |enfo (=enfoui)  
|abri (=sous abri)  
|expo (=exposé aux intempéries)
- température : |t<10 (=température inférieure à 10°C)  
|<t< (=température comprise entre 10 et 30°C)  
|t>30 (=température supérieure à 30°C)
- âge de mise en oeuvre : |ag<1 (=âge inférieur à 1000 ans)  
|<ag< (=âge entre 1000 et 3000 ans)  
|ag>3 (=âge supérieur à 3000 ans)

a) *Combinaison du degré d'altération avec l'environnement et l'âge de mise en oeuvre*

La première analyse a porté sur un tableau de contingence multiple (voir annexe 2) croisant le degré d'altération avec toutes les variables de l'environnement (exposition, humidité, température et aussi âge de mise en oeuvre)(fig.55).

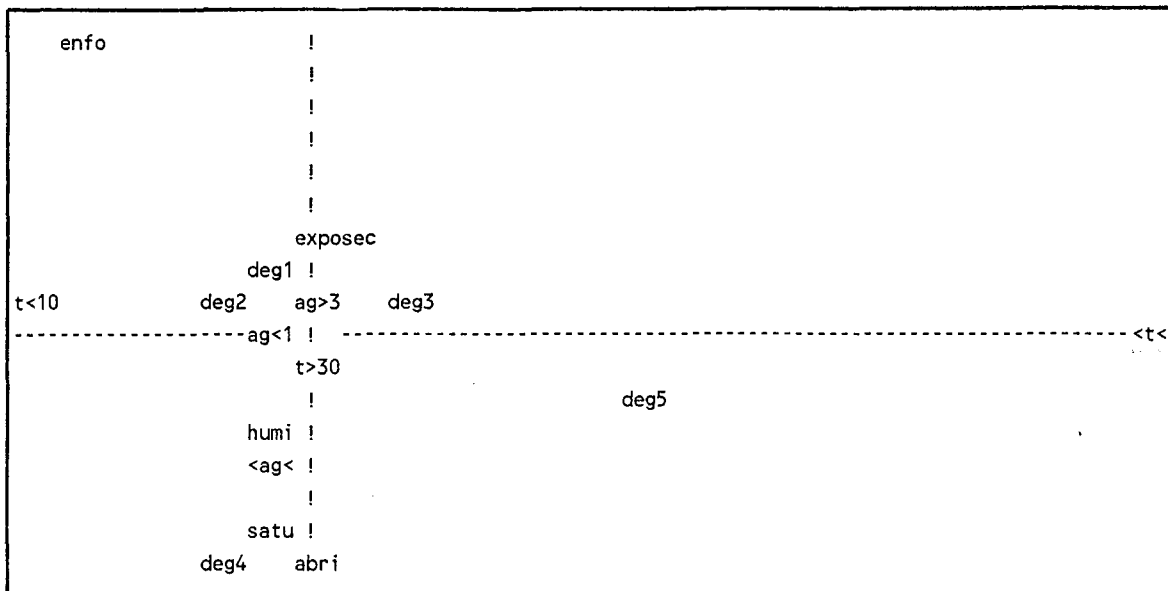


Fig.55.- Graphe par analyse factorielle des correspondances (=AFC) de la combinaison du degré d'altération avec l'environnement et l'âge de mise en oeuvre.

Une première constatation est que les nuages de points de chaque tableau sont globalement centrés sur l'origine, point neutre qui représente l'indépendance complète des 2 caractères : degré d'altération et environnement. A partir de là, l'éloignement d'un point dans une direction donnée indique une tendance tandis que la proximité entre 2 points a un sens qui révèle une corrélacion. Ainsi, la disposition des "deg1", "deg2", "deg3" et "deg5" le long de l'axe horizontal signifie que celui-ci représente grossièrement le degré d'altération, tandis que l'axe vertical figure l'exposition, l'humidité, la température et l'âge.



Ainsi, la position de "deg4" et à fortiori de "deg5" dans la partie inférieure du graphe signifie que celle-ci concerne les matériaux altérés (le passage entre "deg1-deg2-deg3" et "deg4-deg5" est très significatif).

Cette première orientation établie, il est alors intéressant de constater que l'éloignement du point "deg4" de l'axe horizontal exprime la tendance d'une forte altération, corrélée aux variables de l'environnement "abri" (=position sous-abri) et "satu" (atmosphère saturée en humidité) : cette association de conditions serait donc néfaste sur l'ensemble des matériaux étudiés, issus de pays à climat sub-aride dans leur majorité. A l'opposé, un autre regroupement de caractères, "expo" et "sec", est associé aux faibles degrés d'altération, en particulier "deg1" qui est le plus proche : cette association de facteurs serait donc la plus anodine sur l'altération d'un matériau, quelqu'en soit la durée puisque "ag>3" se trouve à côté.

Entre ces 2 pôles se situe une humidité moyenne associée à un âge moyen... Apparemment, ce caractère n'a pas l'influence qu'il était prévisible de trouver puisque les 2 extrêmes "ag<1" et "ag>3" sont côte-à-côte : cette tendance est vraisemblablement liée à l'âge très élevé de la plupart des matériaux étudiés, dont un grand nombre issus de pays arides étaient moins altérés que ceux issus de matériaux plus récents (châteaux vosgiens, pierre de Caen, etc.). Cela peut signifier aussi que le temps ne fait que révéler la nature d'un matériau : un matériau "de mauvaise qualité" s'altérera dans tous les cas alors qu'un autre résistera à l'action du temps quoiqu'il arrive... Cette caricature tendrait ainsi à prouver que parmi les facteurs d'altération précédemment évoqués (chapitre III.B), les facteurs qualifiés d'intrinsèques jouent un rôle plus important dans l'altération que les facteurs externes liés à la mise en oeuvre... ce que tend à prouver la position intermédiaire de "deg5", à distance égale de conditions totalement opposées, telles que "expo", "sec", "humi", "satu" ou "abri" : ceci provient du fait que les matériaux les plus dégradés sont parfois de milieux très variés même si leur altération est liée à des mécanismes d'origine différente. L'action du temps est détaillée au chapitre III.B.2.3.2.c.

La position de "t<10" du côté des faibles degrés d'altération indique une corrélation entre ces 2 tendances, de même que l'éloignement extrême de "t<" à proximité de "deg5"; cependant, une réserve est à émettre sur la très forte contribution du point "t<", compte-tenu du faible nombre d'échantillons de ce type de climat (voir annexe 2). L'opposition entre les points "t<" et "t<10" peut néanmoins signifier 2 tendances différentes dans l'altération séparées par un seuil de température. Par ailleurs, la position intermédiaire de "t>30" - sous l'axe horizontal - serait associée à des altérations déjà importantes même sous faible humidité, mais peut aussi signifier que la température joue un rôle beaucoup moins important que l'humidité dans l'altération.

Enfin, l'isolement du point "enfo" (matériau enterré), "rejeté" du côté des faibles altérations (comme "t<10"), signifie d'une part son indépendance vis-à-vis des autres types de mise en oeuvre - plus "classiques" - mais aussi le faible impact de l'altération sur un matériau enterré (qui retrouve ainsi des conditions environnantes voisines de celles du milieu naturel); il faut signaler cependant le faible poids de cette variable, dû au fait que des matériaux enfouis et secondairement dégagés ont été classés comme "abri" ou "expo" compte-tenu de leur position actuelle, alors que c'est le fait de les avoir déterrés qui a engendré leur altération (néoformations d'aragonite par exemple).

*b) Combinaison du degré d'altération avec l'exposition*

Afin d'affiner les tendances aperçues précédemment, l'exposition est croisée avec le degré d'altération (fig.56). Le tableau de contingence se trouve en annexe 2.

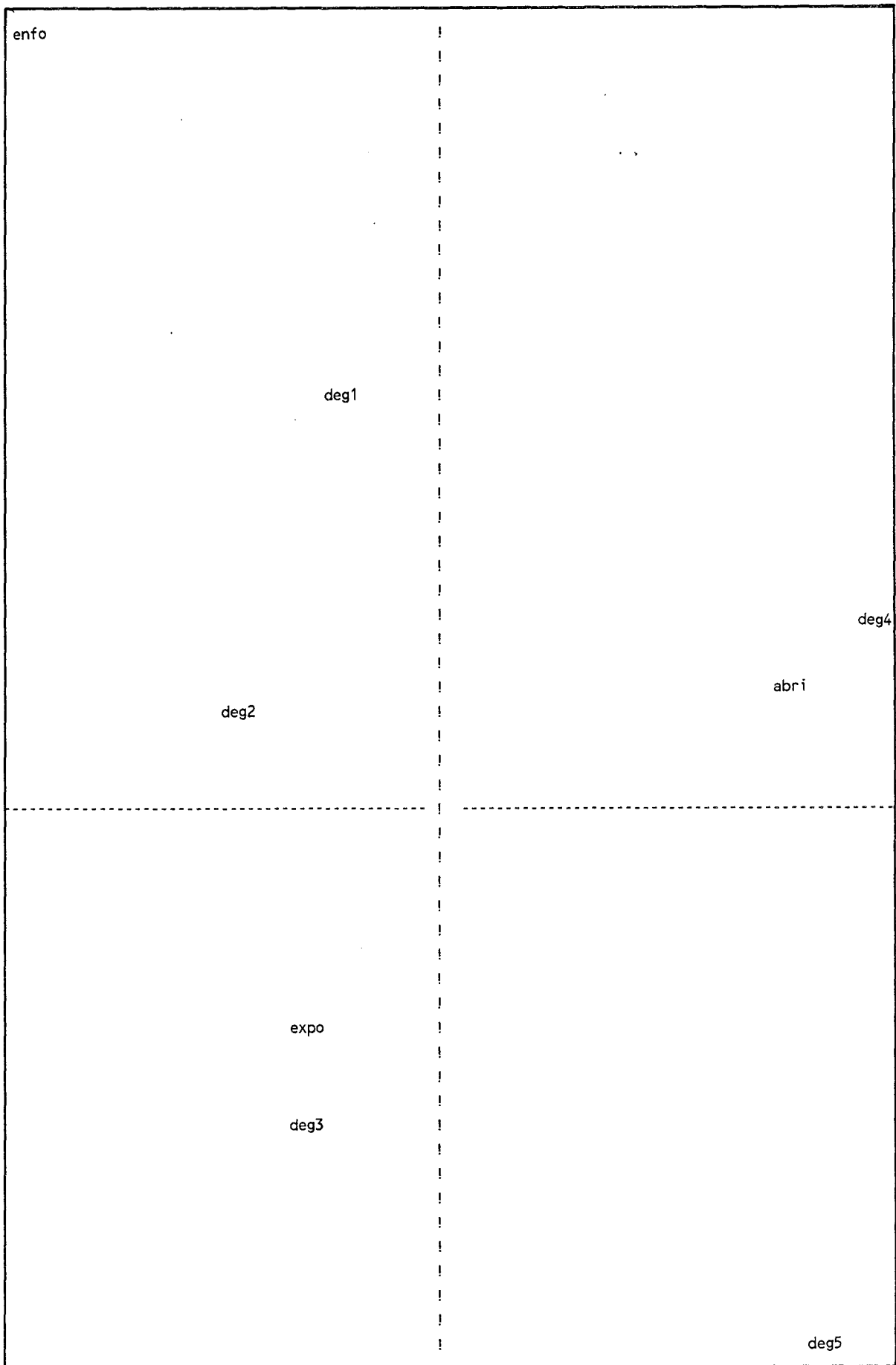


Fig.56.- Graphe par analyse factorielle des correspondances (=AFC) de la combinaison du degré d'altération avec l'exposition.

Les tendances concernant le rôle de l'exposition sur le degré d'altération persistent, les regroupements de caractères sont les mêmes (le nuage de points est dilaté)(fig.56). Ceci permet simplement de confirmer le faible impact sur l'altération (deg1) de l'enfouissement de matériaux (enfo) mais aussi d'accentuer par rapport au graphe précédent l'effet d'une exposition des matériaux aux intempéries sur l'altération (voisinage de "expo" et de "deg3").

c) *Combinaison du degré d'altération avec l'âge de mise en oeuvre*

Le tableau de contingence relatif à cette analyse croisant le degré d'altération avec l'âge de mise en oeuvre (fig.57) est en annexe 2.

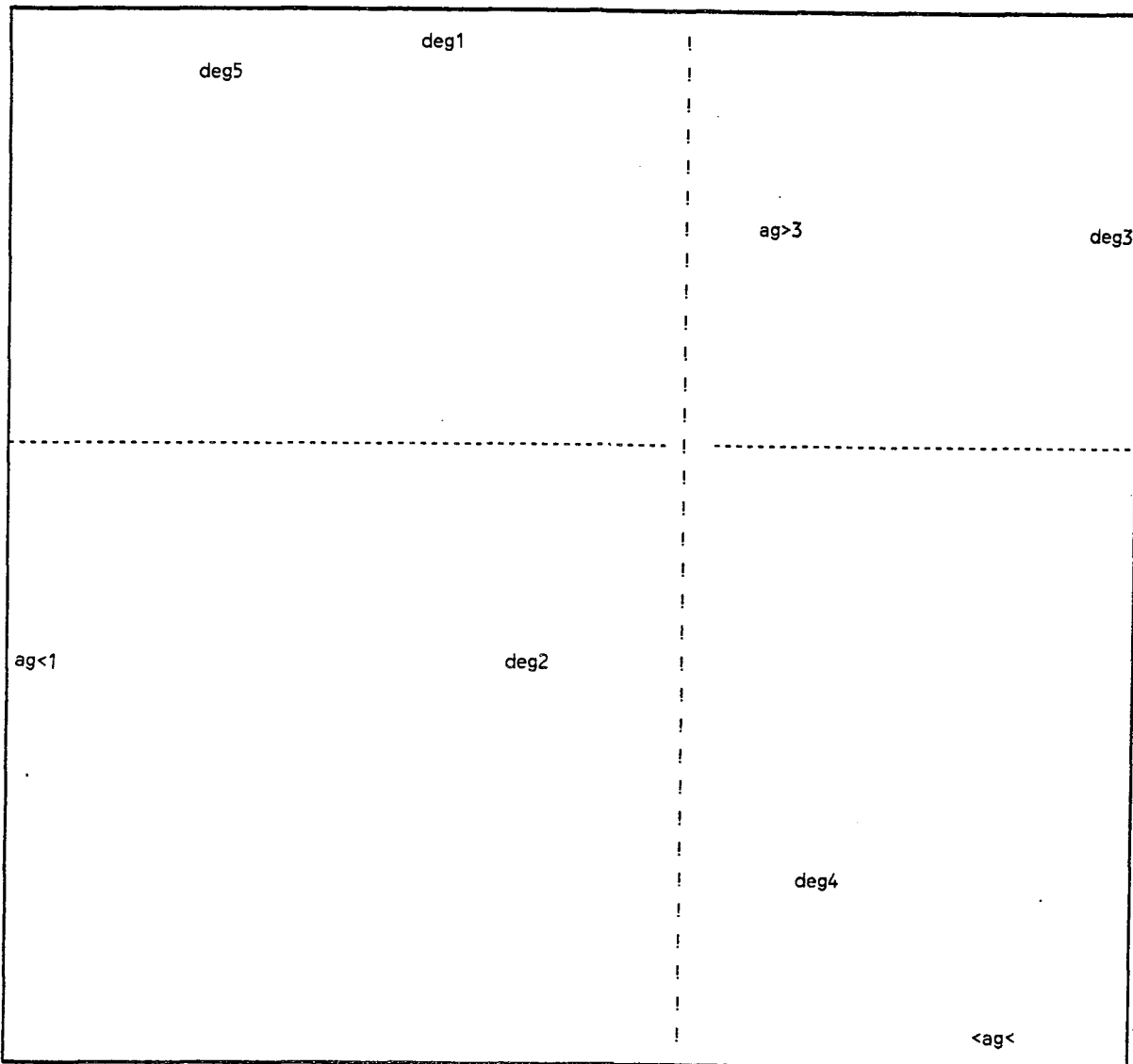


Fig.57.- Graphe par analyse factorielle des correspondances (=AFC) de la combinaison du degré d'altération avec l'âge de mise en oeuvre.

Les différents points sont très dispersés et il est difficile d'attribuer à un axe une tendance précise (fig.57). Le fait remarquable provient de la situation voisine des degrés d'altération 1 et 5 (deg1 et deg5) avec les 2 points extrêmes caractérisant le temps (ag<1 et ag>3), avec "deg5" du côté de "ag<1" et "deg1" proche de "ag>3" : ceci peut être interprété comme une relative indépendance de l'altération vis-à-vis du temps, ou alors comme un comportement identique des extrêmes (déjà énoncé précédemment), à savoir que le temps ne fait que révéler la qualité des matériaux en la "caricaturant" (les extrêmes ne se rejoignent pas...). De même, le point "<ag<" est diamétralement opposé à ce groupe, mais aussi à proximité de "deg4" : les durées intermédiaires ont un effet moyen sur l'altération des matériaux.

Ainsi, il est toujours possible - sous toutes réserves - d'avancer que dans des conditions d'environnement stables (à définir), la période qui suit la mise en oeuvre d'un matériau est la plus néfaste pour ce dernier car c'est à ce moment là que son altération progresse la plus vite; ensuite, les périodes "intermédiaires" (supérieures au millénaire) entretiendront cette altération, qui tendra donc à ralentir. Enfin, les durées très longues (supérieures à 3000 ans) prolongeront sans le modifier réellement l'état d'altération acquis précédemment. En terme d'évolution, ceci reviendrait à dire que la vitesse d'altération en fonction du temps suit une loi de type logarithmique (fig.58).

Degré d'altération

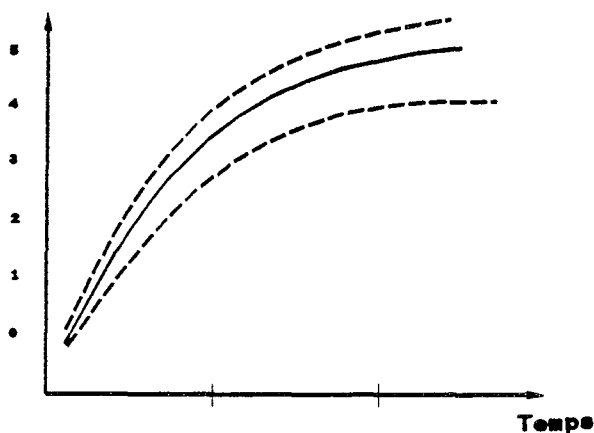


Fig.58.- variation hypothétique de la vitesse d'altération d'un échantillon rocheux en fonction du temps.

d) *Combinaison du degré d'altération avec la porosité*

Le tableau de contingence de cette analyse croisant le degré d'altération avec la porosité (fig.59) est en annexe 2.

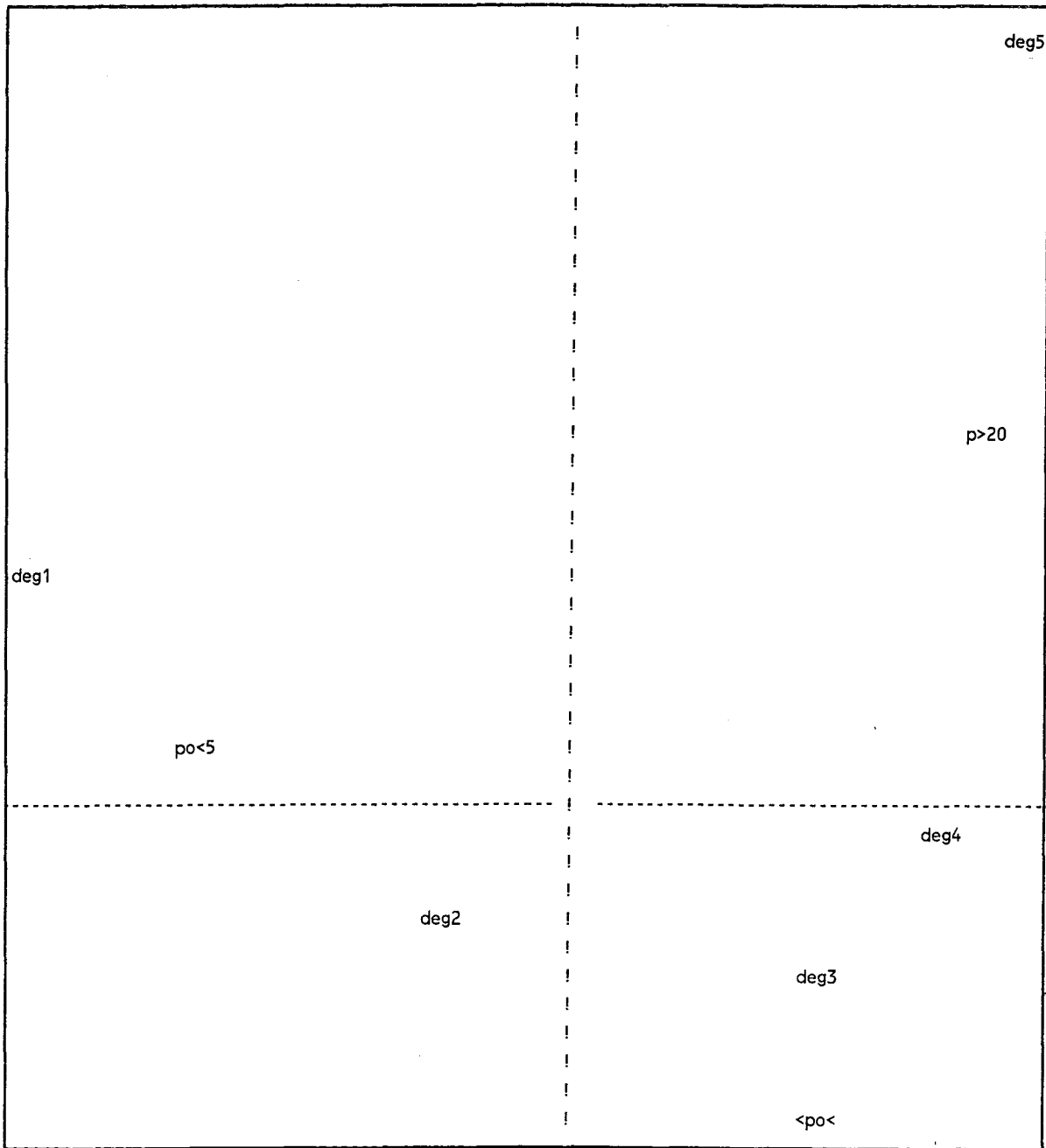


Fig.59.- Graphe par analyse factorielle des correspondances (=AFC) de la combinaison du degré d'altération avec la porosité.

Cette analyse est beaucoup plus simple à dépouiller en raison de la quantité moins importante de facteurs rentrant en jeu (fig.59). L'axe horizontal principal, qui a un très fort pouvoir explicatif (85,43 % de la variance), représente à nouveau les degrés d'altération croissants, de la gauche vers la droite. Les différents degrés (deg1, deg2, etc.) sont ici dans un ordre parfaitement conforme à leur importance. L'axe vertical figure donc la porosité.

Il apparaît très clairement qu'une faible porosité (po<5) est associée aux faibles degrés d'altération (deg1 et deg2), une porosité intermédiaire (<po<) aux degrés d'altération moyens (deg2 et deg3) tandis qu'une importante porosité va de pair avec des degrés d'altération élevés (deg4 et deg5). Ceci confirme les observations du

chapitre II mais aussi soulève une question : la porosité a-t-elle permis une forte altération ou bien est-ce l'inverse ? (dilemme de l'antériorité de la poule ou de l'oeuf...). Il semble d'après les conclusions du chapitre II qu'une porosité initiale favorise certaines formes d'altération (oxydations, hydrolyses, dissolutions) susceptibles ensuite de provoquer un élargissement des pores après dissolution et donc d'accroître la porosité.

Par ailleurs, la forme parabolique de l'ensemble des points est caractéristique de l'effet Guttman, où l'axe principal oppose les extrêmes tandis que l'axe n°2 oppose les individus moyens à ces 2 extrêmes (De Lagarde, 1983); ceci se produit lorsqu'une forte corrélation existe entre 2 caractères, entraînant un glissement progressif au sein d'une population.

e) Combinaison de la porosité avec l'humidité

Le tableau de contingence de ce croisement (fig.60) est en annexe 2.

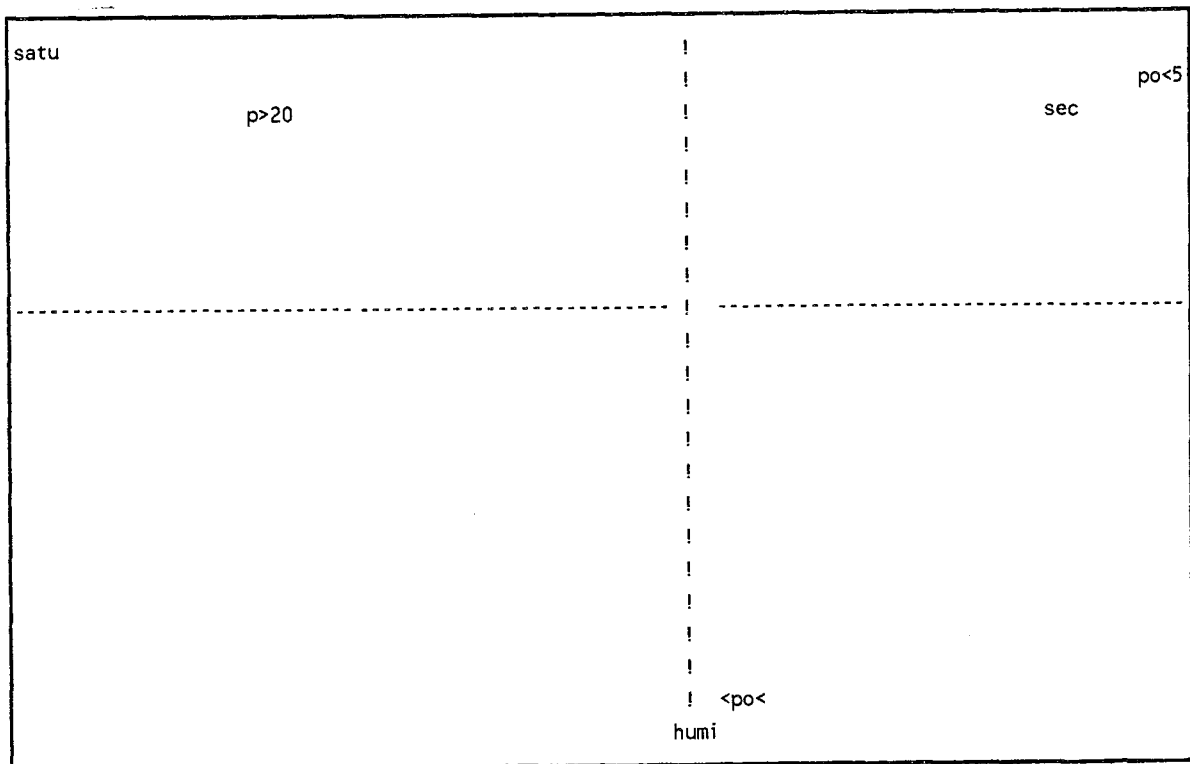


Fig.60.- Graphe par analyse factorielle des correspondances (=AFC) de la combinaison de la porosité avec l'humidité.

L'effet Guttman précédemment observé se retrouve à nouveau (fig.60). L'axe horizontal ventile les porosités et les types d'humidité tandis que l'axe vertical oppose les individus moyens aux extrêmes.

Ainsi, il est frappant de constater le regroupement très net des points en 3 familles distinctes :

- les échantillons à faible porosité ( $po < 5$ ) avec le caractère "sec";
- les échantillons à porosité intermédiaire ( $< po <$ ) avec le caractère "humi";
- les échantillons à forte porosité ( $po > 20$ ) avec le caractère "satu".

Ceci signifie par rapport à l'analyse précédente que la porosité est un facteur commun à l'altération et à l'humidité; or la porosité ne pouvant déterminer l'humidité, ceci tend à prouver que cette dernière conditionne la porosité et ainsi détermine l'altération future du matériau. La première analyse effectuée avait permis d'avancer que les facteurs qualifiés d'intrinsèques étaient plus importants que les facteurs externes liés à la mise en oeuvre... Cette apparente contradiction est vite résolue par le recours à l'observation microscopique (MEB, etc.), qui montre que la cause de toute forme d'altération chimique est une porosité, même capillaire, nécessaire à la pénétration des fluides (eau, gaz) à l'intérieur d'un matériau; une porosité évoluera ensuite au fil de l'altération dans le sens d'une augmentation (sauf cas très rares de colmatages de pores : silts vadoses, précipitation de silice secondaires dans les grès...).

*f) Combinaison du degré d'altération avec les types de matériaux*

Le tableau de contingence de cette analyse (fig.61) se trouve en annexe 2.

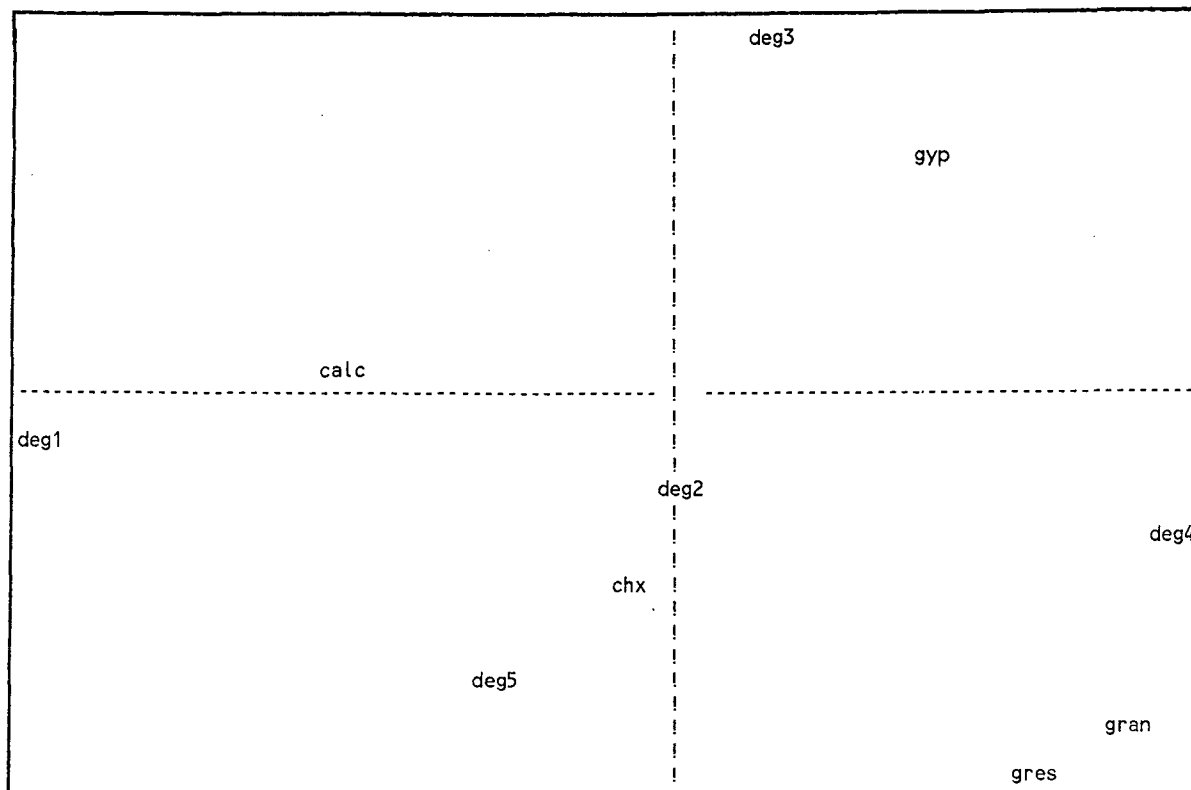


Fig.61.- Graphe par analyse factorielle des correspondances (=AFC) du degré d'altération avec les types de matériaux.



L'axe principal horizontal représente les degrés d'altération croissants, de la gauche vers la droite; la situation du point "deg5" est liée au grand nombre de calcaires, souvent très altérés (fig.61).

Ceci illustre bien les grandes différences de comportement des calcaires vis-à-vis de l'altération, tandis que les roches siliceuses étudiées (grès et surtout granites) vieillissent mal en général; il en est de même des mortiers au gypse, plus fragiles (mais aussi plus vieux) que les mortiers à la chaux, dont la composition calcitique leur impose une résistance à l'altération voisine des calcaires.

#### 2.4.- Conclusion

Les conclusions à tirer de ces analyses, avec toutes les réserves imposées par la méthode, l'échantillonnage, etc., sont multiples et instructives en ce qui concerne les effets de certaines associations de facteurs :

- la combinaison d'un milieu saturé en humidité et sous-abri coïncide avec un degré d'altération très fort (4) des matériaux : il faut rappeler que ce type d'environnement est souvent associé à une atmosphère confinée;

- un matériau à l'air libre (exposé) dans un milieu sec sera moins altéré (degré 1 à 2);

- l'altération a un faible impact sur un matériau qui reste enterré (retrouvant ainsi des conditions environnantes voisines de celles du milieu naturel);

- la forte porosité de certains matériaux n'est que la conséquence de leur altération provoquée par l'humidité;

- les différents matériaux ne vieillissent pas de la même façon : les calcaires ont un comportement très variable vis-à-vis de l'altération, pouvant se situer entre les degrés 1 et 5, les grès et surtout les granites échantillonnés sont en général très altérés (4) tandis que les mortiers à la chaux vieillissent mieux que les mortiers au gypse;

- les facteurs de l'altération intrinsèques aux matériaux (structure et composition minéralogique) peuvent jouer un rôle plus important dans l'altération qu'ils conditionnent que les facteurs externes liés à la mise en oeuvre : cela souligne aussi l'importance de la pétrographie dans le choix préalable de matériaux de construction;

- la température pourrait jouer un rôle beaucoup moins important que l'humidité dans l'altération (déjà déduit au chapitre II.D.4);

- un seuil de température (entre 10 et 30°C ?) paraît délimiter 2 tendances dans l'altération (lié à la présence de sels à partir d'une certaine température moyenne ?);

- l'âge de mise en oeuvre peut sembler n'avoir qu'une influence réduite sur le degré d'altération des matériaux : le temps ne ferait que révéler la nature d'un matériau;

- dans des conditions environnantes stables, la vitesse d'altération en fonction du temps pourrait suivre une loi de type logarithmique.

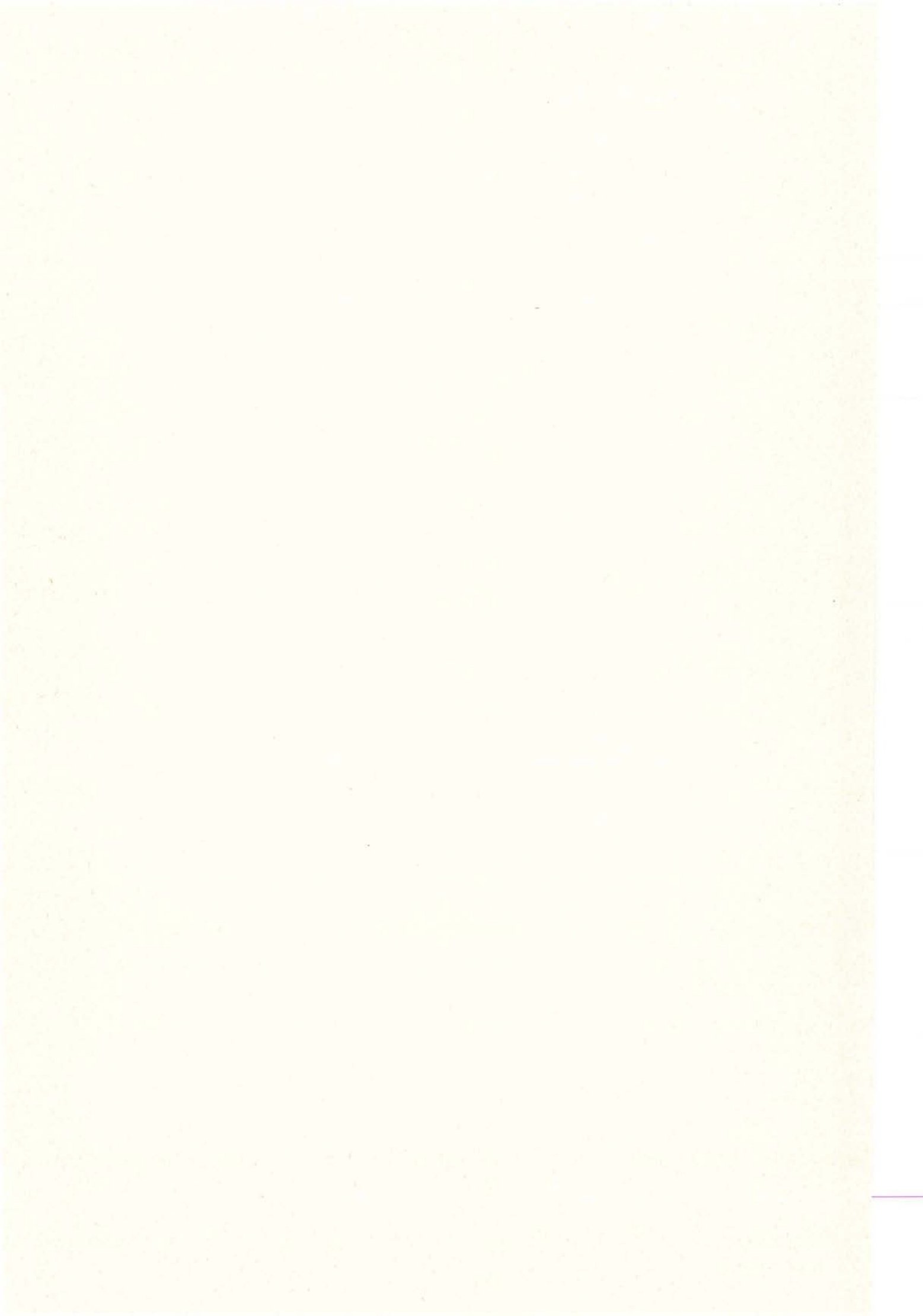
Par ailleurs, cette méthode d'analyse n'est pas exempte de critiques, notamment en ce qui concerne la représentativité de l'échantillonnage, comportant "trop" de matériaux du Moyen-Orient par rapport à d'autres pays plus tempérés, mais aussi beaucoup plus de calcaires que de granites par exemple : cet essai a montré le risque d'étudier une population hétérogène, du point de vue pétrographique mais aussi de par une situation géographique variable. Ainsi, l'idéal serait de traiter des roches identiques issues d'un même pays, afin de limiter les facteurs de l'altération pour les cibler sur un même type de matériau; ceci permettrait aussi de mieux évaluer l'impact des différents facteurs en remplaçant le degré d'altération par les mécanismes d'altération (hydrolyse, etc.). Par contre, un échantillonnage beaucoup plus important serait nécessaire tandis que de trop vouloir focaliser l'étude sur un aspect de l'altération risquerait de perdre l'effet de synthèse engendré par un seul critère, le degré d'altération, qui importe le plus au final sur le devenir d'un matériau, quelques soient les modalités de son altération.

Une autre critique est qu'il aurait fallu nuancer davantage les critères d'environnement, afin de mieux tenir compte de l'histoire des matériaux, comme par exemple l'exposition pour les matériaux qui ont été déterrés puis soumis ensuite aux intempéries, ou encore les variations climatiques survenues au cours des siècles...

Quelques évidences ou faits connus ont été démontrés, comme le rôle primordial de l'humidité, de la porosité mais aussi que tous les mécanismes d'altération sont susceptibles de provoquer la ruine complète d'un matériau. De même, cette démarche a montré aussi que le recours à la pétrographie peut parfois lever des indéterminations.

Enfin, cette expérience est à considérer comme un point de départ, un essai qui pourrait aboutir à terme à un "système expert" (ou aide à la décision), véritable modélisation grâce à laquelle il serait possible d'évaluer l'incidence de différents facteurs sur l'altération d'un matériau donné afin d'optimiser sa pérennité. Ainsi, il serait intéressant de recomposer un échantillon "théorique" après avoir décomposé en critères simples la roche à utiliser, un peu à la façon d'un portrait robot, afin de pouvoir le replacer et donc le situer dans la population de la banque de données et de prévoir son altération...





## CONCLUSION GENERALE

"La nature existe indépendamment des catégories que l'esprit humain veut lui imposer et finalement, on se heurte partout à des cas limites obligeant à une révision des notions et des idées" (Mayor, 1961).

L'objet de cette étude a été la caractérisation minéralogique de cas d'évolutions de matériaux de construction naturels (pierres de taille variées, rochers de fondations) ou artificiels (mortiers, bétons), susceptibles de menacer la pérennité d'ouvrages archéologiques ou de génie-civil. L'analyse de ces évolutions a permis après analyse des mécanismes de l'altération, de recenser les facteurs responsables, directement liés à la mise en oeuvre (environnement) ou aux caractéristiques pétrographiques des matériaux (nature et structure), mais aussi d'en dégager les effets, dont le temps (âge), sur l'altération des matériaux. La majorité des échantillons provenait cependant du Moyen-Orient, en raison du climat sub-aride régnant, qui limite les facteurs agressifs mais aussi préfigure la plupart des réactions chimiques et ainsi l'altération des matériaux en raison de l'âge très élevé des édifices (2000 à 7800 ans...).

Il ressort en premier lieu que les évolutions minéralogiques observées dans les chapitres précédents se résument à 4 grandes tendances, indépendamment du processus chimique de l'altération (oxydation, hydrolyse, etc.) :

- la néoformation;
- la dissolution;
- l'hydratation;
- la fracturation.

Il est également apparu que toutes les formes d'altération de matériaux rocheux naturels mis en oeuvre sont connues dans la nature mais sont apparues ici à l'échelle historique; de nouveaux facteurs susceptibles de provoquer des évolutions minéralogiques vont apparaître, liés directement à la nouvelle position d'un matériau au sein d'un édifice. Seuls les effets de l'altération peuvent être amplifiés par la mise en oeuvre, qui "livre" un matériau fraîchement extrait de carrière à une multitude de facteurs d'altération naturels, dont les combinaisons seront souvent à l'origine des évolutions observées : c'est en particulier le cas des moellons d'un mur mais aussi des granulats à l'intérieur des bétons, dont les réactions avec le liant (alcali-réaction), propres à ce milieu fortement basique, pourraient être cependant comparées avec les premiers stades de néoformations argileuses (formation de gels silico-alumineux).

Ainsi, les différentes évolutions minéralogiques recensées ont été :

- des oxydations de pyrites;
- des hydratations (sels);
- des néoformations (halite, gypse, aragonite, ettringite, gel d'alcali-réaction, argiles fibreuses et smectites);
- des dissolutions (gypse, calcite, quartz);
- des hydrolyses (feldspaths et minéraux phylliteux);
- des fissurations (quartz surtout, feldspaths, micas).

Certaines de ces réactions n'étaient connues qu'à l'échelle des temps géologiques et leur apparition dans des monuments historiques renforce leur importance.

**L'eau est indispensable à toutes ces réactions** : elle conditionne les modalités de l'altération des minéraux. Cependant, sa combinaison avec l'air représente le principal facteur d'altération physico-chimique des matériaux rocheux, pour preuve le nombre élevé de cas d'évolutions de minéraux associé à des variations d'humidité (humidification-séchage).

**L'aération** d'un milieu conditionne les réactions d'oxydation de minéraux (pyrites essentiellement) ou de carbonatation (chaux), qui ne sont rendues possibles que par un renouvellement de l'air ambiant, nécessaire pour apporter respectivement l'oxygène ou le CO<sub>2</sub> aux comburants. Cette aération peut être liée à des travaux de percement comme à la position "aérienne" de matériaux dans un édifice (non enfoui). Par ailleurs, une atmosphère saturée en humidité et concentrée en CO<sub>2</sub> est agressive vis-à-vis des carbonates de calcium; des cas de dissolution de calcite, suivis d'une précipitation en aragonite, ont été mis en relation avec une "aération" de matériaux ayant séjourné dans une telle atmosphère (sol ou cavité souterraine).

**Une température** élevée a pour principal effet de concentrer les solutions et de favoriser les cristallisations de sels. La plupart des évolutions minéralogiques décrites précédemment ont été mises en relation avec de fortes températures. Cependant, l'analyse des altérations recensées dans la banque de données atténue ses effets au détriment de l'humidité (voir chapitre III.B.2.3.2).

**La porosité** est vraisemblablement un des facteurs d'altération majeur, "intrinsèque" aux matériaux, qui conditionne l'action de la plupart des facteurs énoncés ci-dessus : son absence évitera l'apparition et le développement des processus de l'altération à l'intérieur d'un matériau, tandis qu'elle tendra à augmenter avec la dégradation des dits matériaux.

Par ailleurs, **le temps**, quand il devient très grand, agit comme un facteur d'altération, en ce sens qu'un mécanisme d'altération très lent, passé inaperçu dans la majorité des ouvrages, peut se manifester et ainsi permettre une dégradation. Cependant, l'analyse de son action sur le degré d'altération des matériaux étudiés à partir de la banque de

données semblerait en atténuer l'incidence et montrerait qu'il agit plutôt selon une loi logarithmique, les dégradations les plus sensibles apparaissant dès les plus jeunes âges de la mise en oeuvre.

La combinaison de certains de ces facteurs a pu provoquer la ruine complète de matériaux, en particulier l'association humidité - aération - température élevée...

Les enseignements purement pétrographiques de cette étude sont d'observer la plus grande prudence quant à l'emploi de matériaux de construction (ou granulats) qui renferment, de près ou de loin, les minéraux suivants, en particulier en présence d'humidité :

- \* pyrites de petite taille;
- \* toute forme de sels (halite, sulfates de calcium);
- \* smectites (montmorillonites);
- \* feldspaths (dans une moindre mesure).

Il apparaît également que les critères de choix des granulats à bétons sont spécifiques à la forte basicité du milieu bétonné, imposant ainsi d'éviter des roches pouvant libérer de la silice (opale, calcédoine, quartz à extinction "roulante", etc.) mais aussi des ions alcalins (minéraux phylliteux, feldspaths). Cependant, comme dit Mather (1975) : "tous les granulats sont réactifs. Ils diffèrent seulement par la nature des réactions auxquelles ils participent, par l'intensité et la vitesse de ces réactions et leurs effets" (cité dans Lesage, 1982).

Le matériau idéal pour la construction n'existe pas, le verre même réagissant avec le liant au sein d'un béton... Le transfert des observations minéralogiques aux roches montre cependant que certains calcaires répondant à des critères bien précis (porosité nulle, absence de certaines phases détritiques (quartz, glauconies, minéraux argileux...) dans des conditions bien particulières (alcalines mais non salines) peuvent avoir une grande longévité, que ce soit dans les bétons ou en appareillage. L'état de fraîcheur d'un conglomérat calcaire mis en oeuvre depuis près de 2000 ans (site n°22) est à ce titre édifiante.

Cette thèse, motivée par des problèmes d'évolutions de matériaux de construction, apporte donc aux industriels comme aux archéologues une explication à la pathologie de certaines formes de dégradations. La finalité serait d'offrir une thérapeutique appropriée à ces problèmes concrets, nécessairement résolus de façon empirique par les professionnels du génie-civil.

Les principaux enseignements pratiques apportés par ce travail se situent à 2 niveaux :

- une prévention accrue, préalablement à la mise en oeuvre, visant à considérer comme un couple indissociable les minéraux et l'environnement dans lequel ils vont être placés, afin d'éviter certaines combinaisons nuisibles : les pyrites ne s'oxydent pas si elles sont privées d'oxygène, les sels ne s'hydratent pas en l'absence

d'humidité... Cette prévention nécessite donc une étude pétrographique complète des matériaux et une réflexion poussée sur les conditions environnantes futures;

- lorsque la prévention n'est plus possible (cas d'un ouvrage en voie d'altération), le meilleur remède est de rétablir les conditions environnantes originelles, antérieures à la mise en oeuvre; cela peut être fait, soit en occultant l'arrivée de l'air, soit de l'eau (ou, au pire, en empêchant leur renouvellement), afin que ces 2 agents de l'altération ne puissent plus combiner leurs effets désastreux.





## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ADAM M. (1976).- *Guide pratique pour l'emploi du ciment*. Collection UTI-ITBTP, Eyrolles, Paris.
- ADAMS J.E., KNELLER W.A. (1988).- Thermal analysis (TA) of medieval mortars from Gothic cathedrals of France.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : *Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 2, pp 1019-1026.
- AIRES-BARROS L., GRACA R.C., VELEZ A. (1975).- Dry and wet laboratory tests and thermal fatigue of rocks.- *Engineering Geol.*, 9, pp 249-265.
- AISSAOUI D.M. (1985).- Botryoidal aragonite and its diagenesis.- *Sedimentology*, 32, pp 345-361.
- AL-DROUBI A., GRONDIN J.L., FRITZ B., TARDY Y. (1978a).- Calcul des équilibres dans le système  $\text{CaCO}_3\text{-H}_2\text{O-CO}_2$ . Rappel des conditions de dissolution et de précipitation de la calcite.- *Sci.Géol.Bull.*, 31, 4, pp 195-202.
- AL-DROUBI A., GRONDIN J.L., FRITZ B., TARDY Y. (1978b).- Recherche sur les conditions d'épigénie des plagioclases par la calcite.- *Sci.Géol.Bull.*, 31, 4, pp 203-210.
- AL-TAYYIB A.J., KHAN M.S. (1987).- Concrete Deterioration Problems in the Arabian Gulf - A Review.- *Durability of Building Materials*, 4(3), pp 287-298.
- AMOROSO G.C., FASSINA V. (1983).- *Stone decay and conservation*.- Elsevier, Amsterdam.
- ARNOLD M. (1981).- Cristallogenèse et géochimie isotopique de la pyrite : apports à la métallogenèse des amas sulfurés associés à un volcanisme sous-marin.- *Mém.Sci.Terre, C.R.P.G., Nancy*, 40.
- ARNOULD M. (1988).- Altération bactérienne des pierres calcaires.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : *Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 2, pp 819-823.
- AUGER F. (1988).- Simulation accélérée de la dégradation des matériaux de construction en ambiance aérienne saline.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : *Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 2, pp 797-804.

- AUTEFAGE F., FONTAN F. (1985).- Comportement de minéraux hydratés au cours de leur analyse à la microsonde électronique.- *Bull. Minéral.*, 108, pp 293-304.
- BANCON M., VANDANGEON P. (1988).- Arc de Triomphe, Paris - Diagnostic des désordres et détermination des remèdes.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : *Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 1, pp 423-432.
- BARISONE G. (1984).- Petrographic analysis of aggregates related to alkali-silica reaction.- *Bull.Int.Ass.Eng.Geol.*, 30, pp 177-181.
- BATHURST R.G.C. (1971).- *Carbonate sediments and their diagenesis*.- Elsevier publishing compagny, developments in sedimentology, 12.
- BAUDRACCO J. (1978).- Contribution à l'étude de l'altérabilité des roches sous l'action des eaux naturelles.- *Thèse d'état, Université Paul Sabatier, Toulouse*, 1 vol., 242 p.
- BELL F.G., DEARMAN W.R. (1988).- Assessment of the durability of sandstones with illustrations from some buildings in the North of England.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : *Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 2, pp 707-716.
- BILLY C., BLANC P. (1978).- Les dépôts carbonatés bactériens.- *Minéraux et fossiles*, 39, pp 48-51.
- BISCHOFF J.L., FYFE W.S. (1968).- The aragonite-calcite transformation.- *Am.J.Sci.*, 266, pp 65-79.
- BLACKWELDER E. (1925).- Exfoliation as a phase of rock weathering.- *J.Geol.*, 33 (8), pp 793-806.
- BLACKWELDER E. (1933).- The insolation hypothesis of rock weathering.- *Am.J.Sci.*, 26, pp 97-113.
- BLONDEAU A. (1972).- *Les Nummulites*.- Vuibert, Paris.
- BLOUNT C.W., DICKSON F.W. (1973).- Gypsum-Anhydrite Equilibria in Systems  $\text{CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$  and  $\text{CaCO}_3\text{-NaCl-H}_2\text{O}$ .- *Amer.Mineral.*, 58, pp 323-331.
- BOURCART J., NOETZLIN J., POCHON J. (1949).- Etude des détériorations des pierres des monuments historiques.- *Ann. Inst.Techn.Bat.*, 108.
- BRADLEY W.C., HUTTON J.T., TWIDALE C.R. (1978).- Role of salts in development of granitic tafoni.- *J.Geol.*, 86, pp 647-654.
- BRAITSCH O. (1971).- *Salt deposits. Their origin and composition*.- Springer, Berlin-Heidelberg-New York.

- BROMBLET P. (1989).- Les dégradations des pierres gréseuses du temple de Karnak (Egypte). Analyse pétrographique des mécanismes, et histoire de ces dégradations.- *Thèse de l'Université de Paris VII*, 1 vol., 201 p.
- BROMBLET P., BOCQUIER G. (1985).- Données pétrologiques concernant l'altération des grès des temples de Karnak (Egypte).- *V<sup>ème</sup> congrès international sur l'altération et la conservation de la pierre*, Lausanne, Presses Polytechniques Romandes, 1, pp 361-370.
- BROWMAN A.A., HASTINGS A.B. (1937).- Solubility of aragonite in salts solutions.- *Journ.Biol.Chem.Baltimore*, 119, pp 241-246.
- BROWN W.H., FYFE W.S., TURNER F.J. (1962).- Aragonite in California glaucophane schists and the kinetics of the aragonite-calcite transformation.- *J.Petrol.*, 3, pp 566-585.
- CAILLERE S., HENIN S., RAUTUREAU M. (1982).- *Minéralogie des argiles*.- Masson, Paris, 2 tomes.
- CALVET F., JULIA R. (1983).- *Pisoids in the Caliche Profils of Tarragona (N.E. Spain)*.- Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg.
- CANER E.N., SEELEY N.J. (1978).- The clay minerals and the decay of limestone.- *Colloque international sur l'Altération et la protection des monuments en pierre*, Paris, Unesco/Rilem Ed., communication 5.3.
- CIRODDE R., ROUSSEAU J. (1985).- Prévention des agressions du béton.- *Recommandations F.N.T.P.*, Paris.
- CLARK S.P.J. (1957).- A note on calcite-aragonite equilibrium.- *Am.Mineralogist*, 42, pp 564-566.
- CLARKE S., ENGELBACH R. (1930).- *Ancient Egyptian Masonry*.- Oxford Univ.Press., Londres.
- CLOUD P.E. (1962).- Environment of calcium carbonate deposition west of Andros Island, Bahamas.- *U.S.,Geol.Survey, Prof.Papers* 350, pp 1-138.
- COLEMAN R.G., LEE D.E. (1962).- Metamorphic aragonite in the glaucophane schists of Cazadero, California.- *Am.J.Sci.*, 260, pp 577-595.
- COOKE R.U. (1979).- Laboratory simulation of salt weathering processes in arid environments.- *Earth surface processes and landforms*, 4, pp 347-359.
- COOKE R.U., SMALLEY I.J. (1968).- Salt weathering in deserts.- *Nature*, 220, pp 1226-1227.
- CORNEILLE A. (1988).- Réactions alcali-granulats dans les barrages.- *Coll. durabilité structures béton, E.N.P.C.*, Paris.
- CURL R.L. (1964).- The aragonite-calcite problem.- *Bull.Nat.Speleol.Soc.*, 24, 2, pp 57-73.

- DARCY J. (1979).- Géologie et génie civil des ouvrages souterrains sous la chaîne du Chat et de l'Epine (Savoie).- *Rev.Fr.Géotech.*, 6, pp 51-63.
- DAVIS B.L., ADAMS L.H. (1965).- Kinetics of the Calcite  $\rightleftharpoons$  Aragonite Transformation.- *J.Geophysic.Res.*, 70, 2, pp 433-441.
- DEER W.A., HOWIE R.A., ZUSSMAN J. (1962).- *Rock-Forming Minerals. Vol.5, Non-Silicates.*- Longmans Ed., Green and Co Ltd, Londres.
- De LAGARDE J. (1983).- *Initiation à l'analyse des données.*- Dunod, Paris, 158 p.
- DELETIE P. (1988).- Galerie d'assainissement du lac du Bourget. Analyse des désordres observés en galerie en 1987.- *Rapport interne, Départ. T.E.G.G., Div. Géol. Géotech., Electricité de France, Paris, réf. GG 88.018 A - DLT/MH.*
- DELETIE P., MONTLUCON J., HELAL H. (1988).- Analyse géomécanique des structures internes de la Pyramide de Khéops au voisinage de la chambre du Roi.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., *Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 1, pp 559-565.
- DELOYE F.X. (1978).- Analyse minéralogique. Application aux bétons durcis en liaison avec la pérennité des ouvrages.- *Rap.Rech.L.P.C.*, 83, Labo. Centr. Pts et Ch., Paris.
- DELOYE F.X. (1982).- L'analyse du béton durci.- Dans : BARON J. et SAUTEREY R. Ed., *Le béton hydraulique. Connaissance et pratique.*- Presses Ec. Nat. Pts et Ch., Paris, chap. 30, pp 531-541.
- DELOYE F.X. (1988).- La dédolomitisation : un cas vraiment à part.- *Coll. durabilité structures béton, E.N.P.C.*, Paris.
- DELOYE F.-X. (1989).- Action conjuguée du soufre et des alcalins dans les réactions liant-granulats au sein du béton.- *Bull.liaison labo. P. et Ch.*, 161, pp 41-49.
- DELPORTE C. (1988).- L'anhydrite naturelle de Faulquemont et sa valorisation sous forme de béton sulfaté : mécanisme d'hydratation et mise au point d'accélérateurs de prise hydraulique.- *Thèse 3<sup>ème</sup> cycle, Nancy*, 1 vol.
- DIAMOND S. (1975).- A review of alkali-silica reaction and expansion mechanism.- *Cement and Concrete research*, 5, pp 329-346.
- DOCUMENT GRPH "Alpes" (1975).- *Compte-rendu de réunion interne EDF, réf. D4-JCH/SD - AL Df 121, 3 mars 1975.*
- DORMION G., GOIDIN J.P. (1987).- *Les nouveaux mystères de la Grande Pyramide.*- Albin Michel, Paris.

- DRON R., BRIVOT F. (1989).- Le gonflement ettringitique.- *Bull.liaison labo. P. et Ch.*, 161, pp 25-32.
- EDWARDS I.E.S. (1947).- *The pyramids of Egypt*.- Penguin Books, Londres, 256 p.
- EFES Y., LUCKAT S. (1977).- Relations between corrosion of sandstones and uptake rates of air pollutants at the Cologne cathedral.- *Inst. Bauforschung Rheinisch-Westfälischen Tech. Hochschule Aachen*, IBAC Mitteil, pp 56-63.
- EMERY K.O. (1960).- Weathering of the great pyramid.- *J.Sed. Petr.*, 30, 1, pp 140-143.
- ESPAGNE M., PERAMI R., PRINCE W. (1990).- Rôle de la microfissuration et de l'état d'activation des constituants minéraux dans l'endommagement et l'altération des roches et bétons de fondation.- *Mém.Soc.géol.France*, N.S., 157, pp 43-50.
- FARRAN J. (1950).- Etude pétrographique du comportement des roches dans leurs applications en génie-civil.- *Bull.Soc.Hist.Nat.Toulouse*, 85, 3-4, pp 331-337.
- FEIGL F. (1958).- *Spot tests in inorganic analysis*.- Elsevier, Amsterdam, 5th ed., 600 p.
- FOUCAULT A., RAOULT J.F. (1980).- *Dictionnaire de géologie*.- Masson, Paris, 334 p.
- FRIEDMAN G.M. (1959).- Identification of carbonate minerals by staining methods.- *J.Sed.Petr.*, 29, pp 87-97.
- FRITZ B., JEANNETTE D. (1981).- Pétrographie et contrôle géochimique expérimental de transformations superficielles de grès de monuments.- *Sci.Géol.Bull.*, 34, 4, pp 193-208.
- FYFE W.S., BISCHOFF J.L. (1965).- The calcite-aragonite problem.- *Soc.Econ.Paleont.Mineral.*, Spec.Public., 13, pp 3-13.
- GAURI K.L., CHOWDHURY A.N., KULSHRESHTHA N.P., PUNURU A.R. (1988).- Geologic features and the durability of limestones at the Sphinx.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., *Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 2, pp 723-729.
- GEGOUT P., HORNAIN H. (1989).- Entre chimistes et géologues, le béton, roche artificielle.- *Géologues*, 87-88, pp 86-92.
- GHORAB H.Y., RAGAI J., ANTAR A. (1986).- Surface and Bulk Properties of Ancient Egyptian Mortars.- *Cement and Concrete Research*, 16, pp 813-822.

- GOTO M. (1961).- Some Mineralo-chemical Problems Concerning Calcite and Aragonite, with Special Reference to the Genesis of Aragonite.- *J.Fac.Sci.Hokkaido*, series IV, Geology and Mineralogy, X, 4, pp 571-640.
- GOUDIE A.S. (1986).- Laboratory simulation of 'the wick effect' in salt weathering of rock.- *Earth surface processes and landforms*, 11, pp 275-285.
- GRANDET J. (1988).- Corrosion des armatures dans le béton. Effet de la carbonatation.- *Coll. durabilité structures béton, E.N.P.C.*, Paris.
- GRATTAN-BELLEW P.E., EDEN W.J. (1975).- Concrete deterioration and Floor Heave Due to Biogeochemical Weathering of Underlying Shale.- *Can.Geotech.J.*, 12, pp 372-378.
- GRIGGS D.T. (1936).- The factor of fatigue in rock ex-foliation.- *J.Geol.*, 44, pp 783-796.
- HAGUENAUER B. (1973).- Contributions de l'analyse séquentielle à la connaissance des formations néogènes du Bassin du Tage au Portugal.- *Thèse d'état, Université de Nancy I*, 1 vol.
- HAMES V., LAUTRIDOU J.P., OZER A., PISSART A. (1987).- Variations dilatométriques de roches soumises à des cycles "humidification-séchage".- *Géogr.Phys.Quater.*, XLI(3), pp 345-354.
- HASSOUBA H., SHAW H.F. (1980).- The occurrence of palygorskite in quaternary sediments of the coastal plain of north-west Egypt.- *Clay Minerals*, 15, pp 77-83.
- HERRMANN A.G., KNAKE D., SCHNEIDER J., PETERS H. (1973).- Geochemistry of Modern Seawater and Brines from Salt Pans : Main Components and Bromine Distribution.- *Contr.Mineral.and Petrol.*, Springer-Verlag, 40, pp 1-24.
- HOLDOM R.S., SMITH J.E. (1977).- Microbial spoilage of engineering materials.- *Tribology international*, 9-10, pp 165-281.
- HOLTZAPFFEL T. (1985).- Les minéraux argileux. Préparation, analyse diffractométrique et détermination.- *Publ.Soc.Géol.Nord*, 12, 136 p.
- HOUPERT R., HOMAND-ETIENNE F. (1984).- Comportement mécanique des roches en fonction de la température.- *Rev.Fr.Géotech.*, 28, pp 41-47.
- INIGUEZ HERRERO J. (1967).- *Altération des calcaires et des grès utilisés dans la construction*.- Eyrolles, Paris.
- ISSAWI B., EL DEFTAR T., EL HINNAWI M., HAMROUSH H. (1986).- Geological hazard on nefertari's tomb and El Deir El Bahari Gebel El Gurna, Luxor.- *Geological Survey of Egypt*, Cairo University, 28 p.
- JACOBS E.P. (1954).- *Le mystère de la Grande Pyramide*.- Dargaud Benelux, Bruxelles, 2 tomes.

- JACQ C. (1986).- *Les grands monuments de l'Égypte ancienne*.- Librairie Académique Perrin, Paris, 384 p.
- JAMIESON J.C. (1953).- Phase equilibrium in the system calcite-aragonite.- *J.Chem.Phys.*, 21, pp 1385-1390.
- JATON C. (1971).- Contribution à l'étude microbiologique des pierres de monument en France.- *Thèse de 3ème cycle, Paris-Orsay*, 193 p.
- JAUZEIN A. (1974).- Les données sur le système CaSO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O et leurs implications géologiques.- *Rev.Géogr.Phys.Géol.Dyn.* (2), XVI, 2, pp 151-160.
- JAVEY C. (1972).- L'altération des roches et des monuments. Etude documentaire.- *Bull.B.R.G.M.*, (2), III, 1, pp 39-66.
- JEANNETTE D. (1980).- Les grès du château du Landsberg : exemple d'évolution des "grès vosgiens" en milieu rural.- *Sci.Géol.Bull.*, 33, 2, pp 111-118.
- JEANNETTE D. (1981).- Modifications superficielles de grès en oeuvre dans des monuments alsaciens.- *Sci.Géol.Bull.*, 34, 1, pp 37-46.
- JEANSON C. (1978).- Microécologie minéralogique et altération des oeuvres d'art : Saint-Marc de Venise et la Cène de Milan.- *Colloque international sur l'Altération et la protection des monuments en pierre*, Paris, Unesco/Rilem Ed., communication 5.4.
- JEPSEN B.B., CHRISTENSEN P. (1989).- Petrographic examination of hardened concrete.- *Bull.Int.Ass.Eng.Geol.*, 39, pp 99-103.
- KAUFFMANN J. (1960).- Corrosion et protection des pierres calcaires des monuments.- *Corrosion et anticorrosion*, 8(3), pp 87-95.
- KEER A., SMITH B.J., WHALLEY W.B., MAC GREEVY J.P. (1984).- Rock temperatures from southeast Morocco and their significance for experimental rock-weathering studies.- *Geology*, 12, pp 306-309.
- KERISEL J. (1987).- *Down to Earth : the Invisible Art of the Builder*.- Balkema Publishers, Rotterdam.
- KERISEL J. (1988).- Le dossier scientifique sur la Pyramide de Khéops.- *Archeologia*, 232, pp 46-54.
- KERN R., WEISBROD A. (1964).- *Thermodynamique de base pour minéralogistes, pétrographes et géologues*.- Masson, Paris.
- KOESTLER R.J., CHAROLA A.E., WYPYSKI M., LEE J.J. (1985).- Microbiologically induced deterioration of dolomitic and calcitic stone as viewed by scanning electron microscopy.- *Vème congrès international sur l'altération et la conservation de la pierre*, Lausanne, Presses Polytechniques Romandes, 2, pp 617-626.



- KRAUSKOPF K.B. (1959).- The geochemistry of silica in sedimentary environments.- *Soc.Econ.Pal.Mineral.Spec.Publ.*, 7, pp 4-19.
- LACHAUD R. (1979).- Thaumasite et ettringite dans les matériaux de construction.- *Ann.Inst.Tech.Bat.Trav.Publ.*, série essais et mesures 167, 370, pp 1-7.
- LACHAUD R., SALOMON M. (1984).- Les altérations des bétons.- *Ann.Inst.Tech.Bat.Trav.Publ.*, série bétons 224, 428, pp 21-61.
- LAUER J.P. (1952).- *Le problème des pyramides d'Egypte*.- Payot, Paris, 229 p.
- LAUTRIDOU J.P., OZOUF J.C. (1987).- Acquisitions nouvelles sur la porosité et sur la perméabilité des roches au cours des dix dernières années.- *Rapport interne, Centre de Géomorphologie du CNRS, fascicule I*, 4<sup>ème</sup> édition, 29 pp.
- LEHNER M. (1985).- The development of the Giza Necropolis : the Khufu Projekt.- *Mitteilungen des Deutschen Archäologischen Instituts Abteilung Kairo*, Band. 41, pp 109-143.
- LE ROUX (1988).- Réduction du risque de réaction liant-granat. Choix des matériaux : les granulats.- *Séminaire inter Labo. P. et Ch. sur les bétons*, Paris.
- LE ROUX A., CADOR C. (1984).- Importance de la pétrographie dans l'approche des mécanismes de la réaction alcali-granat.- *Bull.Int.Ass.Eng.Geol.*, 30, pp 255-283.
- LESAGE R. (1982).- Les granulats.- Dans : BARON J. et SAUTEREY R. Ed., *Le béton hydraulique. Connaissance et pratique*.- Presses Ec. Nat. Pts et Ch., Paris, chap. 2, pp 39-58.
- LESAGE R., SIERRA R. (1977).- Le point sur les réactions alcalis-granulats dans les bétons hydrauliques.- *Bull.liaison labo. Pts et Ch.*, Paris, 90, pp 103-105.
- LESTIENNE C. (1986).- L'insondable Khéops.- *Sciences & Avenir*, 476, pp 32-36.
- LIPPMANN F. (1973).- *Sedimentary Carbonate Minerals*.- Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York.
- LOREAU J.P. (1982).- Sédiments aragonitiques et leur genèse.- *Mém.Mus.Hist.Nat.*, Paris, 312 p.
- MAC DONALD G.J.F. (1953).- Anhydrite-gypsum equilibrium relations.- *Am.J.Sci.*, 251, pp 884-898.
- MAC DONALD G.J.F. (1956).- Experimental determination of calcite-aragonite equilibrium relations at elevated temperatures and pressures.- *Amer.Mineral.*, 41, pp 744-756.

MAGEE A.W., BULL P.A., GOUDIE A.S. (1988).- Before rock decay: Chemical weathering of constituent grains by salts.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : *Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 2, pp 779-786.

MAMILLAN M. (1968).- L'altération et la préservation des pierres dans les monuments historiques.- *Colloque sur l'altération des pierres*, ICOMOS, Bruxelles, 1966-1967, pp 65-97.

MAMILLAN M. (1985).- Tendances internationales vers une nouvelle approche pour l'interprétation des essais de durabilité des matériaux.- *V<sup>ème</sup> congrès international sur l'altération et la conservation de la pierre*, Lausanne, Presses Polytechniques Romandes, 1, pp 141-150.

MAMILLAN M., BOUINEAU A. (1982).- Effets de la "pollution climatique" sur la pierre.- *4<sup>ème</sup> symp. sur la rech. en matière de poll. atmos.*, Arles, 29 p.

MATHER B. (1975).- New concern over alkali-aggregate reaction.- *Symp. on alkali-aggregate reactions - preventive measures*, Reykjavik.

MATTHEWS R.K. (1968).- Carbonate diagenesis : equilibration of sedimentary mineralogy to the subaerial environment; coral cap of Barbados, West Indies.- *J.Sediment.Petrol.*, 38-4, pp 1110-1119.

MAYOR H. (1961).- Quelques phénomènes d'altération de roches sédimentaires au Bas Congo belge.- *Thèse, Lausanne, Médecine et hygiène Ed.*, Genève, 219 p.

MEILHAC A., TARDY Y. (1970).- Genèse et évolution des séricites, vermiculites et montmorillonites au cours de l'altération des plagioclases en pays tempéré.- *Bull.Serv.Carte géol.Als.Lorr.*, 23, pp 145-161.

MEYER R. (1987).- *Paléoaltérites et paléosols. L'empreinte du continent dans les séries sédimentaires.*- *Manuels et méthodes*, Eds B.R.G.M., 13, 163 p.

MIELENZ R.C., KING M.E. (1955).- *Physical-Chemical Properties and Engineering Performance of Clays.*- California Div. Mines Bull, 169 pp.

MILLET J.C., RENIER D., GOGUEL B., MICHEL G. (1985).- Fissurations de barrages provoquées par un gonflement des bétons.- *Commission Internationale des Grands Barrages, 15<sup>ème</sup> congrès*, Lausanne, 2-57, pp 583-605.

MILLOT G. (1964).- *Géologie des argiles.*- Masson, Paris, 499 p.

MILLOT G., PAQUET H., RUELLAN A. (1969).- Néof ormation de l'attapulгите dans les sols à carapaces calcaires de la Basse Moulouya (Maroc Oriental).- *C.R.Acad.Sc.Paris, D*, 268, pp 2771-2774.

MONTLUCON J., LAKSHMANAN J., LEMOINE Y., DELETIE P. (1987).- Aspects techniques et physiques de l'opération Khéops.- *Ann.Inst.Tech.Bat.Trav.Publ.*, série Architecture et Urbanisme 72, 454, pp 110-131.

MORET L. (1953).- Les maladies de la pierre et leurs remèdes.- *Annales de l'Institut Polytechnique*, II, n°1.

MORRIS R.C., FLETCHER A.B. (1987).- Increased solubility of quartz following ferrous-ferric iron reactions.- *Nature*, 330, pp 558-561.

MURRAY J.W. (1954).- The deposition of calcite and aragonite in caves.- *J.Geol.*, 62, pp 481-492.

MUSTOE G.E. (1983).- Cavernous weathering in the Capitol Reef Desert, Utah.- *Earth Surface Processes and Landforms*, 8, pp 517-526.

NAHON D., DUCLOUX J., BUTEL P., AUGAS C., PAQUET H. (1980).- Néoformations d'aragonite, première étape d'une suite minéralogique évolutive dans les encroûtements calcaires.- *C.R.Acad.Sc.Paris*, 291-9, pp 725-727.

NETTERBERG F. (1969).- Ages of Calcretes in Southern Africa.- *S.Afr.Archaeo.Bull.*, 24, 3-4, pp 88-92.

NICHOLSON R.V., GILLHAM R.W., CHERRY J.A., REARDON E.J. (1988).- Reduction of acid generation in mine tailings through the use of moisture-retaining cover layers as oxygen barriers.- *Can.Geotech.J.*, 26, pp 1-8.

NICOLAS DE LAMBALLERIE G. (1962).- Contribution à l'étude des phénomènes de gonflement accompagnant l'hydratation des argiles compactes.- *Thèse Docteur Ingénieur, Université P.Sabatier, Toulouse.*

NIEMINEN P., UUSINOKA R. (1988).- The role of pore properties of rocks in the decay problem of building stones.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : *Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 2, pp 809-813.

NIXON P. J. (1978).- Floor heave in buildings due to the use of pyritic shales as fill material.- *Chem.Ind.*, 5, pp 160-164.

OBERHOLSTER R.E., KRUGER J.E. (1984).- Investigation of alkali-reactive, sulphide-bearing and by-product aggregates.- *Bull.Int.Ass.Eng.Geol.*, 30, pp 273-277.

OBERHOLSTER R.E., DAVIES R. (1986).- An accelerated method for testing the potential alkali reactivity of siliceous aggregates.- *Cement and Concrete research*, 16.

PAQUET H. (1970).- Evolution géochimique de minéraux argileux dans les altérations et les sols des climats méditerranéens tropicaux à saisons contrastées.- *Service de la Carte Géologique d'Alsace et de Lorraine, Strasbourg*, 210 p.

PAQUET J. (1964).- Contribution à l'étude de la maladie de la pierre.- *Les monuments historiques*, 2, pp 73-88.

PERAMI R. (1971).- Contribution à l'étude expérimentale de la microfissuration des roches sous actions mécaniques et thermiques.- *Thèse Sciences, Université Paul Sabatier, Toulouse*, 1 vol, 276 p.

PERUZZI R., ALESSANDRINI G., GIAMBELLI G., LIBORIO G., de CAPITANI L. (1978).- Characteristics and decay of stone material used in Ga'Granda (the old hospital of Milan building).- *Colloque international sur l'Altération et la protection des monuments en pierre*, Paris, Unesco/Rilem Ed., communication 1.5.

PIGEON M. (1988).- La durabilité au gel du béton.- *Coll. durabilité structures béton, E.N.P.C.*, Paris.

PLET-LAJOUX C., MONNIER G., PEDRO G. (1971).- Etude expérimentale sur la genèse et la mise en place des encroûtements gypseux.- *C.R.Acad.Sc.Paris*, D, 272, pp 3017-3020.

POCHON J. (1968).- Facteurs biologiques de l'altération des pierres.- *Colloque sur l'altération des pierres, ICOMOS, Bruxelles*, 1966-1967, pp 99-116.

POITEVIN P., REGOURD M. (1983).- Durabilité des bétons : cas des granulats réactifs.- *Ann.Inst.Tech.Bat.Trav.Publ.*, série matériaux 59, 413, pp 110-141.

PÜHRINGER J. (1983).- Salt migration and degradation by salt - a hypothesis.- *Swedish Council for Building Research, Stockholm*, D 15.

PYE K., SPERLING C.H.B. (1983).- Experimental investigation of silt formation by static breakage processes : the effect of temperature, moisture and salt on quartz dune sand and granitic regolith.- *Sedimentology*, 30, pp 49-62.

QUIGLEY R.M., VOGAN R. (1970).- Black shale heaving at Ottawa.- *Can.Geotech.J.*, 7, pp 106-113.

RANC R., SORRENTINO D., CARIOU B. (1990).- Réactions silico-alcalines. Mise au point de méthodes fiables.- *Ann.Inst. Tech.Bat.Trav.Publ.*, série essais et mesures 225, 480, pp 106-131.

REGOURD M. (1982a).- L'hydratation du ciment Portland.- Dans : BARON J. et SAUTEREY R. Ed., *Le béton hydraulique. Connaissance et pratique*.- Presses Ec. Nat. Pts et Ch., Paris, chap. 11, pp 193-221.

- REGOURD M. (1982b).- La résistance du béton aux altérations physiques et chimiques. Dans : BARON J. et SAUTEREY R. Ed., *Le béton hydraulique. Connaissance et pratique.*- Presses Ec. Nat. Pts et Ch., Paris, chap. 29, pp 513-530.
- REGOURD M. (1988).- Altération interne des bétons. La réaction alcalis-granulats.- *Coll. durabilité structures béton, E.N.P.C., Paris.*
- REGOURD M., KERISEL J., DELETIE P., HAGUENAUER B. (1988).- Micro-structure of mortars from three egyptian pyramids.- *Cement and Concrete Research*, 18, pp 81-90.
- REISNER G.A. (1942).- A History of the Giza Necropolis.- *Havard Univ.Press.*, Cambridge, 532 p.
- RICE A. (1976).- Insolation warmed over !.- *Geology*, 5, pp 189-190.
- ROBINET A. (1990).- Le comportement du gypse soumis à la dissolution. Exemple du réservoir du Mont-Cenis (Savoie). Surveillance de l'évolution. Evaluation quantitative du phénomène.- *Thèse de l'Université de Nancy I*, 1 vol.
- ROTH E.S. (1965).- Temperature and water content as factors in desert weathering.- *J.Geol.*, 73, pp 454-468.
- SAHORES J. (1962).- Contribution à l'étude des phénomènes mécaniques accompagnant l'hydratation de l'anhydrite.- *Publ. Techn. du Centr. Etu. Rech. Ind. Liants Hydr.*, 126, Paris.
- SAID R. (1962).- *The Geology of Egypt.*- Elsevier, Amsterdam, New-York, 377 p.
- SHAYAN A. (1988).- Deterioration of a concrete surface due to the oxydation of pyrite contained in pyritic aggregates.- *Cement and Concrete Research*, 18, pp 723-730.
- SPERLING C.H.B., COOKE R.U. (1985).- Laboratory simulation of rock weathering by salt crystallization and hydration processes in hot, arid environments.- *Earth surface processes and landforms*, 10, pp 541-555.
- STANTON T.E. (1940).- Expansion of concrete through reaction between cement and aggregate.- *Trans.Am.Soc.Civil Eng.*107, 2129, pp 53-126.
- STEOPOE A. (1970).- *La durabilité du béton.*- Eyrolles, Paris, 168p.
- STIEVENARD-GIREAUD D. (1987).- Etude de la réaction alcalis- silice dans les bétons.- *Rap.Rech. L.P.C.*, 144, Labo. Centr. Pts et Ch., Paris.
- TAFT W.H. (1967).- Physical chemistry of formation of carbonates.- In : CHILINGAR G.V. et al. Ed., *Developments in sedimentology 9B : Carbonate rocks.* Elsevier, Amsterdam, pp 151-167.

- TARDY Y. (1969).- Géochimie des altérations. Etude des arènes et des eaux de quelques massifs cristallins d'Europe et d'Afrique.- *Thèse Doct. Sci. nat., Université de Strasbourg*, 274 p.
- TINTANT H. (1983).- La grande énigme de l'évolution.- *Histoire et archéologie, les dossiers*, 73.
- TOURENQ C., PRIMEL L. (1980).- Propriétés et prospection des roches et des granulats.- Dans : ARQUIE G. Ed., *Granulats*, Eds Anciens E.N.P.C., Paris, VI, pp 97-135.
- TRAUNECKER C., WUTTMANN M. (1982).- Les maladies de la pierre à Karnak.- *Histoire et archéologie, dossiers*, 61, pp 96-103.
- UNIKOWSKI Z.R. (1982).- Influence des argiles sur les propriétés des mortiers de ciment.- *Rap.Rech.L.P.C.*, 110, Labo. Centr. Pts et Ch., Paris.
- VAZQUEZ E., TORAL T. (1984).- Influence des sulfures de fer des granulats du Maresme (Barcelone) sur les bétons.- *Bull.Int.Ass. Eng.Geol.*, 30, pp 297-300.
- VENUAT M. (1969).- *Ciments et bétons.- Que sais-je ?*, Presses Universitaires de France, 1339.
- VENUAT M., ALEXANDRE J. (1969).- De la carbonatation du béton.- *Revue des Mat. de Constr.*, 640.
- VERGES V., MADON M., BRUAND A., BOCQUIER G. (1982).- Morphologie et cristallogenèse de microcristaux supergènes de calcite en aiguilles.- *Bull.Minéral.*, 105, pp 351-356.
- WALLACE W. (1865).- An analysis of mortar from the Great Pyramid, materials and industries.- *Chemical News*, 11, p 185.
- WARD W.C., MAC DONALD K.C. (1979).- Nubia formation of central eastern Desert, Egypt. Major subdivisions and depositional setting.- *Bull.Am.Ass.Petrol.Geol.*, 63 (6), pp 975-983.
- WATSON A. (1985).- Structure, chemistry and origins of gypsum crusts in southern Tunisia and the central Namib Desert.- *Sedimentology*, 32, pp 855-875.
- WATSON J. (1911).- *British and Foreign Building Stones.- Cambridge Univ.Press.*, 483 p.
- WINKLER E.M. (1973).- *Stone : Properties, Durability in Man's Environment.- Springer-Verlag, New-York.*
- WINKLER E.M. (1982).- Decay of stone monuments and buildings : the role of acid rain.- *Technology and conservation, Spring 1982*, pp 32-36.

WINKLER E.M. (1987).- Weathering and Weathering Rates of Natural Stone.- *Environ.Geol.Water.Sci.*, vol. 9, n°2, pp 85-92.

WINKLER E.M. (1988).- Weathering of crystalline marble.- In : MARINOS P.G. et KOUKIS G.C. Ed., Proc. of an Inter. Symp. IAEG, Athens : *Engineering Geology of Ancient Works, Monuments and Historical Sites*, Balkema, Rotterdam, 2, pp 717-721.

WINKLER E.M., WILHELM E.J. (1970).- Salt Burst by Hydration Pressures in Architectural Stone in Urban Atmosphere.- *Geol. Soc.America Bull.*, 81, pp 567-572.

WINKLER E.M., SINGER P.C. (1972).- Crystallization Pressure of Salts in Stone and Concrete.- *Geol.Soc.America Bull.*, 83, pp 3509-3513.

WOLLAST R., DEBOUVERIE D., DUVIGNEAUD P.H. (1967).- Influence of Sr and Mg on the stability of calcite and aragonite.- In : CHILINGAR G.V. et al. Ed., Developments in sedimentology 9B : *Carbonate rocks*. Elsevier, Amsterdam, pp 274-277.

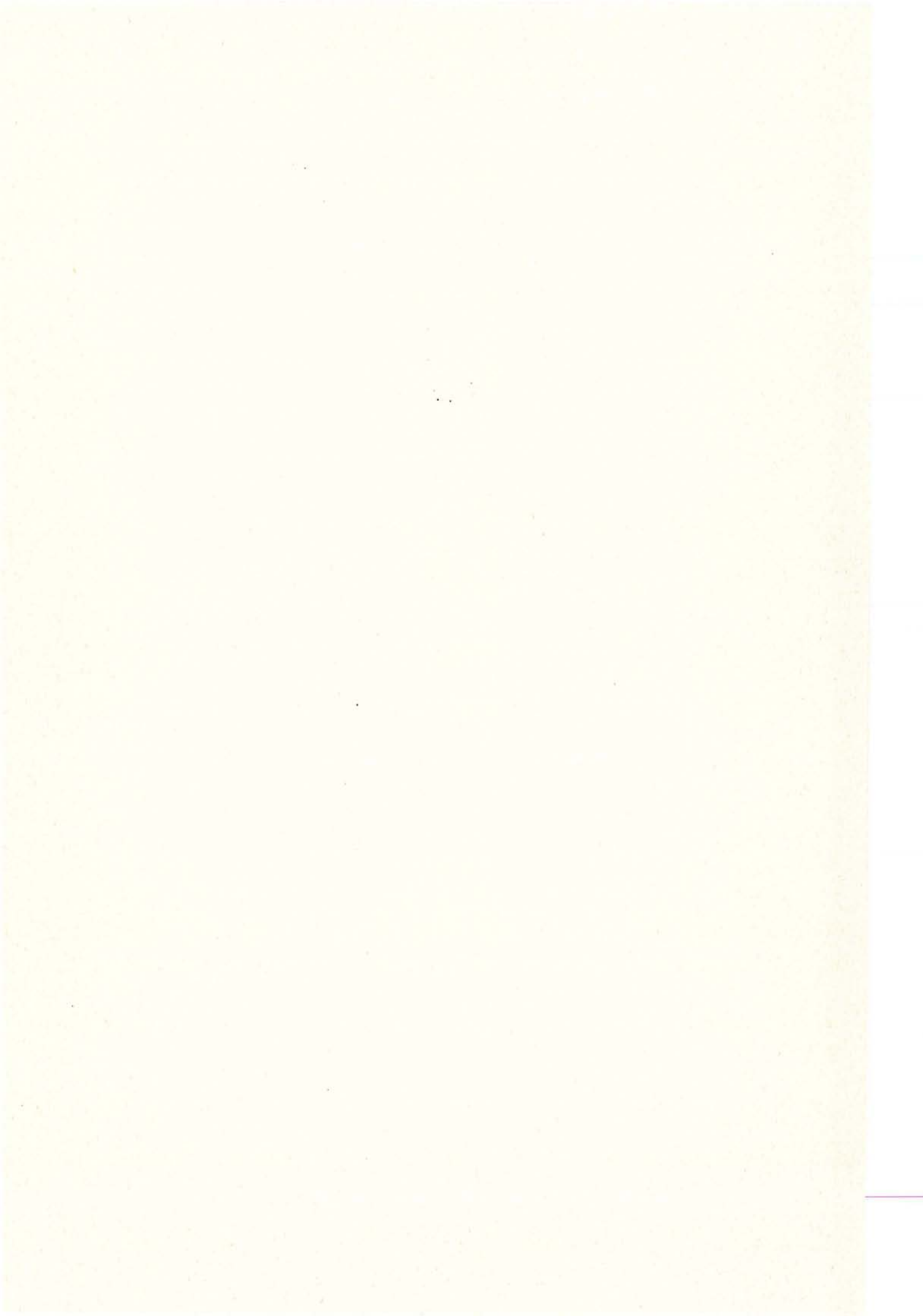
WOOD J. (1988).- Désordres provoqués par la réaction alcalis-granulats dans les ouvrages en béton armé.- *Ann.Inst. Tech.Bat.Trav.Publ.*, série béton 259, 469, pp 86-99.

YONGE C.J., ROY KROUSE H. (1987).- The origin of sulphates in Castleguard Cave, Columbia Icefields, Canada.- Dans : N.CLAUER and S.CHAUDHURI Ed., Isotopes in the Sedimentary Cycle. *Chem.Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 65 : pp 427-433.

YOUNG A.R.M. (1987).- Salt as an agent in the development of cavernous weathering.- *Geology*, 15, pp 962-966.

ZELLER E.J., WRAY J.L. (1956).- Factors influencing precipitation of calcium carbonate.- *Bull.Am.Ass.Petrol.Geol.*, 40, pp 140-152.

ZEN E.A. (1965).- Solubility measurements in the system  $\text{CaSO}_4\text{-NaCl-H}_2\text{O}$  at 35°, 50°, and 70°C and one atmosphere pressure.- *J.Petrology*, 6, pp 124-164.







----- 4.- ENVIRONNEMENT DU MATERIAU -----

- PROVENANCE.....
- CLIMAT.....
- TEMPERATURE MOYENNE ( C).....
- PRECIPITATIONS ANNUELLES (en mm d'eau).....
- HUMIDITE (sec/humide/satur).....
- POLLUTION URBAINE (pollu/propre).....
- EXPOSITION P/R AUX AGENTS ATMOSPHERIQUES.....
- CONTRAINTES SUPPORTEES (sollicit/inerte).....

----- 5.- AGE DU MATERIAU -----

- ARCHEOLOGIQUE (annes)...      - GEOLOGIQUE.....

# ANNEXE 2

## Tableaux de contingence

(analyses au chapitre III.B.2.3.2)

		Exposition			Humidité			Température			Age		
		enfoul	abrité	exposé	sec	humid	satur	10'	30'		3000	1000	
Degré d'altération	1	2	6	8	9	5	2	3	0	13	11	2	3
	2	4	12	21	18	13	6	10	0	27	23	7	7
	3	2	9	18	16	8	5	3	2	24	21	6	2
	4	1	11	9	8	8	5	4	0	17	13	5	3
	5	0	4	5	5	3	1	0	2	7	6	1	2

		Porosité			Type de matériaux				
		% 20			Calc.	Grès	Gran.	Mor. ex	Mor. gy
Degré d'altération	1	14	1	1	12	0	0	2	0
	2	19	12	5	13	4	1	7	9
	3	6	15	9	10	1	1	2	11
	4	3	10	8	2	4	3	2	9
	5	1	2	6	5	1	1	1	1

		Humidité		
		sec	humide	satur
Porosité %	5	26	12	4
	20	19	16	6
		11	9	9



NOM DE L'ETUDIANT : QUENEE BERNARD

NATURE DE LA THESE : DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE NANCY I

VU, APPROUVE ET PERMIS D'IMPRIMER

NANCY, le 03 DEC. 1990 / 2466

LE PRESIDENT DE L'UNIVERSITE DE NANCY I

