

50376  
1978  
139

N° ORDRE 726

50376  
1978  
139

UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES  
DE LILLE



**RAYMOND PIGACHE**

**ETUDE ET REALISATION D'UN BETON CELLULAIRE  
AUTOCLAVE A BASE DE LOESS**



Soutenue le décembre 1978, devant la COMMISSION D'EXAMEN

J. PROUVOST, <i>Professeur</i>	Président
A. LEBRUN , <i>Professeur</i>	Examineur
J. ESTEOULE, <i>Professeur</i>	Examineur
L. PONSOLLE, <i>Maître de conférences</i>	Examineur
E. MERIAUX , <i>Maître de conférences</i>	Examineur
J. DARRE	Invité

*thèse 3<sup>e</sup> cycle,  
géologie appliquée*

"Pourquoi m'irais-je enquérir des Tartares  
Et des pays étrangers et barbares,  
Quant à peine ai-je cognoissance  
Du lieu de ma naissance ?

Ronsard

*A mes Parents,  
à ma femme,  
pour mon fils*

DOYENS HONORAIRES De l'Ancienne Faculté des Sciences

MM. R.DEFRETIN, H.LEFEBVRE, M.PARREAU.

PROFESSEURS HONORAIRES des Anciennes Facultés de Droit  
et Sciences Economiques, des Sciences et des Lettres

MM. ARNOULT, Mme BEAUJEU, BONTE, BROCHARD, CHAPPELON, CHAUDRON, CORDONNIER,  
CORSIN, DECUYPER, DEHEUVELS, DEHORS, DION, FAUVEL, FLEURY, P.GERMAIN, GLACET,  
GONTIER, HEIM DE BALSAC, HOCQUETTE, KAMPE DE FERIET, KOUGANOFF, LAMOTTE,  
LASSERRE, LELONG, Mme LELONG, LHOMME, LIEBAERT, MARTINOT-LAGARDE, MAZET,  
MICHEL, PEREZ, ROIG, ROSEAU, ROUELLE, SAVARO, SCHILTZ, WATERLOT, WIEMAN,  
ZAMANSKI.

ANCIENS PRESIDENTS DE L'UNIVERSITE  
DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

MM. R.DEFRETIN, M.PARREAU, J.LOMBARD.

PRESIDENT DE L'UNIVERSITE  
DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

M. M.MIGEON.

PROFESSEURS TITULAIRES

M. BACCHUS Pierre	Astronomie
M. BEAUFILS Jean-Pierre	Chimie Physique
M. BILLARD Jean	Physique du Solide
M. BIAYS Pierre	Géographie
M. BONNOT Ernest	Biologie Végétale
M. BOUGHON Pierre	Algèbre
M. BOURIQUET Robert	Biologie Végétale
M. CELET Paul	Géologie Générale
M. COEURE Gérard	Analyse
M. CONSTANT Eugène	Electronique
M. CORDONNIER Vincent	Informatique
M. DEBOURSE Jean-Pierre	Gestion des Entreprises
M. DELATTRE Charles	Géologie Générale
M. DELHAYE Michel	Chimie Physique
M. DERCOURT Jean	Géologie Générale
M. DURCHON Maurice	Biologie Expérimentale
M. FAURE Robert	Mécanique
M. FOURET René	Physique du Solide
M. GABILLARD Robert	Electronique
M. GRANELLE Jean-Jacques	Sciences Economiques
M. GRUSON Laurent	Algèbre
M. GUILLAUME Jean	Microbiologie
M. HECTOR Joseph	Géométrie
M. HEUBEL Joseph	Chimie Minérale
M. LABLACHE-COMBIER Alain	Chimie Organique

M. LACOSTE Louis	Biologie Végétale
M. LANSRAUX Guy	Physique Atomique et Moléculaire
M. LAVEINE Jean-Pierre	Paléontologie
M. LEBRUN André	Electronique
M. LEHMANN Daniel	Géométrie
Mme LENOBLE Jacqueline	Physique Atomique et Moléculaire
M. LHOMME Jean	Chimie
M. LINDER Robert	Biologie et Physiologie Végétales
M. LOMBARD Jacques	Sociologie
M. LOUCHEUX Claude	Chimie Physique
M. LUCQUIN Michel	Chimie Physique
M. MAILLET Pierre	Sciences Economiques
M. MONTREUIL Jean	Biochimie
M. PARREAU Michel	Analyse
M. PAQUET Jacques	Géologie Générale
M. PROUVOST Jean	Minéralogie
M. SALMER Georges	Electronique
Mme SCHWARTZ Marie-Hélène	Géométrie
M. SEGUIER Guy	Electrotechnique
M. STANKIEWICZ François	Sciences Economiques
M. TILLIEU Jacques	Physique Théorique
M. TRIDOT Gabriel	Chimie Appliquée
M. VIDAL Pierre	Automatique
M. VIVIER Emile	Biologie Cellulaire
M. WERTHEIMER Raymond	Physique Atomique et Moléculaire
M. ZEYTOUNIAN Radyadour	Mécanique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. BELLET Jean	Physique Atomique et Moléculaire
M. BKOUCHE Rudolphe	Algèbre
M. BODARD Marcel	Biologie Végétale
M. BOILLY Bénoni	Biologie Animale
M. CAPURON Alfred	Biologie Animale
M. CARREZ Christian	Informatique
M. CORTOIS Jean	Physique Nucléaire et Corpusculaire
Mme DACHARRY Monique	Géographie
M. DEVRAINNE Pierre	Chimie Minérale
M. GOSSELIN Gabriel	Sociologie
M. GOUDMAND Pierre	Chimie Physique
M. GUILBAULT Pierre	Physiologie Animale
M. HERMAN Maurice	Physique Spatiale
M. JOURNEL Gérard	Physique Atomique et Moléculaire
Mme LEHMANN Josiane	Analyse
M. LENTACKER Firmin	Géographie
M. LOUAGE Francis	Electronique
M. MAIZIERES Christian	Automatique
Mle MARQUET Simone	Probabilités
M. MESSELYN Jean	Physique Atomique et Moléculaire
M. MIGEON Michel	Chimie Physique
M. MONTEL Marc	Physique du Solide
M. RACZY Ladislas	Electronique
M. ROUSSEAU Jean-Paul	Physiologie Animale
M. SLIWA Henri	Chimie Organique
M. WATERLOT Michel	Géologie Générale

MAITRES DE CONFERENCES (et Chargés d'Enseignement)

M. AL FAKIR Sabah	Algèbre
M. ANTOINE Philippe	Analyse
M. BART André	Biologie Animale
Mme BATTIAU Yvonne	Géographie
M. BEGUIN Paul	Mécanique
M. BOBE Bernard	Sciences Economiques
M. BONNELLE Jean-Pierre	Chimie
M. BOSCO Denis	Probabilités
M. BREZINSKI Claude	Analyse Numérique
M. BRUYELLE Pierre	Géographie
M. CHAMLEY Hervé	Géotechnique
M. COQUERY Jean-Marie	Psychophysologie
M. COURBIS Bernard	Sciences Economiques
M. COUTURIER Daniel	Chimie Organique
M. DEBRABANT Pierre	Géologie Appliquée
M. DEGAUQUE Pierre	Electronique
M. DELORME Pierre	Physiologie Animale
M. DE PARIS Jean-Claude	Mathématiques
M. DHAINAUT André	Biologie Animale
M. DOUKHAN Jean-Claude	Physique du Solide
M. DUBOIS Henri	Physique
M. DUBRULLE Alain	Physique
M. DUEE Gérard	Géologie
M. DYMENT Arthur	Mécanique
M. ESCAIG Bertrand	Physique du Solide
M. FLAMME Jean-Marie	Technologie de Construction
M. FONTAINE Hubert	Physique
M. GAMBLIN André	Géographie
M. GOBLOT Rémi	Algèbre
M. GREVET Patrick	Sciences Economiques
M. JACOB Gérard	Informatique
M. KREMBEL Jean	Biochimie
M. LAURENT François	Automatique
Mlle LEGRAND Denise	Algèbre
Mlle LEGRAND Solange	Algèbre
M. LEVASSEUR Michel	Sciences Economiques
M. LHENAFF René	Géographie
M. LOCQUENEUX Robert	Physique Théorique
M. LOSFELD Joseph	Informatique
M. MACKE Bruno	Physique
M. MIGNOT Fulbert	Analyse Numérique
M. N'GUYEN VAN CHI Régine	Géographie
M. PARSY Fernand	Mécanique
Mlle PAUPARDIN Colette	Biologie Physiologie Végétales
M. PERROT Pierre	Chimie Appliquée
M. PERTUZON Emile	Physiologie Animale
M. PONSOLLE Louis	Chimie Physique
M. POVY Lucien	Automatique
M. RICHARD Alain	Biologie
M. RIETSCH François	Chimie
M. ROGALSKI Marc	Analyse
M. ROY Jean-Claude	Psychophysologie
M. SALAMA Pierre	Sciences Economiques
Mme SCHWARZBACH Yvette	Mathématiques
M. SIMON Michel	Sociologie
M. SOMME Jean	Géographie

M<sup>lle</sup> SPIK Geneviève  
M. STERBOUL François  
M. TAILLIEZ Roger  
M. TOULOTTE Jean-Marc  
M. TREANTON Jean-René  
M. VANDORPE Bernard  
M. WALLART Francis  
M<sup>me</sup> ZINN-JUSTIN Nicole

Biochimie  
Informatique  
Biologie  
Automatique  
Sociologie  
Chimie Minérale  
Chimie  
Algèbre

- AVANT PROPOS -

*Si cet ouvrage, conclusion de plusieurs années d'étude dans le cadre de l'application de la minéralogie aux matériaux de construction, a pu être mené à terme, ce n'est pas sans le concours de nombreuses personnes, en particulier Monsieur le Professeur Jean Prouvost, Directeur de l'U. E. R. de Géologie de l'Université des Sciences et Techniques de Lille qui a bien voulu m'accorder sa confiance et me confier ce travail.*

*Je lui sais gré de m'avoir laissé toute latitude dans le choix des méthodes et de m'avoir aidé à dégager les conclusions les plus importantes.*

*J'assure de ma reconnaissance le Syndicat national des fabricants de chaux et ciments en la personne de son secrétaire général Monsieur Darré qui, en acceptant de me recevoir longuement, m'a permis d'appréhender les préoccupations techniques et économiques d'une profession confrontée quotidiennement aux problèmes des matériaux de construction.*

*Je remercie, par ailleurs, Monsieur le Professeur J. Estéoule de l'INSA de Rennes qui m'a accueilli et m'a fait bénéficier de ses travaux dans des domaines très voisins au cours d'un stage trop bref dans son laboratoire.*

*Par ailleurs, je suis l'obligé de Monsieur le Professeur Lebrun, Directeur scientifique du CRESMAT, pour avoir consenti à examiner ce travail.*

*Je suis particulièrement reconnaissant à Monsieur le Professeur L. Ponsolle de m'avoir initié aux techniques de la microscopie électronique et ses applications. L'intérêt qu'il a porté à cette étude et les travaux en commun qui en ont été la conséquence ont permis de développer et d'étayer une part importante de cette étude. Je le remercie également de bien avoir voulu en examiner la synthèse.*

Que Monsieur le Professeur E. Mériaux, Directeur de l'I. U. T. d'Amiens, voit en cet ouvrage la concrétisation du souhait qu'il avait émis à l'issue d'un examen, il y a de cela six ans où il m'avait vivement conseillé d'orienter mes études vers la Géologie Appliquée.

Les fructueuses discussions que j'ai eues avec Monsieur Sommé, Professeur à l'U. E. R. de Géographie et membre de la commission européenne des loess, ont permis de circonscrire les secteurs géographiques les plus favorables à l'exploitation des matériaux naturels en vue de telles fabrications.

Pour la connaissance et l'expérience qu'il a acquis des réactions silico-calcaires ainsi que par les documents difficiles d'accès qu'il a spontanément mis à ma disposition, Monsieur Perret de l'INSA de Rennes a sans doute contribué à cette étude, qu'il en soit remercié.

Ma gratitude va également à Messieurs Henry, Tancrez et Doremus de l'Eudil pour avoir assuré une partie des examens au microscope électronique et les essais en compression.

Le travail expérimental a été facilité par l'expérience de Monsieur Leclercq. Je lui adresse mes remerciements cordiaux ainsi qu'à Monsieur Ricard pour l'aide qu'il m'a promulguée lors des essais préliminaires d'autoclavage.

J'assure de ma reconnaissance Monsieur B. Maitte qui a accepté de consacrer un peu de son temps pour les études cristallographiques et considéré, d'un oeil critique, la rédaction finale.

Je remercie l'ensemble du personnel technique sans qui cette thèse n'aurait pu être achevée : Madame Brebion, Mademoiselle Mulier et Monsieur Carpentier.

J'adresse également mes remerciements à tous ceux, enseignants et camarades, qui m'ont aidé au cours de cette étude. Je les prie de m'excuser de ne pouvoir les citer tous, tant ils sont nombreux.

P R E A M B U L E

-----

Dans le cadre de la géologie appliquée, le laboratoire de Minéralogie a consacré, depuis plusieurs années, une partie de ses recherches au domaine particulier des matériaux de construction.

Parmi ceux-ci, l'étude de la carbonatation d'un mélange de sable et de chaux grasse nous a familiarisé avec les pierres dites artificielles.

Les résultats obtenus et les méthodes d'investigations propres à ce type de matériau ont fait l'objet d'un rapport dans le cadre d'un Diplôme d'Etudes Approfondies.

Des ressemblances morphologiques entre les échantillons présentés et certains bétons alvéolaires autoclavés ayant été remarquées, nous avons été amenés à considérer avec attention ces agglomérés.

Des recherches bibliographiques nous montrèrent rapidement les remarquables propriétés de ces matériaux. Outre une manipulation aisée, leur faible densité permet la construction de murs porteurs sur des fondations réduites. Mais leur qualité primordiale a été singulièrement mise en relief par l'augmentation des tarifs pétroliers et les mesures d'économie qui en découlèrent. En effet, leur structure alvéolaire leur confère des propriétés qui les font figurer parmi les matériaux les plus isolants.

D'autre part, le procédé de fabrication qui nécessite un investissement en matériel important se révèle, à moyen terme, beaucoup plus économique que celui utilisé pour la fabrication des matériaux traditionnels.

Les constituants sont autoclavés pendant 10 heures à 180°C ; la cuisson de briques creuses requiert par contre une température homogène de 900°C pendant 12 heures, après un séchage de 24 à 48 heures à 60°C. On constate que toute augmentation du prix du fuel entraîne une progression du prix de revient, relativement moindre pour les produits autoclavés.

Nous avons cherché, dans ce travail, à minimiser les coûts d'investissement et de fonctionnement d'une unité de production de béton alvéolaire autoclavé.

L'un des premiers stades de la fabrication du mélange destiné à l'autoclave consiste à réduire en farine du sable quartzeux propre. Or, les

broyeurs, malgré les améliorations qui leur ont été apportées, dispersent, sous forme de chaleur, la plus grande partie de l'énergie qui leur est fournie. Une très faible fraction de celle-ci sert effectivement à broyer le sable.

Ce problème a été abordé par Monsieur H. Pollet en 1970, au cours de travaux portant sur un béton à haute résistance à l'écrasement. Il déclarait à ce propos "qu'il est bien inutile de broyer le sable alors que la nature nous offre le travail tout fait, dans le cas de l'argile".

Nous avons étudié les possibilités d'utilisation, non pas d'argile, mais d'un agrégat présentant une teneur en quartz plus importante : le limon de plateau, facilement exploitable par sa vaste répartition, son gîte et son extraction aisée.

Cette étude a été menée de manière à être directement applicable industriellement. A cet effet, nous nous sommes attachés à respecter la législation et les méthodes de prévisions actuellement en vigueur.

Ces deux aspects sont présentés dans le premier chapitre.

*C H A P I T R E P R E M I E R*

INTRODUCTION

A - LEGISLATION

Les combats de la dernière guerre mondiale détruisirent un grand nombre d'édifices. A la fin des hostilités, les gouvernements d'alors établirent "le programme de reconstruction".

Dans celui-ci, figuraient des allusions imprécises quant à l'isolation thermique et phonique des bâtiments tant publics que privés.

Les textes successifs laissèrent longtemps aux constructeurs une grande liberté d'action.

Ainsi, l'arrêté de 1955 stipule que les constructions doivent être protégées de l'humidité, des variations de température et des conditions climatiques.

Plus précis est l'article 6 du règlement du 14 juin 1969 (Journal Officiel du 24 juin 1969) : "L'installation du chauffage doit assurer le maintien d'une température de 18°C au centre des pièces". (Ce qui est toujours possible, quelle que soit la nature des cloisons : il suffit simplement de pousser le chauffage).

En 1973, "la crise du pétrole" a conduit le gouvernement à contrôler plus sévèrement les méthodes de construction. (En effet, la consommation d'énergie pour le chauffage représentait, en 1972, 34 millions de tonnes de fuel, soit 40 % des importations).

Ainsi, au Journal Officiel du 18.04.74, paraissait le décret n° 74-306 du 10.04.74 (voir texte intégral dans l'annexe I).

Les instructions sont impératives : les équipements et caractéristiques des bâtiments d'habitation doivent permettre de maintenir une température au-dessus de 18°C au centre des pièces, comme l'indiquaient les décrets et arrêtés antérieurs. Mais dorénavant, la caractéristique d'isolation prise en considération est un critère physique donc mesurable et par conséquent contrôlable.

Il s'agit du coefficient de déperdition thermique désigné par la lettre G. Il est défini par ces termes : "le coefficient G d'un logement est égal aux déperditions thermiques de celui-ci, pour un degré d'écart de température entre l'intérieur et l'extérieur, divisées par son volume habitable".

Il est exprimé en Watts par mètre cube et par degré Celsius.

Du fait des particularités géographiques, de la latitude et de l'exposition aux vents dominants, le territoire métropolitain est divisé en

trois zones. Les valeurs imposées du coefficient G sont modulées en fonction de ces données climatiques. Chaque zone est elle-même subdivisée en sept classes à l'intérieur desquelles le coefficient zonal est légèrement modifié afin de tenir compte des critères spécifiques à chaque type d'habitation.

Ces considérations sont liées à leur volume habitable, à leur situation (bâtiments indépendants ou non), ainsi qu'au rapport de la surface habitable aux surfaces des parois.

Pour la première fois apparaît le coefficient de déperdition thermique G.

L'isolation phonique a également intéressée le législateur. Elle a été successivement régie par :

- l'arrêté du 14 juin 1969
- la circulaire n° 1084 du 23.08.1975
- le fascicule ministériel n° 1383 relatif au label acoustique.

Ces différents décrets ont été modifiés par l'arrêté sur l'isolation acoustique du 07.01.76.

Ces textes ont largement été répandus et explicités par les organismes paralégaux.

- Les indications du D. T. U. (Document Technique Unifié) ont établi "les règles de calcul des caractéristiques thermiques et phoniques des bâtiments publics et des locaux d'habitation", rédigées en 1963 (mises à jour en février 1966, décembre 1967 et août 1971).

- L'association des ingénieurs de chauffage et de ventilation de France a répandu les arrêtés ministériels dans leur profession.

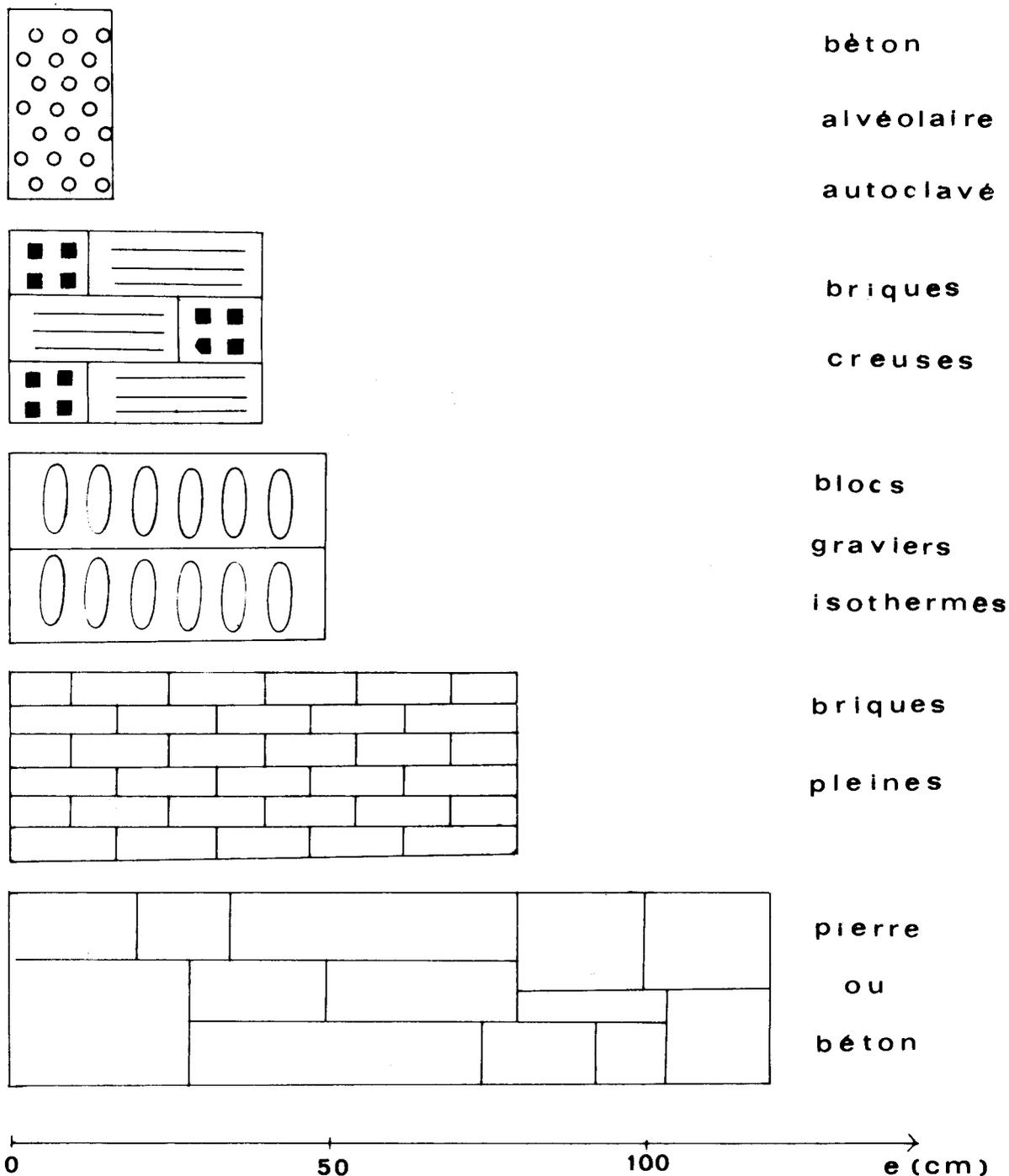
- Pour le bâtiment, c'est le Centre d'Etude et de Recherche de l'Industrie du Béton manufacturé (C. E. R. I. B.) ainsi que l'Institut Technique du Bâtiment et des Travaux Publics (I. T. B. T. P.) qui se sont chargés de cette diffusion.

Les particuliers peuvent également s'informer auprès de l'E. D. F. pour prendre connaissance des recommandations des normes d'isolation en catégorie II.

## B - ISOLATION THERMIQUE DES CONSTRUCTIONS

## I. ETUDE COMPARATIVE DE DIFFERENTS TYPES DE CLOISON

Ces différents arrêtés trouvent leur justification si l'on compare le pouvoir isolant des matériaux les plus couramment utilisés en construction.



- fig. 1 -

Pour obtenir une isolation thermique équivalente à un aggloméré alvéolaire autoclavé de 20 cm d'épaisseur, il faudrait :

- 40 cm de briques creuses
- 50 cm de blocs graviers isothermes
- 80 cm de briques pleines
- 1,40 m de pierres ou béton.

II. ESTIMATION DES PERTES DANS UN TYPE DE LOCAL CONSTRUIT AVEC DES MATERIAUX DIFFERENTS

1) Méthodes d'évaluation des déperditions

Dans le cas d'un immeuble, on estime les déperditions en calculant le coefficient volumique des déperditions thermiques : G.

Dans ce calcul, interviennent les paramètres suivants :

- la nature des murs,
- les boiseries (portes, fenêtres, baies)
- les plafonds
- les planchers
- les ponts thermiques et points singuliers
- le renouvellement de l'air à l'intérieur de la construction.

2) Calcul de coefficient volumique de déperditions thermiques

La caractéristique fondamentale est la conductivité  $\lambda$  exprimée en W/m°C ou en Kcal/m°C h.

A partir des valeurs de  $\lambda$ , on passe aisément aux valeurs de K ou coefficient de transmission thermique :

$$K = \frac{1}{\frac{1}{h_i} + \frac{1}{h_e} + \frac{1}{\lambda}}$$

$h_i$  et  $h_e$  sont des constantes liées aux échanges par convection et par rayonnement : elles sont données dans des tables (fig. n° 2).

Connaissant les différentes valeurs de K, on peut en déduire G.

$$G = \frac{SK_{\text{mur}} + SK_{\text{vitre}} + SK_{\text{plafond}} + SK_{\text{plancher}} + 0,34 V}{\text{Volume habitable}}$$

avec S = surface des différentes parties et V = volume habitable.

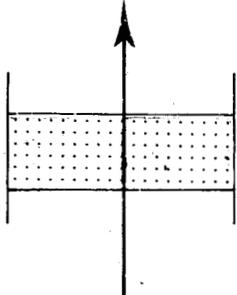
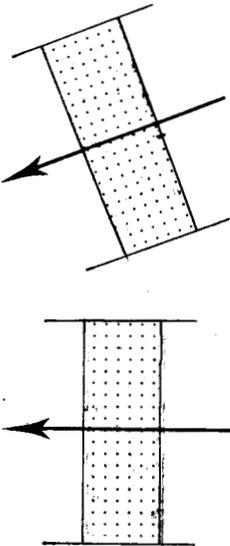
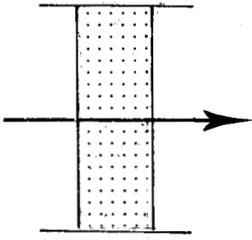
Inclinaison de la paroi et sens du flux	Parois extérieures		Parois intérieures	
	$h_i$	$h_e$	$h_i$	$h_e$
	7,69	14,28	7,14	7,14
	9,09	16,66	8,33	8,33
	5,00	16,66	5,00	5,00

TABLE DES CONSTANTES  $h_i$  ET  $h_e$   
(Détermination du coefficient K).



### 3) Evaluation du coefficient de déperdition G

Les pertes sont déterminées pour des habitations de même type mais dont la nature des murs et des planchers varie.

Nous avons utilisé des matériaux réputés pour leur bonne isolation. La nature des murs influe très sensiblement sur les pertes calorifiques et par conséquent sur la consommation d'énergie.

Les mêmes calculs effectués pour un pavillon construit en briques pleines de 25 cm d'épaisseur et muni de la même isolation pour la toiture et les fenêtres donnent un coefficient  $G = 2,82$ , soit une dépense d'énergie plus que doublée par rapport à un immeuble dont les murs sont réalisés en agglomérés de béton alvéolaire autoclavé.

Ces diverses constatations d'ordre économique ainsi que les problèmes liés à ce mode de fabrication par autoclavage nous ont amené à étudier ce type d'agglomérés.

Il faut noter à leur propos que le béton cellulaire n'est pas réellement un béton au sens normalisé du terme, mais un mortier fin enrobant des pores.

C'est la présence de ces pores qui justifie malgré tout leur dénomination. Chacun d'eux remplace un agrégat gros (d'une taille toute relative d'ailleurs). De sorte que, si l'on tient compte de ces vides, le matériau obtenu est un béton composé d'une pâte de liant et d'agrégat gros et fins dont l'un d'entre eux est un gaz.

Origine des déperditions	Mur en éléments préfabriqués homogène en béton plein d'argile expansée de 24 cm		
	K (W/m°C)	S (m <sup>2</sup> )	KS
Murs pleins	1,45	76,32	110,66
Fenêtres, baies, portes menuiserie bois, double vitrage (10 à 14 mm)	2,60	16,00	41,60
Plancher haut, isolation par 15 cm de laine de verre avec toiture traditionnelle	0,26	92,32	24,00
Plancher bas avec cave non chauffée	1,45	92,32	133,86
Ponts thermiques	5 % du total des déperditions		15,50
Renouvellement d'air	Volume habitable 223,88 x 0,35		78,36
Total des déperditions			403,98
$G = \frac{\text{Total des pertes}}{\text{Volume habitable}}$	$\frac{403,98}{223,88}$		1,80

Origine des déperditions	Maçonnerie en blocs creux de béton de laitier expansé, lame d'air, contre-cloison en briques plâtrières		
	K (W/m°C)	S (m <sup>2</sup> )	K.S
Murs pleins	1,00	76,32	76,32
Fenêtres, baies, portes menuiserie bois, double vitrage (10 à 14 mm)	2,60	16,00	41,60
Plancher haut, isolation par 15 cm de laine de verre avec toiture traditionnelle	0,26	92,32	24,00
Plancher bas avec cave non chauffée	1,000	92,32	92,32
Ponts thermiques	5 % du total des déperditions		11,71
Renouvellement d'air	Volume habitable 223,88 x 0,35		78,36
Total des déperditions			324,31
$G = \frac{\text{Total des pertes}}{\text{Volume habitable}}$	$\frac{324,31}{223,88}$		= 1,45



Maçonnerie à simple paroi de 27,5 cm à 3 alvéoles de 25 mm de béton de laitier expansé			Murs en béton d'argile expansée banchée de 20 cm + 2 cm de polystyrène expansé + 1 cm de plâtre cartonné		
K (W/m°C)	S (m <sup>2</sup> )	K.S	K (W/m°C)	S (m <sup>2</sup> )	K.S
1,32	76,32	100,74	1,04	76,32	79,37
2,60	16,00	41,60	2,60	16,00	41,60
0,26	92,32	24,00	0,26	92,32	24,00
1,32	92,32	121,86	1,45	92,32	133,86
5 % du total des déperditions		14,41	5 % du total des déperditions		13,94
Volume habitable 223,88 x 0,35		78,36	Volume habitable 223,88 x 0,35		78,36
		380,91			371,13
$\frac{380,91}{223,88}$		1,70	$\frac{371,13}{223,88}$		1,65



Origine des déperditions	Maçonnerie à simple paroi de 25 cm en bloc de béton cellulaire autoclavé ( $\rho = 500 \text{ kg/m}^3$ )		
	K (W/m°C)	S (m <sup>2</sup> )	KS
Murs pleins	0,65	76,32	49,61
Fenêtres, baies, portes menuiserie bois, double vitrage (10 à 14 mm)	2,60	16,00	41,60
Plancher haut, isolation par 15 cm de laine de verre avec toiture traditionnelle	0,26	92,32	24,00
Plancher bas avec cave non chauffée	0,68	92,32	62,78
Ponts thermiques	5 % du total des déperditions		9,00
Renouvellement d'air	Volume habitable 223,88 x 0,35		78,36
Total des déperditions			265,35
$G = \frac{\text{Total des pertes}}{\text{Volume habitable}}$	$\frac{265,35}{223,88}$		1,18



*C H A P I T R E D E U X I E M E*

METHODES D'ETUDES

A - NOTIONS DE STATISTIQUE

## I. GENERALITES

Les applications des statistiques sont de plus en plus nombreuses en agronomie, théorie des assurances, biologie, prévisions économiques et démographiques ainsi que dans les contrôles industriels.

"Les méthodes statistiques sont des instruments indispensables à tout bon expérimentateur qui se doit d'exploiter et d'interpréter lui-même les résultats qu'il obtient. Elles permettent de dresser à l'avance un programme minimum d'essais : elle est économique. Les résultats obtenus peuvent être exploités complètement : elle est efficace".

"Cependant, elles intéressent deux groupes distincts de chercheurs : le premier que l'on peut qualifier de statisticiens mathématiciens s'occupent de développer la théorie et d'étudier le champ d'application de leur sujet, tandis que l'autre comprenant les non-mathématiciens, s'attache surtout à employer les méthodes déjà disponibles comme outils dans leurs propres recherches" (Venuat, 1961).

C'est pourquoi, appartenant à ce second ensemble, nous nous sommes attachés à donner des méthodes directement applicables aux résultats des essais.

Les quelques rappels qui sont donnés ne sont pas indispensables à la compréhension du texte, ils ne sont là que pour justifier certaines applications simples des lois statistiques.

## II. RAPPELS ET DEFINITIONS

1) Rappels de statistiques

Une série statistique peut être caractérisée par deux valeurs : l'une donne une valeur centrale, l'autre indique la dispersion.

a) Les caractéristiques de valeur centrale

La médiane est la valeur centrale dans le cas d'un nombre impair d'observations ou la moyenne des deux valeurs centrales dans le cas d'un nombre pair de mesures.

La moyenne arithmétique que l'on désigne par  $\bar{x}$  (x barre) est le quotient de la somme des valeurs par leur nombre :

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=0}^n x_i}{N}$$

b) Les caractéristiques de dispersion expérimentale

On désigne sous le terme de variance expérimentale, la somme des carrés des écarts, divisée par le nombre de valeurs moins une :

$$s^2 = \frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}$$

L'écart type, encore appelé écart quadratique moyen, est la racine carrée de la variance :

$$s = \sqrt{s^2}$$

L'écart type caractérise la précision d'une série de résultats.

III. NOTIONS DE PROBABILITES

1) Définitions

La probabilité est généralement définie comme le rapport du nombre de cas favorables au nombre de cas possibles, en supposant que tous les cas sont en nombre finis et sont possibles.

a) Variables aléatoires

Une grandeur X est appelée variable aléatoire si elle peut prendre un certain nombre de valeurs comprises dans certaines limites auxquelles correspond une certaine probabilité.

L'ensemble des valeurs prises et leur probabilité constitue la loi de probabilité de X.

Afin de pouvoir interpréter les résultats, il faut se rattacher à une loi statistique connue. Il est alors possible de passer des résultats expérimentaux à la probabilité qui paraît la plus vraisemblable.

b) Indépendance et nombre de degrés de liberté

Si deux variables sont telles que l'une puisse être déterminée à

partir de l'autre, elles sont dites dépendantes, dans le cas contraire, elles sont dites indépendantes.

On désigne par nombre de degrés de liberté, le nombre de variables indépendantes reconnues dans le système.

Ainsi, si l'on a une série de valeurs dont on a déterminé la moyenne arithmétique, chaque valeur de la série est déterminée si l'on connaît les  $N - 1$  autres.

### c) Echantillon

On dira que les  $N$  variables forment un échantillon si elles sont indépendantes et obéissent à une même loi de probabilité.

## 2) Rappels théoriques des principales lois de probabilités

### a) Loi de Laplace-Gauss

Une variable aléatoire  $X$  qui suit une loi de Laplace-Gauss a une densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2 M \sigma}} e^{-\left[ \frac{(x_i - \bar{x})^2}{2 \sigma^2} \right]}$$

avec  $\sigma$  = écart type théorique.

En centrant et en réduisant la variable, la densité devient :

$$f(Z) = \frac{1}{2 \sqrt{2 M}} e^{-\left[ \frac{Z^2}{2} \right]}$$

où  $Z$  est appelé écart type réduit centré

$$Z = \frac{x_i - \bar{x}}{\sigma}$$

Si l'on représente cette fonction de densité par une courbe, celle-ci est continue et symétrique, le maximum correspond à la moyenne arithmétique : c'est la classique courbe en cloche. Le point d'inflexion a pour abscisse l'écart type.

L'aire comprise entre la courbe et deux lignes verticales passant par deux points de l'axe des abscisses donne la proportion du nombre total d'observations comprises entre ces deux points.

Ainsi, 68 % des observations se situent à moins d'un écart-type de part et d'autre de la moyenne. 95 % se situent à moins de deux écarts-types de la moyenne et 99,7 % sont à moins de trois écarts-types. La majorité des mesures se situent à  $\pm 3$  écarts-types de la moyenne.

Beaucoup de mesures effectuées sur les matériaux de construction suivent des lois proches de la loi normale.

Cependant, toutes les distributions ne sont pas Gaussiennes.

Il existe plusieurs tests qui permettent de savoir si une distribution est Gaussienne.

#### b) Ajustement à la loi normale : test du $\chi^2$ de Pearson

Il consiste à calculer :

$$\chi^2 = \frac{\sum_0^n (N_i - N.P_i)^2}{N.P_i}$$

$N_i$  : fréquence observée sur les valeurs  $x_i$  (nombre d'apparitions d'une même valeur dans la série)

$P_i$  : probabilité théorique correspondant à la loi de Laplace-Gauss

$N$  : nombre total d'observations.

Pearson a dressé des tables donnant les valeurs du  $\chi^2$  à différents seuils de probabilité.

Si le  $\chi^2$  calculé est supérieur au  $\chi^2$  lu sur la table, l'hypothèse de la distribution Gaussienne est à rejeter.

#### c) Loi de Student

Soit deux variables aléatoires indépendantes  $X$  et  $Y$  ; si l'une d'entre elles suit une loi de Laplace-Gauss et que l'autre est compatible avec le test de Pearson, le rapport  $t$  de ces variables suit une loi de Student.

La précision de la mesure est :

$$\epsilon = \frac{S}{\sqrt{N-1}} \quad t_{N-1}$$

Les valeurs de  $t$  montrent que lorsque le degré de liberté augmente, on se rapproche des valeurs de la distribution de Laplace-Gauss. Les limites de confiance sont données par  $\bar{x} \pm \epsilon$ .

Lorsque  $N$  est grand, on peut prendre comme limite de confiance au seuil de 0,05 :

$$\bar{x} \pm \frac{2S}{N}$$

Pour les seuils de 0,01 et 0,05, les valeurs de  $t$  sont données dans le tableau suivant.

Nombre de degrés de liberté  n	P (degré de probabilité) ou seuil de signification	
	0,05	0,01
1	12,706	63,657
2	4,303	9,925
3	3,182	5,841
4	2,776	4,604
5	2,571	4,032
6	2,447	3,707
7	2,365	3,499
8	2,306	3,355
9	2,262	3,250
10	2,228	3,169
11	2,201	3,106
12	2,179	3,055
13	2,160	3,012
14	2,145	2,977
15	2,131	2,947
16	2,120	2,921
17	2,110	2,898
18	2,101	2,878
19	2,093	2,861
20	2,086	2,845
21	2,080	2,831
22	2,074	2,819
23	2,069	2,807
24	2,064	2,797
25	2,060	2,787

IV. APPLICATIONS SIMPLES DE LA STATISTIQUE AUX RESULTATS DES ESSAIS

1) Nombres d'essais à effectuer

Pour obtenir la moyenne avec une précision donnée, il est intéressant de connaître le nombre d'essais à effectuer.

Ce nombre que l'on désigne par N peut se déterminer à partir de la précision que l'on s'est fixée pour un seuil fixé.

On prend généralement une erreur relative :  $\epsilon' = \frac{1}{100}$

soit une erreur maximale absolue :  $\epsilon = \frac{\bar{x}}{100}$

pour un seuil de 0,05.

Ainsi, d'après la loi de Student :

$$\epsilon = \frac{2S}{\sqrt{N}} \text{ d'où } N = \left[ \frac{2S}{\epsilon} \right]^2$$

ceci pour N assez élevé (approximativement entre 9 et 60).

Pour un N plus petit, on peut appliquer la formule :

$$\epsilon = \frac{S}{\sqrt{N - 1}} t_{N - 1}$$

2) Nombre d'essais à conserver

Dans une série limitée de mesures, des erreurs systématiques peuvent fausser les résultats. Ces mesures aberrantes modifient sensiblement la moyenne arithmétique et la variance.

Elles sont éliminées de la façon suivante :

soit une série dont la moyenne est  $\bar{x}$  et l'écart-type S pour une valeur douteuse x, on calcule :

$$t = \frac{x - \bar{x}}{S}$$

Si la valeur obtenue est supérieure au t lu sur la table, on sera amené à éliminer cette mesure.

3) Probabilité de densité ou de rupture

Soit la moyenne arithmétique  $\bar{x}$  et l'écart-type S obtenus en mesurant la densité d'une série d'échantillons.

En supposant la distribution normale et en se servant des tables donnant les probabilités correspondant à la courbe de Laplace-Gauss, on peut calculer les probabilités d'obtenir une valeur supérieure à un certain seuil fixé  $x_i$ .

De même, si l'on cherche la probabilité de rupture des échantillons, on peut calculer les probabilités d'obtenir une valeur supérieure à un certain seuil.

Les valeurs de l'écart réduit

$$Z = \frac{\bar{x} - x_i}{S}$$

sont données dans le tableau suivant

Z	Probabilité correspondante
0,999	- 3,090
0,995	- 2,576
0,990	- 2,326
0,950	- 1,645
0,900	- 1,28
0,500	0
0,100	+ 1,28
0,050	+ 1,645
0,010	+ 2,326
0,005	+ 2,576
0,001	+ 3,090

Pour une probabilité donnée, on déduit alors les valeurs de  $x_i$ .

On aura par exemple 99 chances sur 100 d'avoir une densité supérieure à :

$$x_i = \bar{x} - (-2,326) S$$

De même, on aura une chance sur 100 d'avoir une résistance inférieure à :

$$x_i = \bar{x} - (2,326) S.$$

#### 4) Corrélation de deux paramètres

##### a) Représentation

Il y a une liaison fonctionnelle entre deux paramètres représentés

par les variables X et Y si la connaissance de l'une d'elles permet de déterminer l'autre.

Ainsi, si l'on porte sur un graphique l'une d'entre elles en abscisse et l'autre en ordonnée : les points représentatifs sont en général disposés dans un domaine elliptique plus ou moins allongé qui indique une corrélation plus ou moins étroite entre ces variables.

On peut également effectuer un calcul de corrélation qui est un indice numérique donnant l'état de dépendance des variables.

b) Coefficient de corrélation linéaire de Pearson

On peut calculer le coefficient de corrélation r de deux variables X et Y connaissant leurs écarts types  $\sigma_x$  et  $\sigma_y$ .

On applique la formule :

$$r = \frac{(X - \bar{X})(Y - \bar{Y})}{N \cdot \sigma_x \cdot \sigma_y}$$

avec N : Nombre de couples XY.

Après simplification :

$$r = \frac{\frac{\sum XY}{N} - \bar{X}\bar{Y}}{\sigma_x \sigma_y}$$

On classe les valeurs de r en fonction des corrélations :

r = 0	Les variables sont indépendantes
0,30 < r < 0,40	Corrélation <b>très faible</b>
0,40 < r < 0,50	Corrélation faible
0,50 < r < 0,70	Corrélation médiocre
0,70 < r < 0,80	Corrélation moyenne
0,80 < r < 0,90	Corrélation forte
0,90 < r < 1,00	Corrélation très forte

Remarque :

Dans le cas d'échantillons en petit nombre, on peut démontrer que la corrélation est significative en appliquant la méthode du test de Student.

A cet effet, on calcule t' :

$$t' = \frac{r \sqrt{N - 2}}{\sqrt{1 - r^2}}$$

et l'on compare le  $t'$  obtenu au  $t$  lu sur la table de distribution à un seuil de signification donné.

La corrélation est valable si le  $t'$  est supérieur au  $t$  relevé sur la table.

Les méthodes statistiques si elles permettent de dresser à l'avance un programme minimum d'essais, et d'en exploiter complètement les résultats, sont cependant tributaires de la qualité des informations qui leurs sont fournies.

La précision des valeurs est intimement liée à la nature des appareils de mesure. L'emploi de plusieurs méthodes permet de mieux apprécier les variables et de diminuer la marge d'erreur.

Une description sommaire du matériel et de son utilisation apporte le crédit que l'on peut lui attribuer.

## B - APPAREILLAGE

### I. ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE

#### 1) Principe

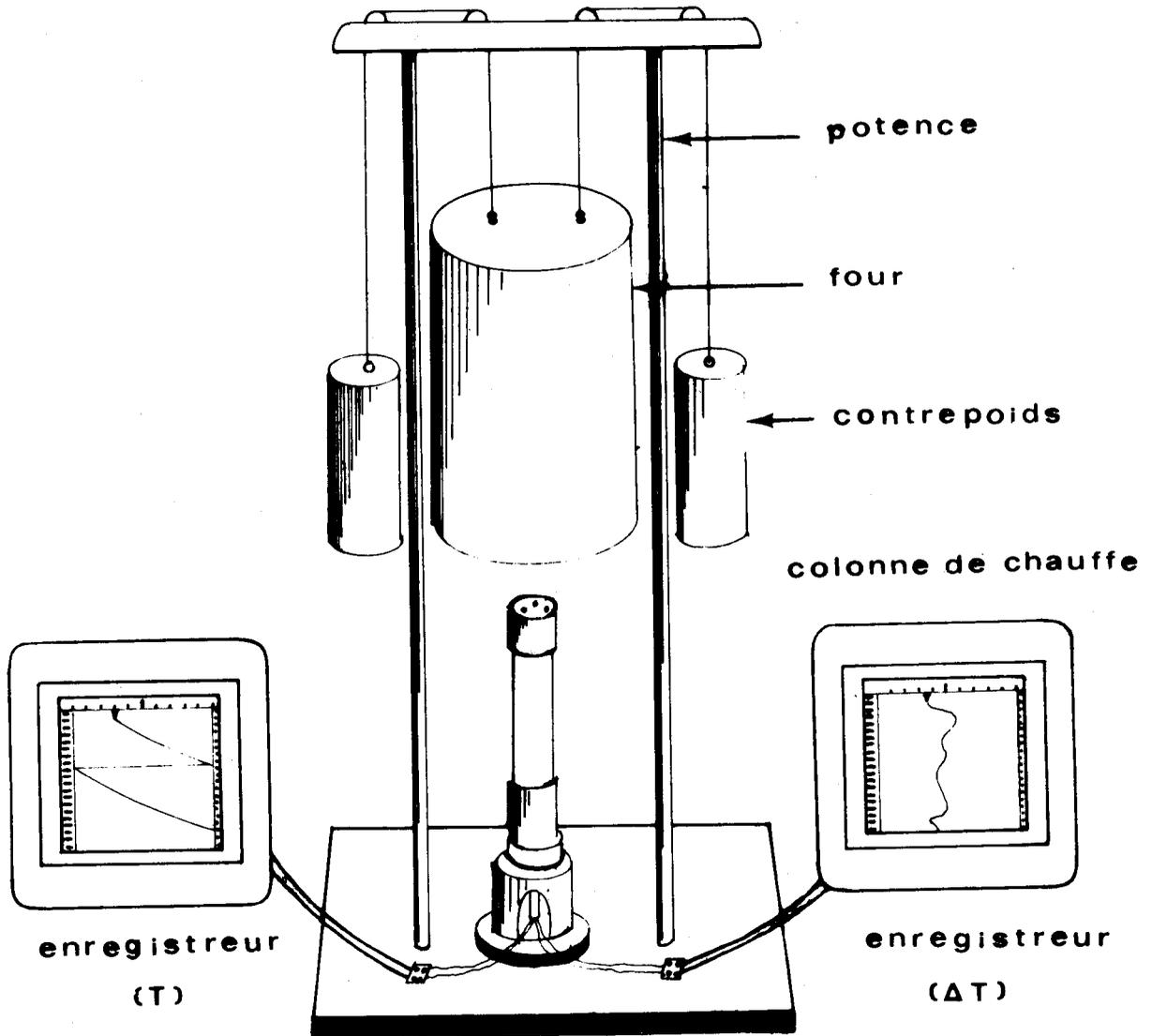
Les travaux de Le Chatelier en 1887 ont permis le développement de cette technique. Elle consiste à mesurer la différence de température entre un échantillon et une substance de référence soumis à la même loi d'échauffement.

L'élévation de température du matériel étudié provoque des transformations physiques ou chimiques. Elles résultent des modifications de structure telles que fusion, ébullition, sublimation, vaporisation. Elles concernent les phénomènes de déshydratation, modification cristalline, décomposition, les réactions d'oxydo-réduction, et d'une manière générale, de toutes les transformations chimiques. Celles-ci s'accompagnent de réactions endothermiques ou exothermiques qui modifient l'équilibre des températures établi par la loi de chauffe imposée par le four.

Cette méthode grâce aux très nombreuses améliorations qui lui ont été apportées demeure l'une des plus fiables, notamment dans le domaine très particulier de la minéralogie des ciments où la très faible organisation cristalline de nombreux minéraux rend les méthodes d'identification délicates à employer.

2) L'appareillage

Une installation d'analyse thermique différentielle (désignée souvent par l'abréviation A. T. D.) est composée de trois éléments : une sonde ou porte-échantillon, le four et sa régulation et un système d'enregistrement.

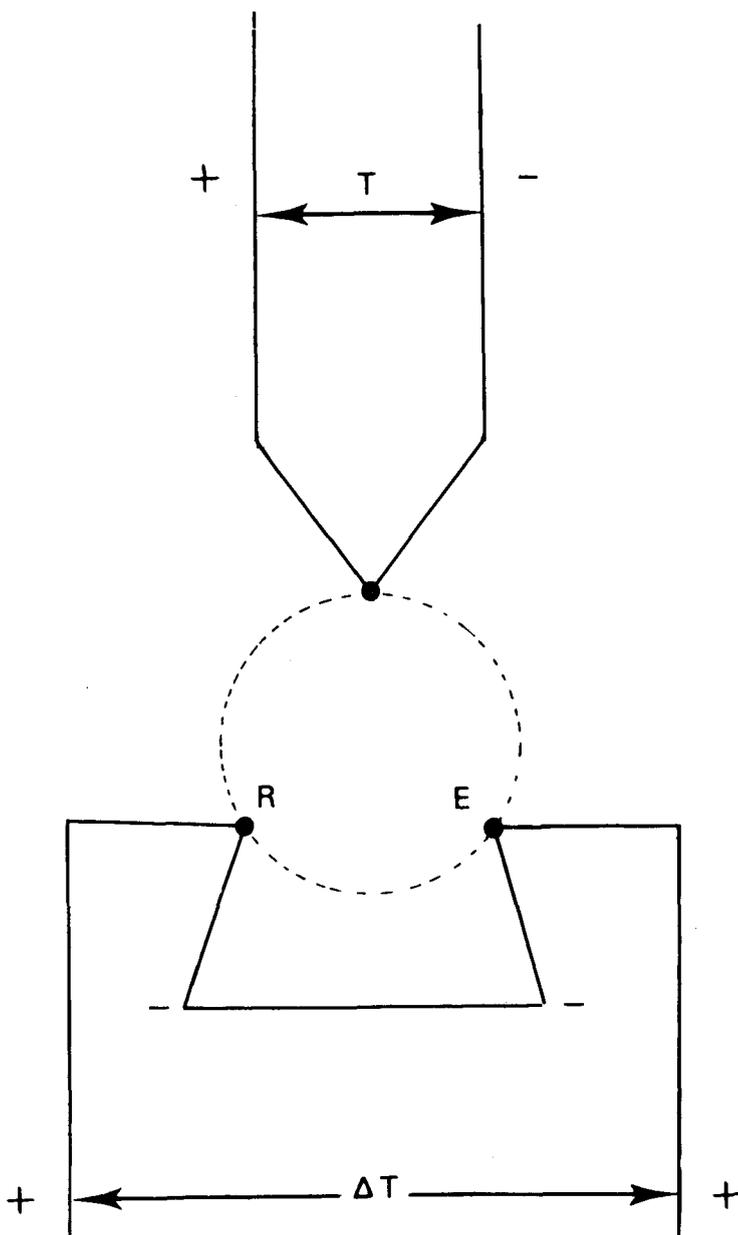


- fig. 3 -

a) Le porte-échantillon

Il constitue la partie essentielle du dispositif : la sensibilité de la détection des phénomènes calorifiques dépend pour une grande part de sa conception. Il est composé d'une colonne de "silice" sur laquelle repose la tête de chauffe. Pour obtenir une bonne répartition de la chaleur, cette pièce a été tournée dans un bloc de nickel. Elle comporte trois creusets disposés symétriquement par rapport à l'axe de la colonne (fig. 4).

La différence de température entre l'échantillon étudié et la substance de référence (le plus souvent de l'alumine calcinée) est décelée par deux thermocouples montés en opposition plongeant dans ces produits.



- fig.4 -

La soudure E transmet la température de l'échantillon, la soudure R celle de la substance de référence.

La montée en température du four est transmise par un thermocouple placé dans la troisième logette.

La nature des thermocouples influe sur leur sensibilité et sur leur résistance aux agents chimiques.

L'on a utilisé dans cette étude des fils de chromel-alumel dont la sensibilité est voisine de  $40 \mu V/^{\circ}C$ .

Leur diamètre doit être convenablement choisi : des fils trop fins présentent une trop grande fragilité et une résistance électrique élevée ; trop gros, leur capacité calorifique devient gênante. Un diamètre de 0,2 mm présente un compromis satisfaisant.

### b) Le four et sa régulation

L'obtention d'un accroissement régulier de la température en fonction du temps constitue un facteur primordial.

A cet effet, on réalise une augmentation régulière de la tension ou de l'intensité parcourant la résistance chauffante.

La position verticale du four permet de centrer aisément les échantillons par rapport à l'axe de l'appareil. Cependant, cette position entraîne l'existence d'un fort gradient thermique dans le four : on remédie à cet inconvénient en plaçant la tête de chauffe rigoureusement perpendiculaire à l'axe du four.

### c) L'enregistrement

Il se fait par un système galvanométrique après amplification du signal. Celui-ci est enregistré par un stylet sur un rouleau de papier gradué défilant à une vitesse connue.

## 3) Application

### a) Mesure des chaleurs de transformation

Toutes modifications dans l'échantillon au temps  $t_0$  se traduisent par une déviation de la droite enregistrée. A la fin de la réaction au temps  $t_1$ , la différence de température entre le matériau étudié et la substance de référence devient nulle. Le stylet enregistreur revient à sa position initiale. Le déplacement de celui-ci, combiné au défilement du papier, a déterminé un pic dont les limites correspondent aux temps  $t_0$  et  $t_1$ .

En désignant par  $C_{p,E}$  et  $C_{p,R}$  les chaleurs spécifiques de l'échantillon et de la substance de référence, par  $T$  la température et en supposant un accroissement régulier de celle-ci en fonction du temps  $t$ , pendant

la durée  $dt$ , les températures de l'échantillon et de la référence varient respectivement de  $dT_E$  et de  $dT_R$ .

La variation de l'enthalpie de l'échantillon est égale à :

$$C_{p,E} dT_E = dQ + K_E (T - T_E) dt \quad (1)$$

Autrement dit, la variation d'enthalpie de la substance étudiée est égale à la somme de la quantité de chaleur  $dQ$  libérée par son changement d'état et de la quantité de chaleur transférée de l'élément chauffant à l'échantillon pendant l'intervalle  $dt$ .

$K_E$  représente le coefficient de transmission calorifique du corps analysé.

Si  $K_R$  représente le coefficient de transmission calorifique de la référence et  $T_R$  sa température pendant ce même temps  $dt$ , on écrit de même :

$$C_{p,R} dT_R = K_R (T - T_R) dt \quad (2)$$

En choisissant convenablement la substance de référence par rapport au corps étudié et en supposant une parfaite symétrie du système, on peut obtenir :

$$C_{p,E} = C_{p,R} = C_p$$

et

$$K_E = K_R = K$$

Si l'on désigne la différence  $(T_E - T_R)$  par  $\Delta T$  et en soustrayant (2) et (1), il vient :

$$dQ = C_p d\Delta T + K\Delta T dt$$

En intégrant entre les limites  $t_0$  et  $t_1$  du pic, on obtient

$$Q = C_p (\Delta T_1 - \Delta T_0) + K \int_{t_0}^{t_1} \Delta T dt$$

La valeur de  $\Delta T$  étant nulle pour  $t_0$  et  $t_1$  (début et fin de la réaction), il reste :

$$Q = K \int_{t_0}^{t_1} \Delta T dt = K S$$

Cette relation suppose résolues certaines difficultés inhérentes au matériel.

La proportionnalité entre Q et S n'est réalisée qu'à la condition que le facteur  $K = \lambda/g$  reste constant d'une expérience à l'autre. ( $\lambda$  = conductivité thermique de l'échantillon,  $g$  = constante liée à l'appareillage).

A cet effet, il faut fixer plusieurs paramètres :

- centrage du porte échantillon
- vitesse de chauffe reproductible
- poudre dont la granulométrie est déterminée
- tassement des matériaux constant.

b) Etude d'un exemple

Détermination des constituants d'une argile (fig. 5).

La formation étudiée est connue sous le nom d'argile de Louvil.

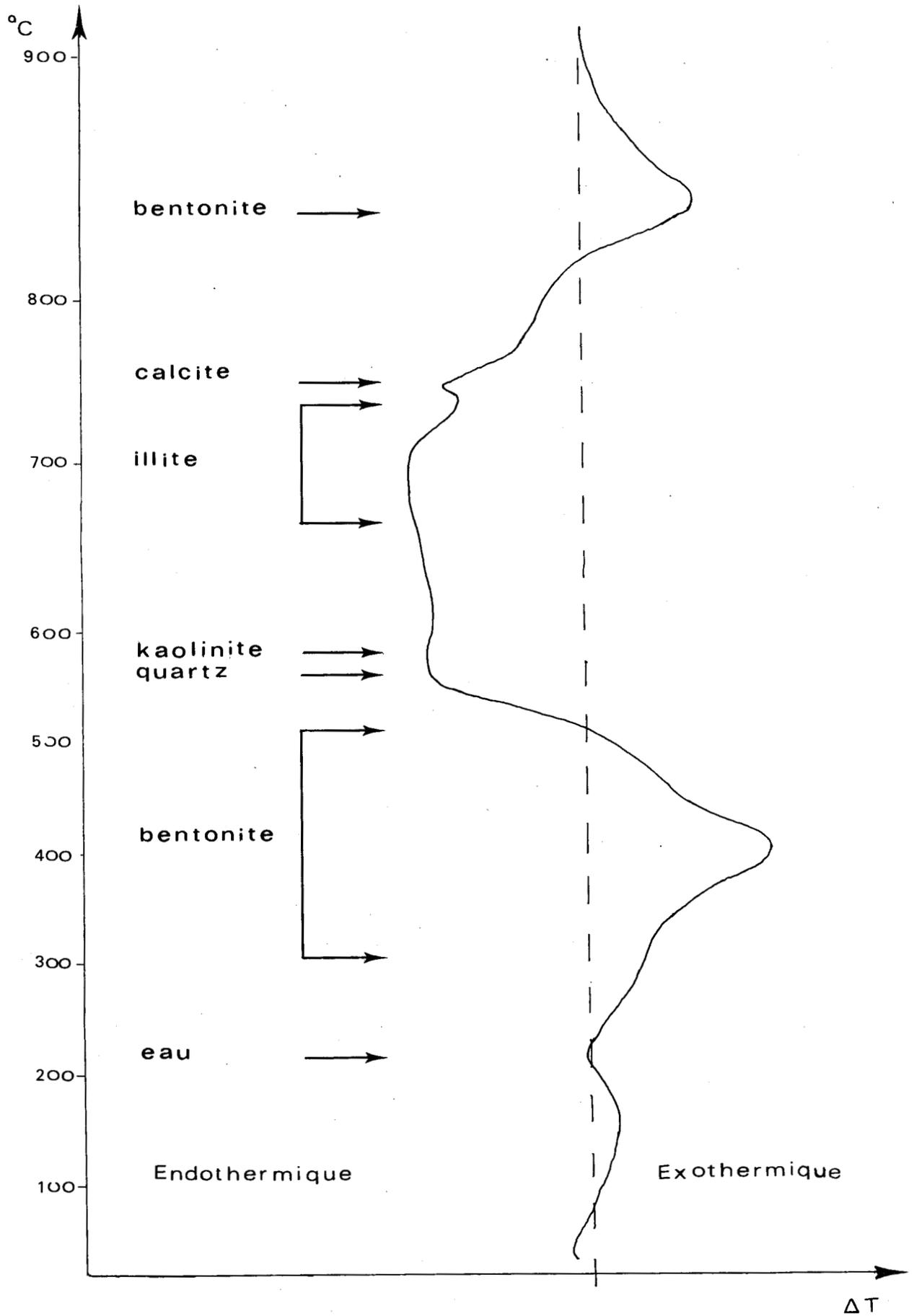
Après dessiccation à 110°C dans une étuve sèche, 600 mg de cette argile sont placés dans le creuset contenant un des thermocouples montés en opposition. Les deux autres contiennent chacun respectivement 600 mg d'alumine calcinée. La pression exercée par une masse métallique agissant sur les différentes substances par l'intermédiaire d'un piston coulissant dans les alvéoles permet un tassement constant. La vitesse de chauffe du four est maintenue à 16°C par minute.

L'analyse des courbes est effectuée à l'aide des ouvrages de Caillère (Minéralogie des argiles, Masson et Cie - Paris, 1963) et de Mackenzie (Differential thermal analysis, Academic press - London and New-York, 1970).

Ces auteurs diffèrent parfois sur l'interprétation des courbes. Ils n'attribuent pas toujours le même pic à un même minéral. Cela semble surtout dû à la provenance des argilites étudiées. Il existe en effet des variations de composition et de cristallisation suivant l'origine de ces minéraux qui peuvent modifier très sensiblement les propriétés thermiques de ceux-ci. Ainsi, Mackenzie attribue à la montmorillonite le crochet exothermique qui apparaît entre 300 et 500°C, alors que Caillère y reconnaît l'illite.

Cependant, la très grande majorité des pics de la courbe est attribuée aux mêmes minéraux par les deux auteurs.

L'enregistrement des transformations à l'intérieur de l'échantillon a donné la courbe suivante :



Courbe d'analyse thermique différentielle  
d'une formation argileuse

- fig.5 -



Le premier crochet à basse température (vers 200°C) est dû au départ de l'eau d'hydratation des cations divalents calcium et magnésium liés à la bentonite. Le très important décrochement exothermique entre 300 et 500°C présente deux points d'inflexion ; Mackenzie reconnaît dans cette forme la montmorillonite.

A 573°C, un fort accident endothermique est caractéristique du changement de phase du quartz qui passe de la forme  $\alpha$  à la forme  $\beta$ . La symétrie de ce pic est contrariée par la présence de kaolinite.

Cette tendance est accentuée entre 650 et 700°C par les réactions liées à l'illite. Celle-ci est également caractérisée par un crochet exothermique à 730°C. La dissymétrie du pic endothermique vers 750°C indique la transformation de la calcite en oxyde de calcium.

Enfin, entre 800 et 850°C, la réaction exothermique est due aux dernières transformations de la bentonite.

Au delà de 900°C, la rectitude de la courbe montre qu'il n'y a plus de différence de température entre la substance de référence et l'échantillon, il n'y a donc plus de réactions dans ce dernier.

On constate que si l'analyse d'un seul pic permet difficilement de conclure à la présence d'une argilite, l'association de plusieurs crochets endo ou exothermiques permet l'identification de tous les minéraux argileux.

### c) Variation de la teneur d'un des constituants

Nous avons vu dans le paragraphe traitant des considérations théoriques, que l'on pouvait écrire l'équation :

$$Q = KS$$

C'est-à-dire que la surface d'un pic est proportionnelle à un facteur près à la quantité de chaleur de transformation. Or, cette quantité  $Q$  est elle-même fonction de la masse de l'échantillon et l'on peut écrire :

$$gQ = \lambda S = gmq$$

où  $S$  représente la surface du pic sur l'enregistrement,  $\lambda$  la conductivité thermique de l'échantillon à la température de réaction,  $g$  un coefficient d'appareillage.  $Q$  est la mesure de l'effet thermique de la substance analysée,  $m$  la masse de celle-ci et  $q$  la chaleur de réaction par unité de masse.

En pratique, la préparation de mélanges artificiels connus et la mesure de la surface d'un pic donné pour diverses concentrations devraient permettre de construire une courbe d'étalonnage. L'on en déduirait ensuite le pourcentage d'une substance semblable qui subsisterait après la disparition ou la recombinaison avec d'autres corps d'une partie de celle-ci.

En employant cette méthode, G. Sabatier a déterminé les chaleurs de dissociation de certains minéraux hydratés. De même, G. Lévy a montré que pour des sulfures telle la pyrite, on pouvait déterminer leur présence dans des proportions n'excédant pas 0,12 %.

Nous avons, quant à nous, cherché à mesurer les teneurs en hydroxyde de calcium afin de pouvoir appliquer ce procédé à l'étude des bétons autoclavés dont l'un des constituants de base est la chaux éteinte.

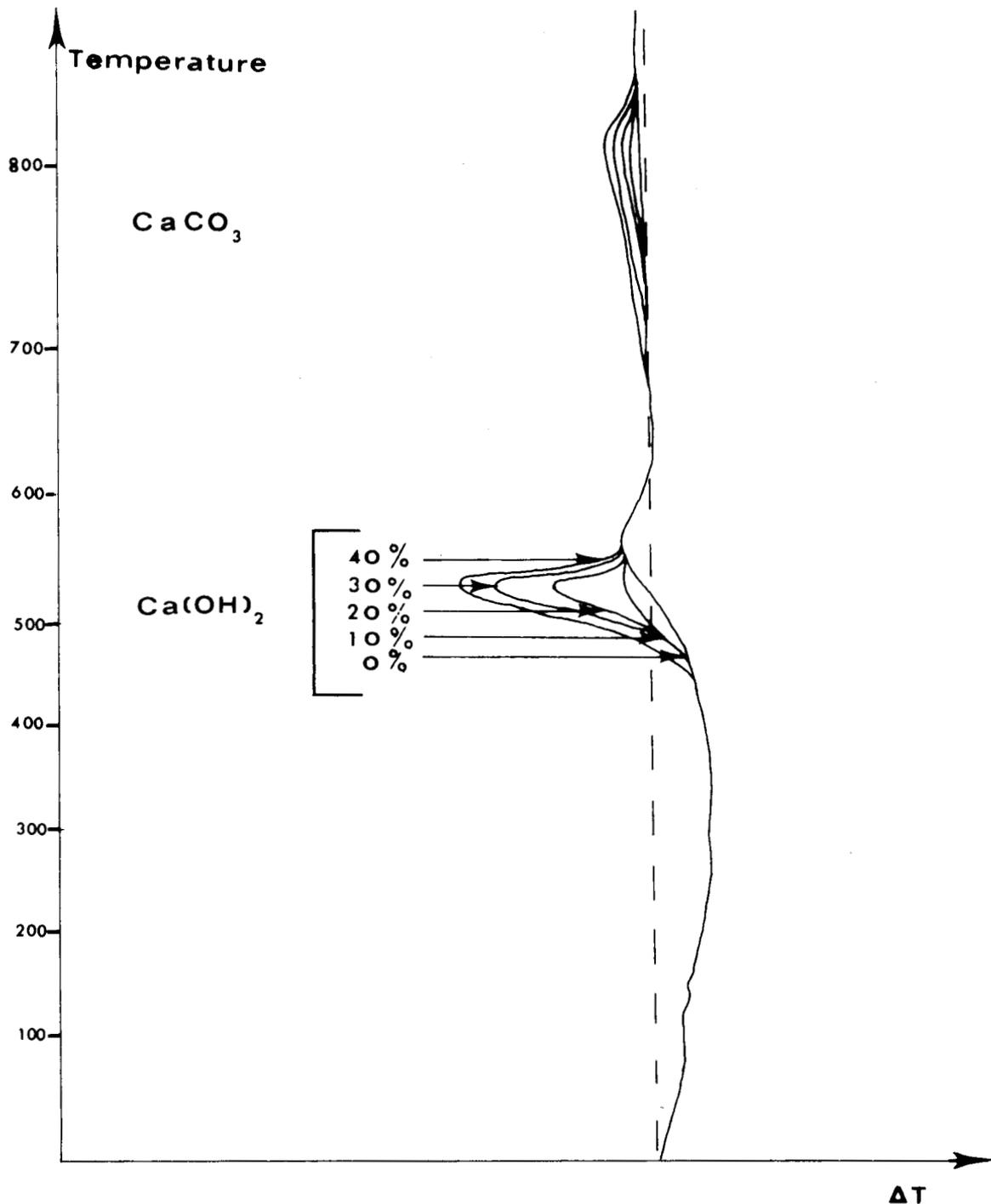
L'étude théorique a montré l'importance du tassement et de la dimension des grains. Pour tenir compte de ces impératifs, nous avons utilisé une méthode dérivée des travaux de Sabatier. A savoir la dilution de la substance étudiée dans l'alumine calcinée dont les particules ont été tamisées de manière à avoir une granulométrie comparable à celle de l'échantillon analysé. La quantité d'argile est demeurée constante (300 mg) pour toutes les analyses. Les pourcentages de chaux variant, les poids ajoutés au matériel argileux ont donc augmenté (passant de 30 à 120 mg). Le complément à 600 mg a été obtenu par l'ajout de la substance de référence à cette masse cumulée.

Ce procédé a permis de maintenir un volume sensiblement identique dans le creuset (les différences de densité influant relativement peu). La masse métallique, agissant par l'intermédiaire d'un piston coulissant dans l'alvéole sur un même volume, assurait un tassement identique à chaque analyse. La vitesse de chauffe a été réglée de manière à toujours être de 16°C/mn.

La superposition des courbes d'analyse thermique différentielle montre, dans ces conditions, que seuls deux segments de ces graphiques ont été affectés. Le premier crochet endothermique se situe aux environs de 550°C, il correspond à la dissociation de l'hydroxyde de calcium en oxyde. En comparant les surfaces limitées par deux courbes, on remarque que celles-ci sont sensiblement identiques. L'équation  $Q = \frac{\lambda}{g} S$  est vérifiée.

Le deuxième pic, qui apparaît vers 700°C pour se terminer plus brutalement aux environs de 820°C, est caractéristique de la dissociation de la

calcite. Ce phénomène endothermique n'existe que sur les courbes d'échantillons contenant de la chaux éteinte. Le carbonate de calcium provient donc de cette chaux, sa proportion est importante. Les aires comprises entre deux de ces courbes sont similaires, elles vérifient également la loi précédente.



Superposition de courbes d'A.T.D d'échantillons dont les teneurs en chaux sont différentes

-fig.6-



## II. AUTOCLAVE

1) Principe

L'élévation de la température de l'eau dans une enceinte hermétiquement close s'accompagne de la montée en pression de la vapeur dégagée. Les valeurs de pression et de température sont relevées systématiquement et reportées dans le tableau suivant :

PROPRIETES DE L'EAU ENTRE 0°C ET 220°C			
Température ° Celcius	Pression absolue de la vapeur en Kg/cm <sup>3</sup>	Poids spécifique en Kg/dm <sup>3</sup>	Volume spécifique en dm <sup>3</sup> /Kg
0	0,006228	0,9998	1,0002
10	0,012513	0,9996	1,0004
20	0,028300	0,9982	1,0018
30	0,043250	0,9956	1,0044
40	0,075200	0,9922	1,0079
50	0,125180	0,9880	1,0121
60	0,203100	0,9832	1,0171
70	0,317700	0,9777	1,0228
80	0,482900	0,9718	1,0290
90	0,714900	0,9653	1,0359
100	1,033200	0,9583	1,0435
110	1,460900	0,9510	1,0515
120	2,024500	0,9431	1,0603
130	2,754400	0,9348	1,0697
140	3,685000	0,9261	1,0798
150	4,854000	0,9169	1,0906
160	6,302000	0,9074	1,121
170	8,076000	0,8973	1,1144
180	10,225000	0,8869	1,1275
190	12,800000	0,8760	1,1415
200	15,857000	0,8657	1,1565
210	19,456000	0,8528	1,1726
220	23,659000	0,8403	1,1900

La relation entre ces deux paramètres a été quantifiée par Duperray sous la forme :

$$P \text{ (bars)} = \frac{t}{100}^4$$



Cette équation donne entre 100 et 200°C la pression absolue de la vapeur d'eau correspondant à différentes températures de vaporisation : t avec une précision satisfaisante.

## 2) Description de l'appareil (fig. 7)

Le matériel utilisé pour cette étude a été spécialement conçu pour contenir des échantillons relativement nombreux et volumineux.

Le corps de l'autoclave est constitué d'un cylindre en acier de 159 mm de diamètre et de 4,5 mm d'épaisseur (Norme NF A-49 111 d'avril 1972, éprouvé en usine à 60 bars).

Le fond a été tourné dans une tôle d'acier de 27 mm d'épaisseur.

Les deux pièces, emboîtées à chaud, ont été soudées à l'arc électrique. Il en a été de même pour la bride supérieure destinée à recevoir le couvercle (Norme AFNOR, bride à emboitement simple).

Le couvercle proprement dit a été tourné dans une plaque d'acier de la même épaisseur ; il comporte un épaulement destiné à s'emboîter dans le cylindre lors du serrage.

L'étanchéité est assurée par un joint torique comprimé entre le couvercle et le corps de l'autoclave. Huit boulons répartis sur la périphérie de la bride supérieure complète le système de fermeture.

L'ensemble a été testé à une pression de 50 kg/cm<sup>2</sup> à froid et à une température de 200°C, ce qui correspond à une pression partielle de vapeur d'eau de 18 bars.

Les dispositifs de mesure comprennent :

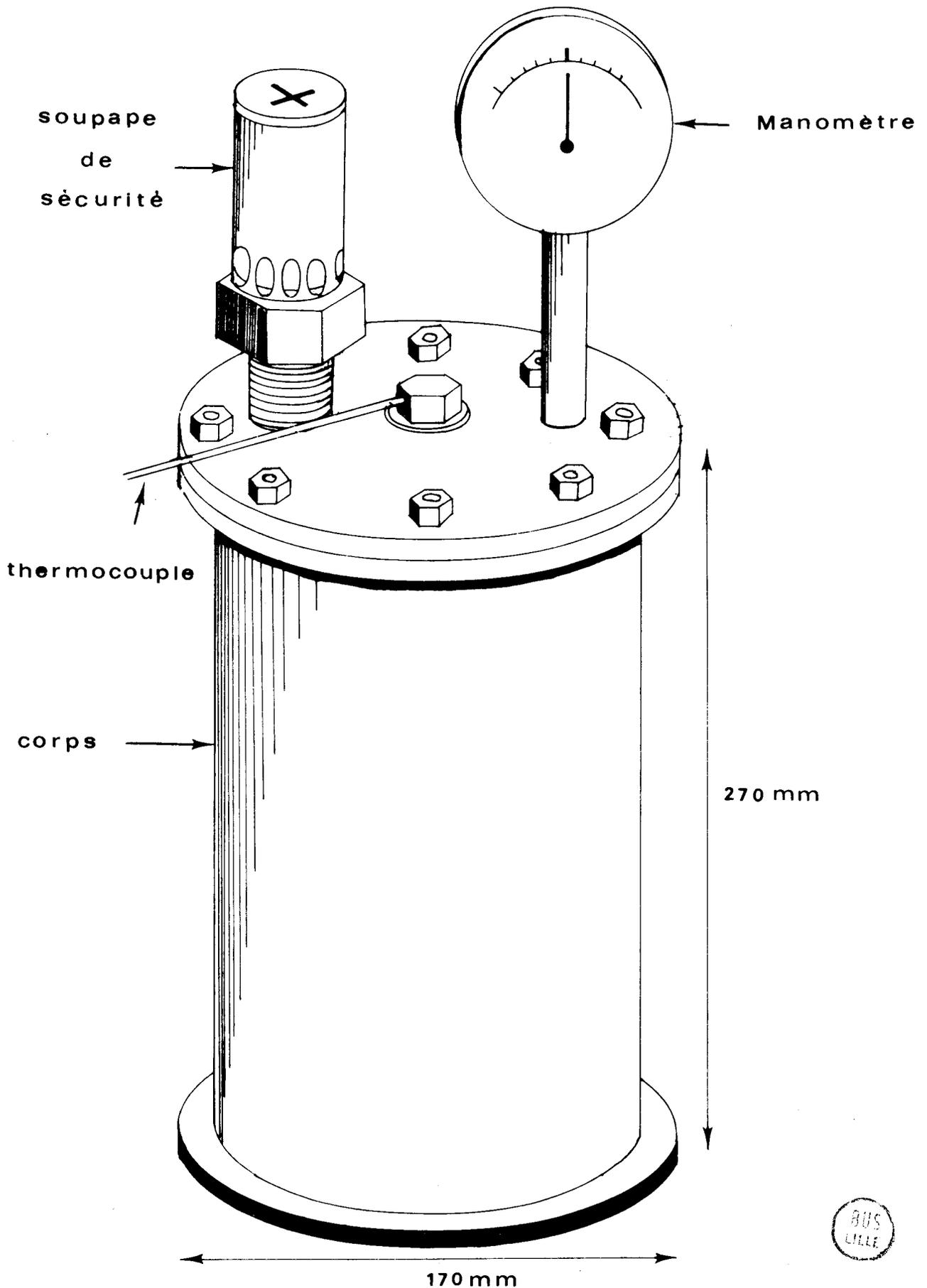
- pour la pression : un manomètre gradué de 0 à 16 bars ;
- un bouchon en fonte malléable (testé à 20 bars en usine) est percé d'un trou borgne recevant la soudure froide d'un thermocouple chromel alumel ;
- on y a également adjoint une soupape de sécurité tarée à 12 bars.

## 3) Caractéristiques thermiques de l'autoclave

### a) Méthodes de chauffage

La conception très simple de l'appareil permet d'utiliser indifféremment deux modes de chauffage : soit par l'intermédiaire de résistances

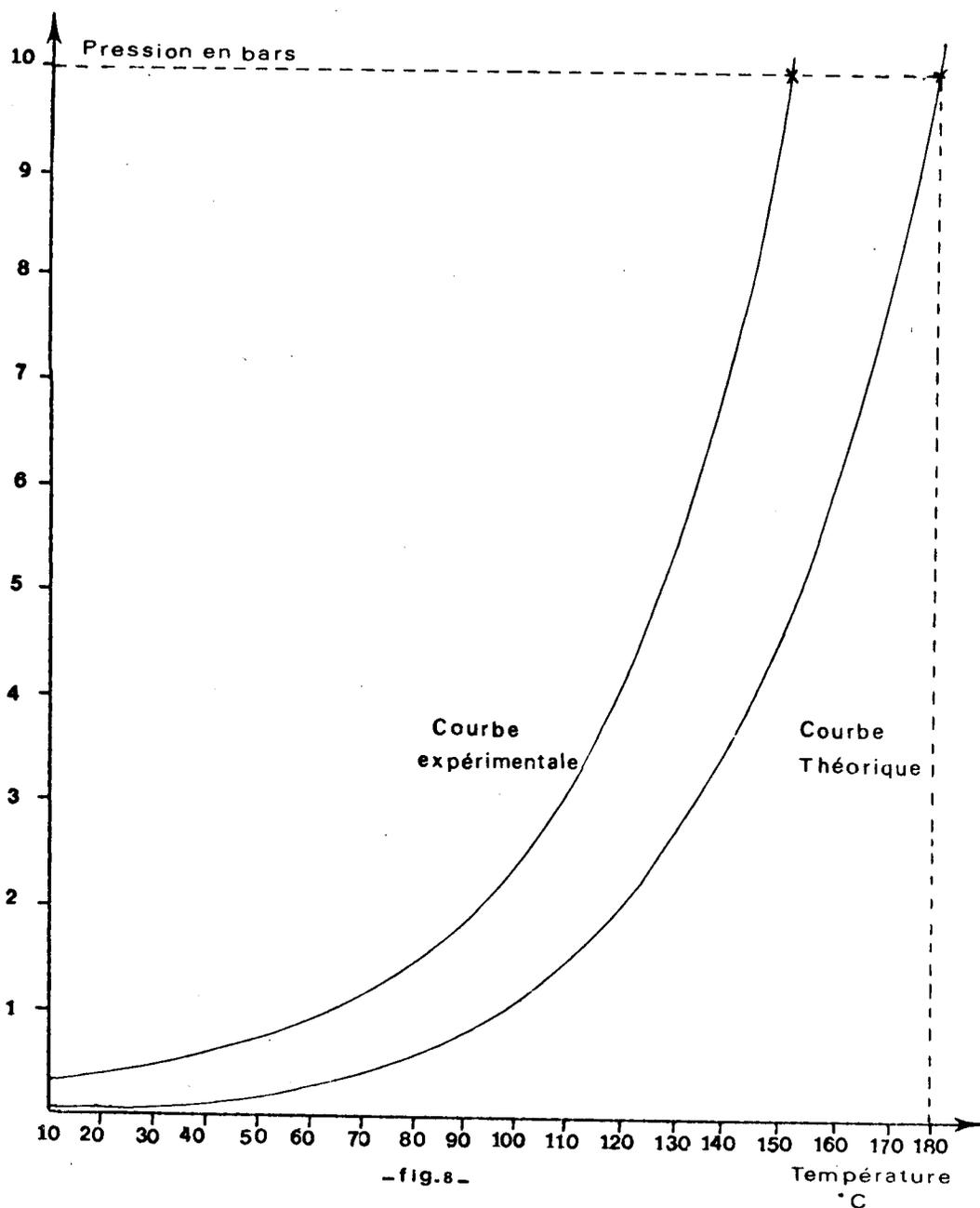
électriques enroulées autour du corps de l'autoclave, ou en chauffant la semelle avec un bec Bunzen dont le débit est correctement réglé.



Schema de l'autoclave -fig.7-

b) Relation expérimentale entre la pression et la température

Les mesures s'effectuent par l'intermédiaire du thermocouple placé dans le couvercle de l'autoclave. En reportant sur un graphique la courbe déduite de la formule de Duperray et celle établie à partir des valeurs données par ce thermocouple, on peut connaître à tout instant la température à l'intérieur, connaissant la pression qui s'y exerce (fig. 8).



- fig. 8 -

DETERMINATION DES TEMPERATURES INTERNES DE L'AUTOCLAVE  
A PARTIR DE RELEVES EXTERNES.



Il suffit de tracer une parallèle à l'axe des abscisses passant par la pression indiquée sur l'axe des ordonnées. Cette droite coupe la courbe théorique. En abaissant la perpendiculaire en ce point sur l'axe des abscisses, on obtient immédiatement la température réelle régnant à l'intérieur de l'appareil.

La différence de température entre ces deux courbes peut être attribuée aux pertes par transmissions thermiques au travers du couvercle de l'autoclave, le thermocouple n'étant pas en contact direct avec la vapeur d'eau, et surtout celui-ci étant placé loin du centre de l'appareil.

En effet, si l'on note un gradient de température à l'extérieur de l'autoclave, il en existe également un à l'intérieur.

Connaissant la nature du métal, son épaisseur ainsi que les températures externes, il est possible de déterminer les isothermes internes.

La connaissance de cette température à tout instant est très importante. Si l'on se réfère aux travaux d'Assarson, on note que la consommation d'hydroxide de calcium est cinq fois plus importante à 180°C qu'à 120°C. Autrement dit, la formation du composé silico-calcaire à pression égale est une fonction de la température. Selon cet auteur, la réaction aboutit au même silicate de calcium pour des températures comprises entre 120 et 200°C ; il a appelé cette phase B.

La durée d'autoclavage étant fixée à 10 heures, des échantillons placés dans une zone de température relativement basse ne présenteront pas un pourcentage de combinaison de la chaux aussi important que des éprouvettes mieux disposées dans l'autoclavage.

Cela se traduira par des pertes de résistances à l'écrasement très importantes.

Une bonne approximation des températures permet de définir un domaine dans lequel la température est de 180°C.

Quelques rappels sont nécessaires à sa détermination

### c) Variation des températures de part et d'autre d'une paroi

#### - Modes de transmission de la chaleur

Les échanges thermiques au travers d'une cloison s'effectuent selon

trois modes :

- la conductivité est une transmission lente dans le milieu matériel qui s'échauffe de proche en proche. Les calories passent d'une particule infiniment petite à l'autre sans qu'il y ait déplacement de matière ;

- la convection est une propagation de la chaleur dans un milieu fluide, le déplacement des molécules échauffées provoquent des courants qui tendent à uniformiser la température ambiante ;

- le rayonnement est une transmission rapide et à longues distances sans que l'existence d'un vecteur matériel soit nécessaire ; ce phénomène est comparable à la propagation de la lumière.

Si l'on considère une paroi constituée d'un matériau homogène à faces parallèles, un côté est baigné par l'air intérieur à la température  $t_i$ , l'autre par l'air extérieur à la température  $t_e$ .

La combinaison des trois modes de propagation de la chaleur entraîne les échanges calorifiques suivants :

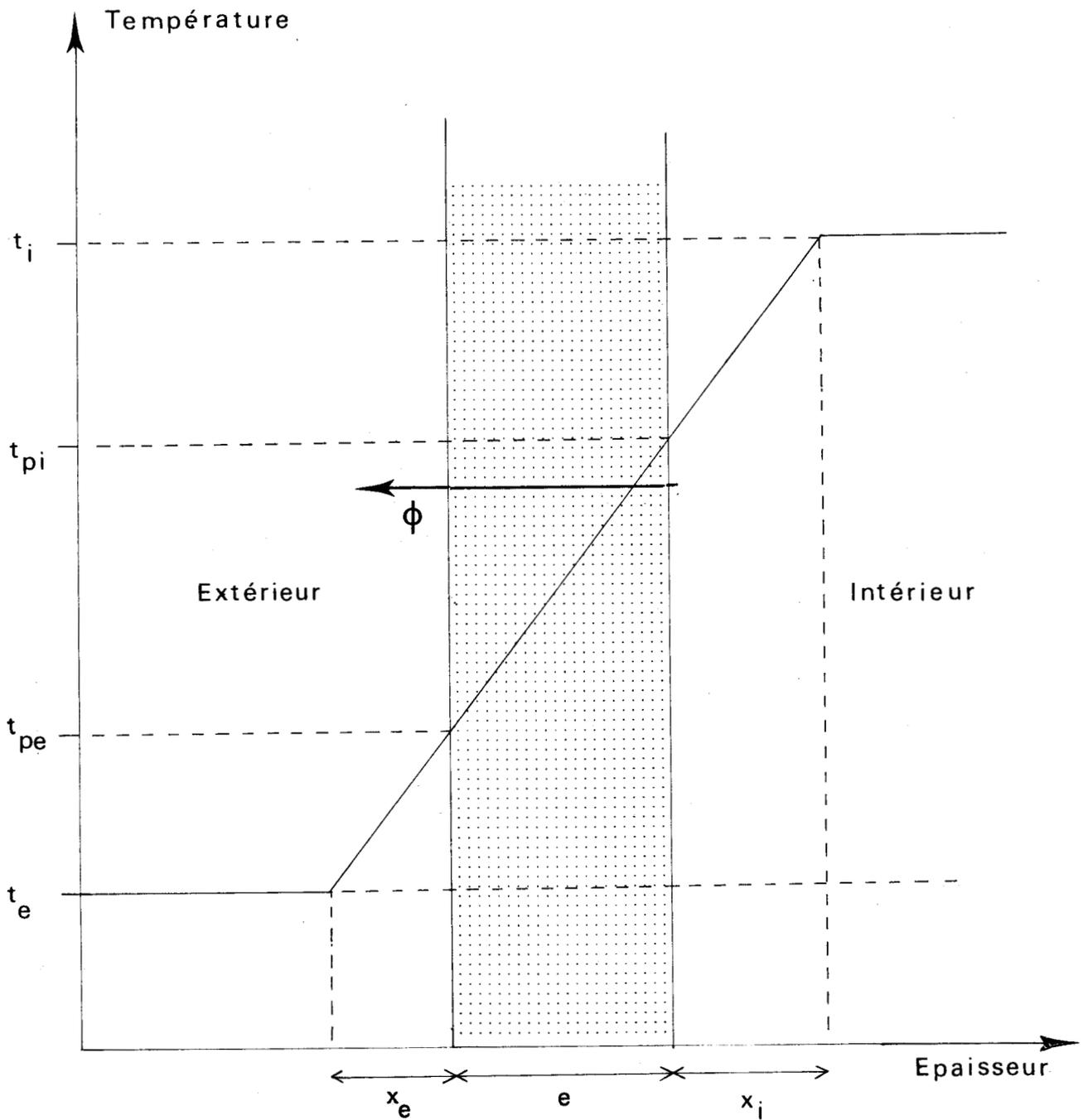
- transmission de calories de l'atmosphère intérieure à la face interne de la paroi par convection et radiation ;
- conduction de la chaleur au travers l'épaisseur du matériau ;
- et enfin, transmission de la face externe de la cloison à l'air extérieur par convection et radiation.

- Représentation graphique des variations de température (fig. 9)

Des études théoriques ont montré que l'on pouvait représenter graphiquement les échanges de calories et notamment la baisse de température entre deux systèmes thermodynamiques différents séparés par une paroi homogène (Bleuer, 1975).

En reportant les épaisseurs sur l'axe des abscisses et les températures en ordonnées avec :

- $x_e$  l'épaisseur de la zone externe dans laquelle varie la température
- $e$  l'épaisseur de la cloison
- $x_i$  le segment interne soumis à la baisse de température
- $t_i$  la température de l'atmosphère la plus chaude
- $t_e$  celle du milieu le plus froid
- $t_{pe}$  la température de la face externe de la paroi
- $t_{pi}$  celle de la face interne



- fig.9 -



On remarque que les températures internes et externes sont constantes. Ce n'est qu'à proximité des faces de la cloison que sont ressentis les effets thermiques liés au flux de chaleur qui traverse la séparation des deux systèmes thermodynamiques.

- Détermination de la zone d'influence  $x_i$ . De la figure 9, on déduit les équations :

$$\frac{x_e}{(t_{pe} - t_e)} = \frac{(x_e + e)}{(t_{pi} - t_e)} \quad (1)$$

$$\frac{x_e}{(t_{pi} - t_e)} = \frac{(x_e + e + x_i)}{(t_i - t_e)} \quad (2)$$

De l'équation (1) on tire :

$$(t_{pi} - t_e) = \frac{(x_e + e) (t_{pe} - t_e)}{x_e}$$

En remplaçant dans la deuxième équation  $(t_{pi} - t_e)$  par sa valeur, on obtient :

$$\frac{(x_e + e) x_e}{(x_e + e) (t_{pe} - t_e)} = \frac{(x_e + e + x_i)}{(t_i - t_e)}$$

Soit après simplification :

$$\frac{x_e}{t_{pe} - t_e} = \frac{(x_e + e + x_i)}{t_i - t_e}$$

Que l'on peut écrire :

$$x_i = \frac{(t_i - t_e) x_e}{(t_{pe} - t_e)} - (x_e + e) \quad (3)$$

On peut écrire de même :

$$\frac{e}{t_{pi} - t_{pe}} = \frac{e + x_i}{t_i - t_{pe}} \quad (4)$$

D'où l'on déduit :

$$x_i = \frac{e (t_i - t_{pe})}{(t_{pi} - t_{pe})}$$

(5)

- Application à l'autoclave

La valeur de  $t_i$  est donnée par les courbes de la page 34. La pression indiquée par le manomètre est de 10 bars, en se reportant sur la courbe théorique de Duperray. On note que cela correspond à une température à l'intérieur de l'autoclave de 180°C.

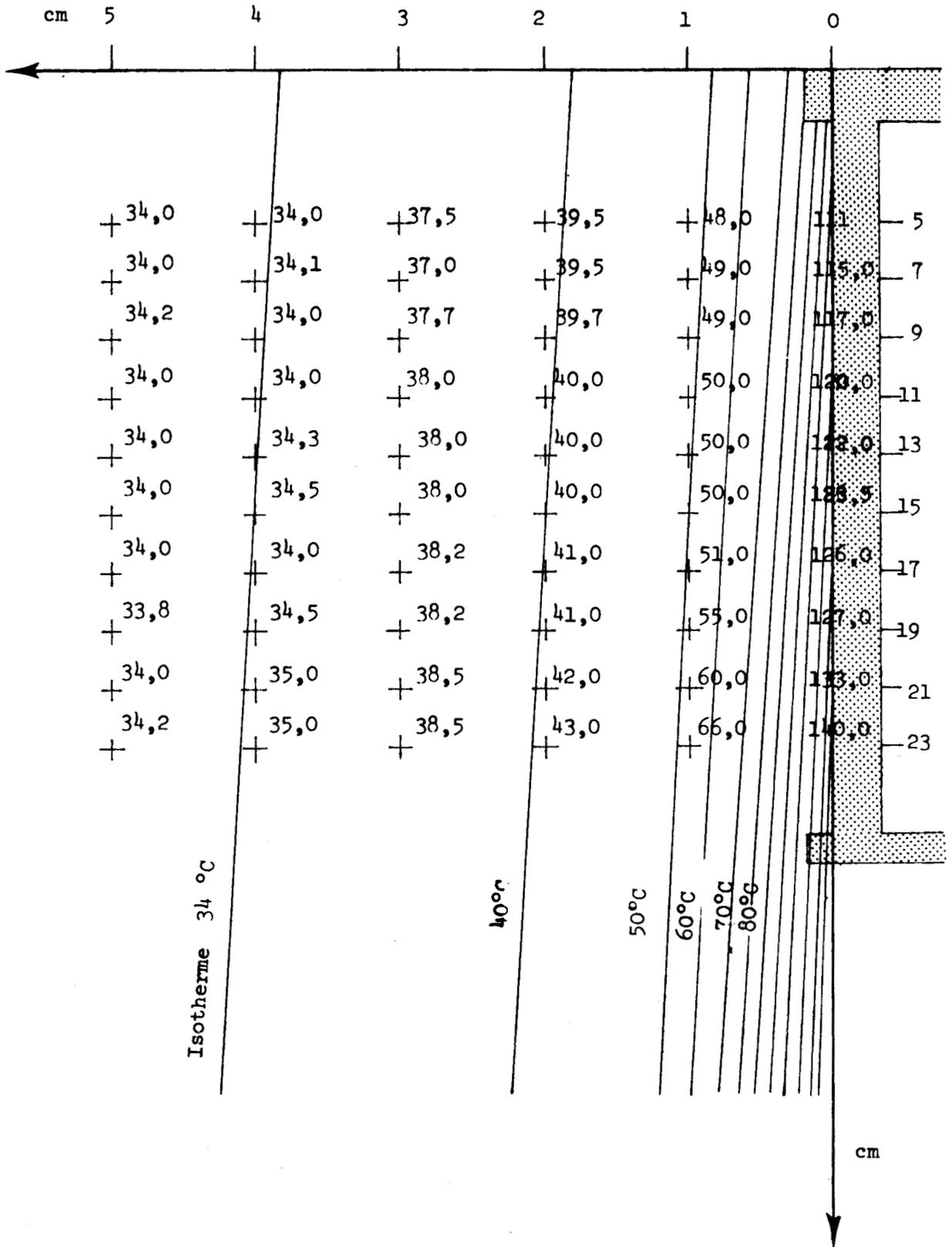
Par un thermocouple se déplaçant le long d'un axe parallèle au corps de l'autoclave, nous avons pu mesurer les températures  $t_{pe}$  de la face externe de la paroi.

Le thermocouple étant fixé sur un curseur se déplaçant perpendiculairement à l'axe de l'appareil, nous avons déterminé la température  $t_e$  ainsi que l'épaisseur  $x_i$  dans laquelle la température variait. Elle est délimitée par l'isotherme 34°C. Cette valeur reste constante sur plusieurs centimètres.

Distance du sommet de l'autoclave (cm)	Température de la face externe	Température relevée à diverses distances de l'autoclave (cm)				
		1	2	3	4	5
5	111,0	48,0	39,5	37,5	34,0	34,0
7	115,0	49,0	39,5	37,0	34,1	34,0
9	117,0	49,0	39,7	37,7	34,0	34,2
11	120,0	50,0	40,0	38,0	34,0	34,0
13	122,0	50,0	40,0	38,0	34,3	34,0
15	123,5	50,0	40,0	38,0	34,5	34,0
17	126,0	51,0	41,0	38,2	34,0	34,0
19	127,0	55,0	41,0	38,2	34,5	33,8
21	133,0	60,0	42,0	38,5	35,0	34,0
23	140,5	66,0	43,0	38,5	35,0	34,2

La détermination des variables s'effectue graphiquement.

Pour établir ce graphique, on reporte sur un repère orthonormé la hauteur de l'autoclave et les différentes distances auxquelles ont été effectués les relevés. Les coordonnées de chaque point portent en indice les températures qui leur correspondent. On obtient le graphique :



-fig -10-



Ce relevé systématique des températures ainsi que quelques mesures annexes nous autorisent à tracer des droites isothermes (fig. 10).

L'inclinaison vers le sommet de l'autoclave de ces droites, est attribuée au léger gradient thermique qui s'établit dans la paroi lors d'un chauffage par la base.

Ces parallèles sont plus serrées à proximité de la cloison du fait des courants de convection très importants liés à la transmission calorifique.

A une distance variant de trois à cinq centimètres, leurs effets ne se font plus ressentir, la température cesse alors de décroître. On peut alors connaître précisément la température extérieure  $t_e$  et la distance  $x_e$ .

- Détermination de la zone d'influence interne

Connaissant les valeurs de  $t_{pe}$  et après avoir relevé sur la figure précédente  $x_e$ , l'application de la formule (3) donne les valeurs de  $x_i$  :

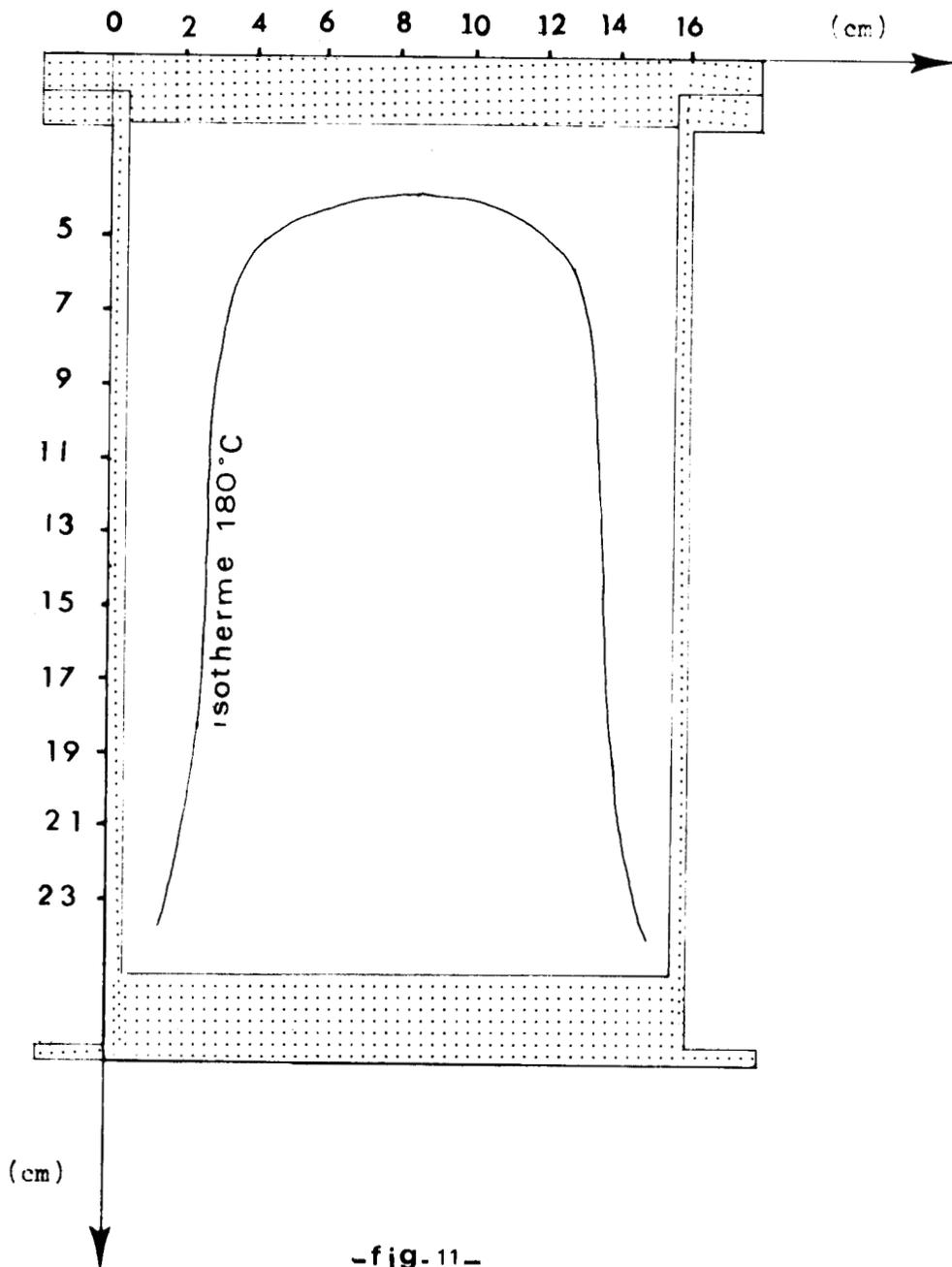
Distance du sommet de l'autoclave (cm)	$t_{pe}$ °C	$x_e$ cm	$x_i$ cm
5	111,0	3,90	3,00
7	115,0	3,92	2,70
9	117,0	3,94	2,50
11	120,0	3,96	2,30
13	122,0	4,00	2,20
15	123,5	4,02	2,10
17	126,0	4,04	2,00
19	127,0	4,08	1,90
21	133,0	4,10	1,50
23	140,5	4,12	1,10

En cours d'essais, le thermocouple est placé dans un bouchon foré d'un trou borgne. La soudure se trouve à environ trois millimètres de la face interne du couvercle.

On admet, en commettant une erreur faible que la température relevée est proche de la valeur  $t_{pi}$ . D'autres mesures effectuées sur le couvercle de l'autoclave donnent les valeurs de  $t_{pe}$ . La distance  $x_i$  est alors évaluée en appliquant l'équation (5)

$$x_i = \frac{0,015 (180 - 113)}{(154 - 113)} = 0,024 \text{ m}$$

Le report des différentes valeurs de  $x_i$  sur un graphique et en tenant compte de la symétrie de l'autoclave montre la forme que revêt la nappe isothermique 180°C (fig. 11).



-fig-11-

La représentation de l'isotherme 180°C délimite un volume ayant sensiblement la forme d'une cloche. A l'intérieur de cet espace, la température est uniforme, toujours égale à 180°C en régime de fonctionnement lorsque la pression affichée sur le manomètre est de 10 bars.

Dans l'espace compris entre ce volume et les parois de l'autoclave, les températures sont très variables et décroissent rapidement, elles sont en tout point inférieures à 180°C.

La pression étant soumise aux lois propres à la circulation des fluides est partout également répartie à l'intérieur de l'appareil. Elle est dans les conditions expérimentales que nous nous sommes fixés de 10 bars. Il y a donc des phénomènes de surpression relative localisés dans cette zone périphérique.

La température ne correspondant plus à la pression théorique indiquée par l'équation de Du Perray.

La disposition des échantillons doit donc tenir compte de ces variations latérales. Ils seront toujours placés sur l'axe de symétrie du cylindre passant par le centre des bases de l'autoclave.

Bien qu'un volume non négligeable ne puisse être utilisé, cette disposition permet aux agglomérés de se trouver dans des conditions favorables et homogènes que ce soit en régime permanent ou lors de la montée ou de la baisse de température.

#### d) Etude de la vitesse de chauffe

Une élévation de température rapide se traduirait par une augmentation brutale de la pression, ce qui aurait une incidence néfaste sur les propriétés du matériau fini.

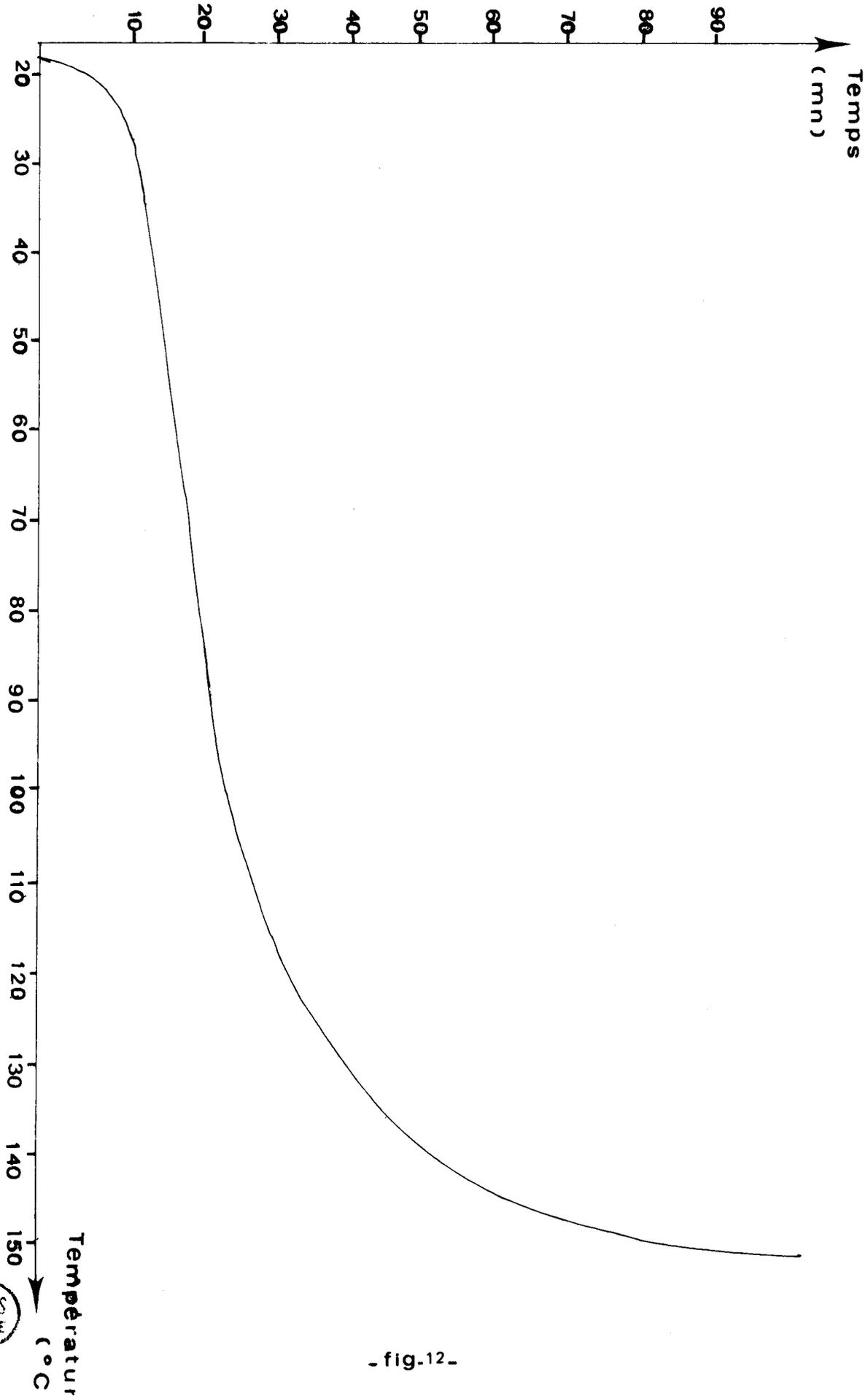
Le choc que créerait la moindre différence de pression entre l'extérieur et le coeur de l'échantillon risquerait de provoquer une microfissuration au sein des agglomérés. La fracturation augmente considérablement les surfaces exposées à l'altération atmosphérique et par conséquent les risques de désagrégation.

De même, le manque de cohésion entre les agrégats diminue fortement la résistance à l'écrasement de l'ensemble.

Pour pallier à ces inconvénients futurs, la montée en température doit être l'objet de soins tout particuliers.

Elle doit être lente pour que s'établisse un équilibre entre les échantillons et le milieu dans lequel ils baignent.

Le graphique suivant montre une vitesse de chauffe satisfaisant à cette exigence.



- fig.12 -



Après 10 heures d'autoclavage, le béton étant suffisamment consolidé, la baisse de pression, si elle doit être surveillée, ne nécessite pas une attention aussi soutenue.

### III. METHODE DE DETERMINATION DES AIRES SPECIFIQUES ET DE LA POROSITE

#### 1) Mesure des aires spécifiques par la méthode BET

##### a) Principe

Ces initiales sont celles des trois chercheurs qui ont mis au point cette méthode : Brunauer, Emmet et Teller.

Son principe est basé sur le phénomène d'adsorption physique des molécules gazeuses à basse température.

En effet, aux températures proches de celle de la liquéfaction des gaz, les molécules au contact d'un solide se fixe à sa surface sous forme liquide.

Si l'on connaît la masse de gaz avant qu'il y ait adsorption  $M$  et que l'on puisse mesurer celle qui demeure sous forme gazeuse après  $M'$ , on détermine celle qui a été adsorbée  $m_o$  par différence

$$m_o = M - M'$$

Le tracé de l'isotherme d'adsorption permet de calculer la surface de l'échantillon accessible aux molécules de gaz connaissant leur diamètre moléculaire.

##### b) Méthode de calcul

Ces hypothèses conduisent à la relation analytique linéaire :

$$\frac{P/P_o}{m (1 - P/P_o)} = \frac{1}{m_o C} + \frac{C - 1}{m_o C} \cdot P/P_o$$

Avec  $P$  = pression du gaz à l'équilibre

$P_o$  = pression de liquéfaction du gaz à la température de l'expérience

$m_o$  = masse de gaz adsorbée nécessaire pour recouvrir la surface d'une couche monomoléculaire

$m$  = masse de gaz adsorbée à la pression  $P$ .

On déduit  $m_0$  de cette relation par la détermination graphique de la pente et de l'ordonnée à l'origine de la droite

$$\frac{P/P_0}{m(1 - P/P_0)} = f(P/P_0)$$

Le tracé de la droite BET permet de déterminer graphiquement l'ordonnée à l'origine :

$$b = 1/m_0 C$$

et la pente

$$a = (C - 1) / m_0 C$$

De ces deux valeurs, on tire :

$$m_0 = 1/a + b$$

Dans le cas de l'azote, la surface de l'échantillon est donnée par

$$S \text{ (cm}^2\text{)} = \frac{6,023 \cdot 10^{23} \cdot 16,2 \cdot 10^{-20}}{28} = m_0 \text{ (g)} = 3,482 m_0 \text{ (mg)}$$

L'aire spécifique est obtenue en rapportant la surface de l'échantillon à l'unité de masse de produit.

Les limites de validité de cette loi se situent dans l'intervalle des pressions :

$$0,03 < P/P_0 < 0,3$$

Le même appareillage peut être utilisé pour mesurer le diamètre moyen des pores du même échantillon.

## 2) Mesure de la porosité

### a) Principe

La partie utile de l'isotherme BET pour le calcul de l'aire spécifique se limite à :

$$0,03 < P/P_0 < 0,3$$

La partie de la courbe

$$m_0 = f(P/P_0)$$

comprise entre

$$0,1 < P/P_0 < 1$$

donne des indications sur la porosité du solide.

Elle permet de mesurer le volume total des pores et de déterminer la répartition des diamètres.

En effet, un solide poreux présente un phénomène d'hystérésis : la masse de gaz adsorbée à l'équilibre en désorption étant supérieure à celle adsorbée à l'équilibre en adsorption, pour la même valeur de  $P/P_0$ .

Ce phénomène peut être expliqué en faisant intervenir la condensation capillaire d'un gaz dans les pores.

### b) Méthode de calcul

Si l'on admet que dans le cas d'un solide microporeux la surface totale des pores représente l'aire mesurée (la surface apparente est supposée négligeable) et que tous les pores sont cylindriques, de rayon moyen  $r_m$ , la masse de gaz liquéfiée occupant le volume total des pores est donnée par l'ordonnée de l'extrémité supérieure de la boucle d'hystérésis.

La connaissance de la densité du gaz liquéfiée à la température considérée permet le calcul du volume des pores  $V$ .

Si  $S$  est la surface de l'échantillon, la relation :

$$\frac{2\pi r_m l}{2\eta r_m l} = V/S = r_m/2$$

donne une valeur moyenne de  $r_m$  ( $l$  étant la longueur totale des pores).

### 3) Evaluation statistique des aires spécifiques par la technique du comptage à l'aide du compteur "ZEISS"

Si la méthode BET donne d'une manière relativement indirecte la surface globale d'un échantillon, la microscopie électronique par transmission nous offre l'observation directe des particules.

L'on peut, de cette manière, connaître les textures de chaque composant dans un mélange hétérogène. La participation de chacun des éléments à la surface totale peut être évaluée.

Cette aire étant inversement proportionnelle à la dimension des grains (le rapport de la surface sur le volume est relativement plus important pour des sphères de dimensions réduites que pour les particules dont le diamètre est important) ce sont les éléments dont le diamètre varie de quelques centaines d'angstroms à quelques dizaines de microns qui offrent la quasi totalité de l'aire spécifique d'un matériau pulvérulent.

Ces dimensions correspondent à l'échelle des grossissements des microscopes à transmission dont le pouvoir séparateur est de l'ordre de 20 angstroms.

En attribuant des formes géométriques simples aux particules et en comptant un grand nombre de grains sur une série de clichés photographiques, on peut, par des méthodes statistiques, évaluer l'aire spécifique d'un échantillon n.

#### a) Principe du fonctionnement de l'appareil

Un faisceau lumineux obtenu par un diaphragme iris à partir d'une source ponctuelle vient frapper perpendiculairement le dessous d'une plaque de verre dépolie, il y détermine un disque éclairé. Sur cette plaque est placé l'agrandissement d'un cliché pris au microscope électronique.

On aperçoit par transparence une tache lumineuse ronde nettement limitée.

Son diamètre est modifiable en faisant varier l'ouverture du diaphragme. De cette manière, sa surface peut être rendue équivalente à la taille des particules. Il faut cependant que l'image sur les clichés ait un diamètre compris entre 1,21 mm et 27,7 mm.

La conception de l'appareil permet de diviser cet intervalle en 48 sections de mêmes dimensions en régime linéaire ou, selon une progression géométrique, en régime exponentiel.

Chaque intervalle est relié à un compteur.

Lorsqu'un cliché est posé sur la plaque de verre, il suffit de faire coïncider la tache lumineuse avec une particule puis de l'enregistrer. Elle est automatiquement enregistrée sur l'un des 48 compteurs, en même temps un pointeau vient perforer le cliché au centre de l'image de la particule, ce qui évite de la compter plusieurs fois.

Un compteur annexe totalise le nombre de particules enregistrées. La vitesse de comptage est d'environ 700 à l'heure et l'on estime qu'une bonne approximation de la répartition est donnée par 2 000 enregistrements.

En régime linéaire, chaque compteur correspond à un intervalle constant  $\Delta D$  dans tout le champ de mesure ; c'est-à-dire que la valeur centrale augmente linéairement avec le numéro du compteur.

#### b) Méthode de calcul

Connaissant les grossissements respectifs du microscope électronique et de l'agrandisseur photographique, on détermine aisément la taille réelle des particules.

Pour des échantillons dont la dispersion de taille est très étendue, on a recours à deux ou trois séries de clichés à des grossissements différents.

En reportant sur l'axe des abscisses les valeurs réelles moyennes de chaque intervalle et en ordonnées la fréquence des particules correspondante, on trace une courbe de répartition statistique.

Un cliché photographique ne donne en fait que la projection plane d'un volume et l'on doit admettre une relation simple entre le diamètre et l'épaisseur des particules pour calculer leurs surfaces.

On assimile les grains de limons à des sphères et les argiles à des disques.

L'aire spécifique d'un matériau par cette méthode est calculée en appliquant l'équation :

$$A \text{ ext} = \frac{\sum_{i=1}^n n_i S_i}{\rho \sum_{i=1}^n n_i V_i}$$

Avec  $S_i$  = surface de la particule de diamètre  $D_i$

$V_i$  = volume de cette particule

$\rho$  = densité des particules

$n_i$  = nombre de particules lu directement sur le compteur

L'aire spécifique des particules assimilées à des sphères est :

$$A \text{ ext} = \frac{\sum_{i=1}^n n_i D_i^2}{\rho \sum_{i=1}^n n_i D_i^3}$$

Dans le cas de plaquettes :

$$A_{\text{ext}} = \frac{\sum Ni \pi Di^2 / 2}{\rho \sum Ni \pi Di h / 4}$$

La comparaison entre les aires spécifiques mesurées par la méthode BET et celles déterminées par le calcul statistique peut apporter de précieux renseignements quant à la participation de chaque constituant d'un mélange à cette aire spécifique.

#### IV. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

##### 1) Microscopie électronique à balayage MEB

Si le microscope électronique à balayage permet l'observation d'objets de très petites tailles invisibles à l'œil nu, on ne peut cependant l'assimiler à un microscope classique.

Les appareils optiques ou électroniques à transmission donnent une image sitgmatique simultanée de tous les points de l'objet. Dans le cas du balayage, l'image observée est du type télévision. L'échantillon est balayé par une sonde électronique, les informations recueillies par celle-ci sont transformées en signaux électriques qui modulent le faisceau d'un tube d'oscilloscope.

Il y a donc une correspondance ponctuelle entre un point de l'objet et un point de l'image sur l'écran.

Cette image qui est retransmise point par point ne devient complète qu'après une période de balayage.

L'échantillon, recouvert d'un film métallique, est transformé en anticathode émettrice lorsqu'il est frappé par un rayonnement X primaire. L'image se forme alors par réflexion sur la surface.

Cette méthode, si dans l'état actuel de la technique, ne possède pas un pouvoir séparateur inférieur à 100 Å, permet l'observation d'échantillons massifs avec une très grande profondeur de champ.

Cette propriété confère à l'image observée une impression de vision tridimensionnelle.

Appliquée aux Sciences de la Terre et à l'étude des matériaux en général, la microscopie électronique à balayage permet d'observer le faciès et la texture des minéraux in situ sur des fragments hétérogènes. Elle donne également de précieux renseignements sur les états de surface (application à l'étude de l'exoscopie des grains de quartz).

## 2) Microscopie électronique par transmission MET

De par son principe, ce type de microscope électronique peut être comparé aux appareillages photoniques. On y retrouve les mêmes éléments : source et lentilles.

Le pouvoir séparateur d'un microscope est donné par l'équation :

$$d = \frac{0,61 \lambda}{n \sin \alpha}$$

où d est appelée distance de résolution.

Dans le microscope à lumière visible, la longueur d'onde  $\lambda$  est fixée. On ne peut donc diminuer cette distance qu'en faisant varier n avec des liquides d'indice élevé ou en augmentant l'angle d'ouverture  $\alpha$ . Seule l'utilisation de rayonnement à longueur d'onde très courte peut diminuer d ; c'est le domaine des ultra violets et des rayons X. Dans le premier cas, des optiques en verre de silice ont permis d'obtenir une résolution de l'ordre de 0,1 micron.

Pour les rayons X, on ne peut techniquement réaliser des lentilles efficaces.

La solution a été trouvée sous forme de l'onde associée au rayonnement corpusculaire. C'est le microscope électronique ; en effet, les électrons sont faciles à produire, à focaliser et à observer sur un écran fluorescent. En outre, ils impressionnent les films photographiques courants. Cependant, comme pour les microscopes optiques, l'objet est "éclairé" par une source située en amont, l'observation se faisant en aval après que le faisceau ait traversé la préparation.

On ne peut donc étudier que des préparations suffisamment minces ou des particules isolées.

Dans le cas général, on ne peut avoir l'impression de vision tridimensionnelle que donne la microscopie par balayage.

Outre le pouvoir séparateur plus grand, la microscopie par transmission montre sa supériorité dans le domaine de l'identification des phases.

En effet, la longueur d'onde est de beaucoup inférieure aux paramètres cristallins et la structure de l'échantillon n'est pas masquée par un écran métallique. Il est possible d'utiliser la diffraction en changeant la focalisation du système de projection.

L'association de l'image de la particule et de son diagramme de diffraction permet l'identification du minéral.

Il suffit pour cela de connaître les paramètres de l'appareil pour calculer les  $d(hkl)$  et par comparaison avec les fiches A. S. T. M., en déduire la nature du microcristal.

*C H A P I T R E T R O I S I E M E*

BETON CELLULAIRE AUTOCLAVE

A - GENERALITES ET HISTORIQUE DES BETONS CELLULAIRES AUTOCLAVES

Le béton cellulaire autoclavé qui connaît un regain d'intérêt depuis "la crise du pétrole" est né de la fusion de deux techniques déjà anciennes.

Il s'agit d'une part des pierres artificielles constituées d'un mélange de silice et de chaux soumis à l'action de la vapeur d'eau et désignées sous le terme de produits silico-calcaires, et d'autre part, des différentes méthodes destinées à créer une structure cellulaire dans divers gâchis.

Chacune d'elles connut des fortunes diverses selon l'évolution du contexte économique.

## I. LES PRODUITS SILICO-CALCAIRES

A l'air libre, la chaux et la silice ne réagissent entre eux que très difficilement, la réaction n'est complète qu'après plusieurs mois.

C'est en 1880 que l'allemand Michaelis soumet ce mélange comprimé à la presse à l'action de la vapeur d'eau. La réaction a lieu à l'intérieur d'un autoclave où règne une pression variant de huit à dix atmosphères. Le produit obtenu est très dur et chimiquement stable.

Une telle découverte est rapidement exploitée industriellement, en 1890, la production de briques silico-calcaires est déjà importante dans les états allemands. Le principe de la fabrication consiste à mélanger 90 % de sable siliceux à 10 % de chaux grasse. Cet amalgame comprimé à une pression variant de 60 à 300 kg/cm<sup>2</sup> est ensuite autoclavé pendant 10 heures à une pression de vapeur d'eau saturante de 10 kg/cm<sup>2</sup>.

En Allemagne, où la pierre est rare, on fabriquait à la veille de la première guerre mondiale, environ un milliard de ces briques par an. En France, la production était beaucoup plus limitée, l'industrie de la pierre de taille y étant très développée.

En Angleterre, on a surtout développé le procédé Ford : un mélange de silice et de chaux vive est tassé dans des cylindres d'acier ; un vide poussé est maintenu pendant une heure puis on injecte de l'eau chaude à une pression de 8 kg/cm<sup>2</sup>. L'extinction de la chaux se faisant avec une forte augmentation de volume, les pressions exercées sont considérables et dispensent ainsi de la presse.

Les pièces fabriquées selon cette méthode peuvent atteindre des dimensions importantes.

Comme toute nouveauté dans le bâtiment, ces productions se sont heurtées à des industries solidement implantées depuis des siècles. Sous la forme de briques pleines, ces produits entraient directement en concurrence avec les briqueteries traditionnelles et les carrières de matériaux de construction.

Elles ont également rencontré une certaine défiance de la part des utilisateurs, l'ouvrabilité étant contrariée par les surfaces très lisses nuisibles à l'adhérence du mortier.

Finalement, elles n'apportaient aucune amélioration sensible par rapport aux briques traditionnelles et à la pierre de taille.

Afin de renaître, les produits silico-calcaires se devaient de se distinguer des autres matériaux en apportant des qualités supplémentaires, c'est-à-dire occuper un "créneau" difficilement accessible aux productions traditionnelles sans de coûteux investissements.

Ce domaine où toutes ces industries allaient être concurrentielles fût d'abord pressenti dans les pays au climat froid puis dans les nations soucieuses d'économiser les sources d'énergie ; il s'agit du nouveau marché des isolants thermiques.

L'isolation thermique est en effet une fonction inverse de la densité.

De par sa technique de confection, le béton autoclavé se prête sans de lourds investissements supplémentaires à la réalisation d'agglomérés ou de pièces importantes de faible densité. Il suffit pour cela de provoquer une structure cellulaire dans le mortier avant l'autoclavage qui la fixera.

## II. LES STRUCTURES CELLULAIRES

La production de cellules était déjà envisagée pour d'autres matériaux et connut des développements divers.

C'est ce qui advint au premier brevet déposé en 1889 par le tchèque Hofman. Il consistait à créer des pores dans une pâte de ciment en provoquant un dégagement de gaz carbonique par l'action de l'acide chlorhydrique sur le bicarbonate de soude. Après quelques essais infructueux, l'inventeur parvint à faire appliquer ce procédé aux panneaux de plâtre.

L'idée consistant à créer une structure cellulaire dans un béton fut reprise en 1917 par un hollandais. Elle consistait à introduire dans la pâte une émulsion à base de levures organiques dont la fermentation provoquait le dégagement gazeux.

Peu de temps après, en 1919, l'allemand Grosche préconisa l'emploi de poudres métalliques pour obtenir un résultat semblable. Cette découverte allait être déterminante par la suite.

Il ne restait plus qu'à allier les deux techniques.

### III. LES BETONS CELLULAIRES AUTOCLAVES

En 1923, le suédois Erikson eut l'idée de provoquer ce dégagement dans les composés silico-calcaires. Il devait, à partir de ce moment, assurer la suprématie de cette nation dans ce domaine.

A partir de 1939, dans les pays scandinaves, les bétons cellulaires autoclavés furent fabriqués industriellement, ce qui permit un nouvel essor de ces produits.

Ils sont actuellement manufacturés par 37 usines dont 13 en Europe. Les pays producteurs les plus importants sont l'U. R. S. S., l'Allemagne et l'Angleterre. Cependant, la production la plus élevée par habitant demeure celle des pays scandinaves.

En France, ces matériaux sont fabriqués sous licence suédoise par les usines de Bagnols sur Céze (Gard) et de Maisse (Essonne).

Une partie des agglomérés de cette nature utilisés dans la construction dans notre région, sont directement importés des pays scandinaves ou de Belgique (voir annexe II).

## B - METHODES DE FABRICATION (voir annexe III)

De l'extraction de la matière première à la livraison des éléments manufacturés, le processus de fabrication se décompose en plusieurs phases distinctes. Elles varient légèrement selon la nature des matériaux de base.

### I. LA COMPOSITION DU MELANGE

#### 1) Les matières premières

##### a) Les agrégats

Ils sont choisis en fonction de leur finesse et de leur teneur en silice. Le gonflement est d'autant plus homogène que les sables utilisés sont fins. C'est pour cette raison que l'on a parfois recours aux formations éoliennes du type dunaire. Elles sont souvent souillées d'impuretés et on

leur préfère des sables plus grossiers mais très riches en silice. En France, les formations les plus appréciées sont les sables de Fontainebleau ou de Nemours. Cependant, quelle que soit la nature des agrégats, ils sont toujours trop grossiers et doivent subir une préparation mécanique destinée à augmenter les surfaces spécifiques et si possible à produire une fragmentation telle que les particules les plus fines aient les propriétés de la silice amorphe.

La seule méthode efficace est de réduire en farine les sables en leur faisant subir une fragmentation dans des tambours à galets ou des broyeurs à rouleaux.

Ces installations requièrent d'importants investissements grévant lourdement le prix de revient pour un rendement somme toute médiocre<sup>(1)</sup>.

D'autres matériaux sont utilisés, c'est le cas notamment d'un produit suédois commercialisé en France. Il est constitué des produits de cuisson de schistes bitumineux et de calcaire. (La dissociation de carbonate de calcium fournira la chaux nécessaire à la réaction silico-calcaire). Ce procédé, praticable dans les installations artisanales que sont les fours à chaux verticaux, ne peut être utilisé que dans certains cas précis à proximité des gisements.

Si une économie appréciable est réalisée sur le combustible, il ne dispense pas des broyeurs.

Une solution à ce problème a été envisagée par les Charbonnages de France : les cendres volantes produites en grandes quantités dans les centrales thermiques sont des matériaux pulvérulents dont la finesse est compatible avec la fabrication des produits silico-calcaires.

Les recherches ont montré que la composition chimique de ces cendres permet la production des produits fiables même en présence d'une grande quantité de résidus sans devoir créer des aires de stockage trop importantes. Cependant, la qualité chimique de ces cendres est trop variable suivant les usines productrices, les corrections de la qualité du mortier sont

---

(1) "Dans tous les cas, le rendement est mauvais : le broyage est une opération qui consomme beaucoup d'énergie sans autre effet que d'en transformer la plus grande partie en chaleur. La faible proportion d'énergie restante est absorbée par la fragmentation.

Les recherches effectuées depuis de nombreuses années ont permis de mieux utiliser le matériel. Il est certain que ces travaux ont largement contribué à l'amélioration du rendement des broyeurs. Celui-ci reste malgré tout très faible".

trop importantes pour être rentables. D'autre part, de nouveaux débouchés pour les cendres ont été trouvés qui permettent l'écoulement de ces déchets sans traitement. (En France, on incorpore également des fibres végétales aux bétons cellulaires).

Tous ces agrégats constituent l'apport de silice qui se combinera au calcium. Cet élément est fourni soit par l'hydroxyde de chaux, soit par la chaux mise en liberté lors de l'hydratation des silicates des ciments Portland artificiels.

#### b) Les liants hydrauliques

Les qualités du produit fini sont en partie déterminées par la nature et la réactivité des liants.

Dans le cas où le dégagement gazeux est dû à la présence de poudres métalliques, son intensité est en relation directe avec le pH.

Elle est liée à la quantité d'hydroxyde de calcium dissout et à la teneur en aluminium.

Certains éléments, même en traces, peuvent modifier très sensiblement la cinétique de la réaction. Il s'agit notamment des produits alcalins présents dans les ciments tels  $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{K}_2\text{O}$ .

D'autre part, la réaction d'hydratation est exothermique.

La quantité de chaleur qui se dégage est fonction des proportions relatives de  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $\text{C}_2\text{S}$  et  $\text{C}_3\text{Al}$  (silicate double et triple de calcium, aluminate de calcium) contenues dans ce type de liant.

En fonction des chaleurs latentes de ces composés, il y a une vaporisation partielle de l'eau d'hydratation qui s'ajoute au dégagement gazeux provoqué par le réactif.

La rapidité de la réaction croît également avec la finesse de mouture du liant (cela entraîne des surfaces spécifiques plus importantes). D'autre part, le mélange peut contenir des éléments susceptibles d'entrer en réaction, provoquant une augmentation de l'expansion, c'est notamment le cas de  $\text{SO}_3$  et de  $\text{MgO}$ , ce dernier étant très courant dans la chaux.

L'ensemble de ces facteurs a une action très sensible sur la cinétique d'expansion. Si la réaction est trop violente, la pression exercée par

les gaz est supérieure à celle créée par le mortier. La vapeur combinée aux gaz s'échappent et le mélange retombe.

Inversement, une réaction trop lente entraîne l'aplatissement des pores créant ainsi des amorces de fractures.

Les ciments à haute résistance initiale et les ciments alumineux sont à proscrire. La prise étant trop rapide, ils risquent de figer la structure avant que celle-ci n'est pu s'établir de façon régulière. La bonne répartition des bulles est également déterminée par la teneur en eau. Elle doit assurer une certaine plasticité à la pâte.

### c) L'eau de gâchage

La quantité d'eau pour la confection de la pâte est cependant très supérieure à celle requise pour les mortiers traditionnels.

Les travaux expérimentaux de Graf (Lévy, 1965) ont défini un domaine de variation des proportions relatives d'eau et de liant.

En exprimant en poids chacun des constituants, il a établi le rapport E/C. Il doit être compris entre 1 et 2 avec E la quantité d'eau et C le poids du liant.

En fait, dans la phase industrielle, ces rapports sont rarement atteints ; ils se situent en général entre 0,6 et 0,7.

Cette teneur en eau importante s'explique si l'on considère la finesse des particules. Leur surface spécifique est très étendue (de l'ordre de  $500 \text{ m}^2/\text{g}$  pour les ciments Portland), la pellicule d'eau qui doit la recouvrir pour assurer le mouillage est proportionnellement plus importante.

D'autre part, la pâte doit avoir une viscosité très étudiée, une plasticité trop faible ne permet pas une répartition homogène des bulles qui apparaissent. Dans le cas inverse, les gaz s'échappent, la résistance opposée par le mortier étant trop faible.

Compte tenu de ces facteurs lors de la coulée, la pâte se présente sous forme de "soupe" très liquide. Certaines usines emploient d'ailleurs des lances à incendie pour la mise en place dans les moules.

## 2) Les agents expansifs

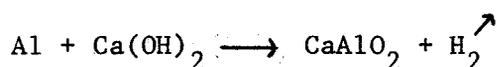
### a) Nature de ces agents

Comme nous l'avons vu précédemment, le dosage en agent expansif dépend

pour une grande part, des réactions annexes se produisant lors de l'hydratation du liant et de la chaux.

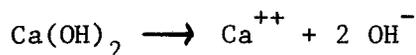
Actuellement, la méthode d'expansion la plus utilisée est basée sur la réaction se produisant lors du contact de la poudre d'aluminium et de la chaux. (Cette poudre est employée soit "polie, dépolie" ou un mélange des deux. L'aluminium non poli est obtenu par l'attaque des surfaces des particules par l'acide stéarique).

Plusieurs hypothèses ont été émises pour expliquer le processus de la production d'hydrogène. Certains accordent une prépondérance à l'action de l'hydroxyde de chaux. La réaction s'écrit alors :



Assimov (Pascal, 1965) en traitant l'aluminium par de l'eau de chaux obtient à 0°C : 4 CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 12 H<sub>2</sub>O et à 17°C : 3 CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 12 H<sub>2</sub>O de plus en plus souillé de sels insolubles au fur et à mesure que la température s'élève.

D'autres hypothèses reposent sur la solubilité de la chaux éteinte en milieu aqueux (0,185 g/l d'eau froide, 0,77 g/l d'eau chaude). La dissociation

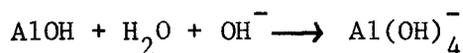
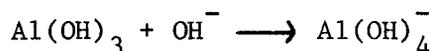


entraîne une augmentation du pH.

La réaction peut s'écrire sous la forme :



Lafitte (1967) estime que l'apparition d'ions OH<sup>-</sup> provoque d'abord la précipitation d'hydroxydes d'aluminium de formules stochiométriques Al(OH)<sub>3</sub> ou AlOH suivant les conditions expérimentales. Mais ces précipités se redissolvent dans un excès d'ions (OH)<sup>-</sup> en donnant :



La réaction qui en résulte est alors :



Quelles qu'en soient les modalités de formation, on admet dans l'industrie que pour 168 g de chaux à l'état de CaO, il faut employer 54 g d'aluminium pour produire 67,2 l d'hydrogène provenant de la dissociation de 54 g d'eau.

Les réactions peuvent être facilitées par l'adjonction de bases, telle la soude ou l'ammoniaque. L'augmentation de la température de l'eau entraîne des modifications de la vitesse de réaction. On requiert en général des températures comprises entre 25 et 30°C. Cependant, certaines manufactures effectuent leurs coulées à 60°C.

Ceci est surtout fonction des vitesses de réactions que l'on veut obtenir. La qualité de l'eau intervient également sur les propriétés ultérieures du matériau. On a constaté des densités plus faibles que celles obtenues avec des eaux chimiquement pures en utilisant des eaux moyennement dures.

En règles générales, l'obtention d'une pâte homogène est régie par la quantité d'aluminium et sa qualité, par la nature du liant, par la proportion d'eau et sa température.

Il ne faut pas assimiler les agents expansifs aux entraîneurs d'air destinés à améliorer l'ouvrabilité des bétons. Ces produits tensio-actifs entraînent dans la pâte des bulles de diamètre inférieur à 1 mm qui ne représentent que 4 à 5 % du volume total.

#### b) Stabilisateurs

Pour régulariser l'action des agents expansifs, certaines usines ont recours à des stabilisateurs.

Il s'agit de produits chimiques tel le silicate de potassium destiné à augmenter la stabilité du mortier frais par la formation de  $\text{CaSiO}_3$  (on utilise de préférence ce silicate car il ne donne pas d'efflorescence contrairement au silicate de soude). Les stabilisateurs peuvent être également des produits spécifiques vendus sous des appellations commerciales : on peut citer le DAREX AEA, la saponine, les résines Winsol.

#### 3) La confection du mélange

Le mode de malaxage a une importance prépondérante sur la densité, la répartition et la forme des pores. La densité est fonction du temps de malaxage ; en effet, plus celui-ci dure longtemps, plus le dégagement gazeux est

important. Voici par exemple les résultats observés par de Graf (Levy, 1965) :

Durée du malaxage	6 mn	10 mn	16 mn	24 mn
Densité apparente	1,54	1,24	1,04	0,91

Le principe de fonctionnement du malaxeur influe sur les propriétés du mortier, tout comme un béton ordinaire, en raison de la qualité du mélange qu'il permet d'obtenir.

Dans le cas d'une bétonnière dont la vitesse est excessive, les bulles formées auront tendance à se grouper le long de l'axe de rotation sous l'action de la force centrifuge. Elles subiront d'autre part des déformations du fait même de l'élasticité de cet agrégat particulier.

Ainsi, la durée du malaxage peut faire varier la densité du matériau final sans pour cela modifier les proportions des différents constituants.

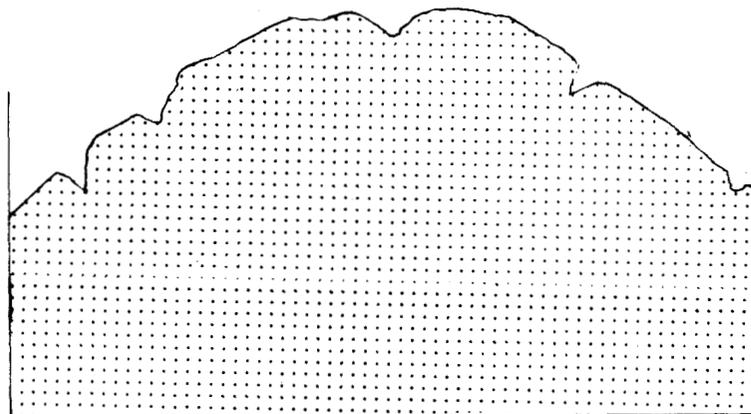
## II. LA COULEE DU BETON

### 1) Matériel

Afin d'assurer une bonne répartition des pores dans la masse du mortier, la hauteur des moules doit être limitée. Les bétons ont tendance à être plus denses dans le fond du moule qu'au dessus. La hauteur maximale des installations industrielles est de 50 cm. Les parois sont démontables pour faciliter la manutention des agglomérés après l'autoclavage. L'ensemble repose sur un chariot entrant complètement dans les autoclaves. Ces moules sont de grandes dimensions, de 4 à 6 m de longueur, 2 à 3 m de largeur. Ils peuvent contenir de 3 à 6 m<sup>3</sup> de béton.

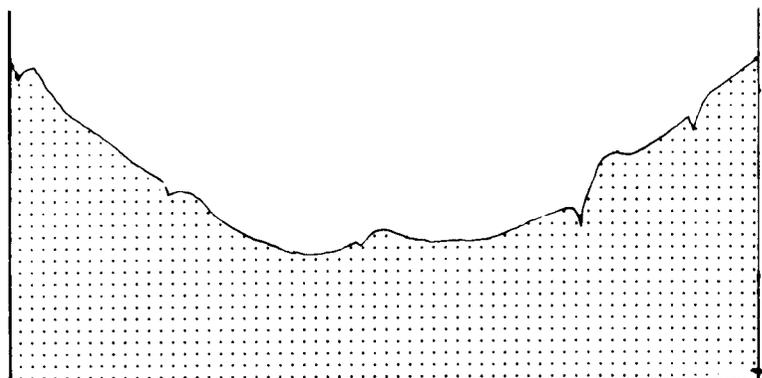
### 2) Température de coulée

La température de l'atelier est primordiale lors de la mise en place du mortier dans les moules. Si elle est trop faible, le béton a tendance à coller aux parois, seule la partie centrale lève.



- fig. 13 -

Inversement, une température externe trop élevée provoque une montée du mortier plus rapide le long des parois ; la partie centrale apparaît relativement affaissée.



-fig-14-

Le découpage en blocs, linteaux ou panneaux peut se faire soit par une trame de fils d'acier reposant au fond du bac et que l'on remonte lorsque la prise est suffisante, soit par des toles d'acier cloisonnant le moule avant la coulée du mortier. Le bloc unique contenu dans chaque moule, après l'autoclavage, peut être scindé en éléments de tailles différentes par sciage.

### III. DURCISSEMENT DU BETON CELLULAIRE

Les moules contenant le mortier après la prise sont enfournées dans les autoclaves. Comme il a été vu dans le paragraphe traitant de l'autoclavage, la montée en température entraîne une augmentation de la pression absolue.

En général, les matériaux sont traités à une pression de 6 à 10 atmosphères à des températures variant de 150 à 220°C. L'autoclavage dure de 16 à 20 heures.

C'est dans ces conditions que se produisent les réactions silico-calcaires : leurs formules stoechiométriques dépendent, pour la plus grande partie d'entre eux, du rapport  $\text{CaO}/\text{SiO}_2$  lors de la composition du mortier et de la température d'autoclavage ; les méthodes d'analyse utilisées pour leur reconnaissance ne permettent pas de trancher entre les légères variations de compositions chimiques qui caractérisent cette grande famille des silicates de calcium hydratés.

Mackenzie (1970) suppose que l'un des composants le plus important des produits autoclavés pourrait être la calcio-chondroïte :  $\text{Ca}_5 (\text{SiO}_4)_2 (\text{OH})_2$ .

Keevil et Thorvaldson (Lafuma, 1962) ont préparé quant à eux les silicates hydratés :  $2 \text{ CaO}, \text{ SiO}_2, \text{ H}_2\text{O}$  et  $3 \text{ CaO}, 2 \text{ SiO}_2, 3 \text{ H}_2\text{O}$  en traitant par l'eau à l'autoclave les silicates anhydres correspondants ; le premier se présente en cristaux orthorhombiques, le second en aiguilles prismatiques. Pollet et al. (1970) ont voulu y rechercher la tobermorite dont la formule est approximativement  $5 \text{ CaO}, 6 \text{ SiO}_2, 5 \text{ H}_2\text{O}$ .

Les indications précédentes ont été regroupées par H.F.W. Taylor dans une classification propre aux composés des ciments sous les formes C-S-H (1) ou C-S-H (2). Le premier dans le cas d'un rapport  $\text{CaO/SiO}_2$  inférieur à 1,3, le deuxième pour des corps dont ce rapport est supérieur à 1,5.

Dans toutes les hypothèses, les auteurs constatent que les composés formés par l'action de la vapeur d'eau à haute pression sont chimiquement très stables et que l'autoclavage n'entraîne pas de retrait.

## C - ETUDE D'UN BETON CELLULAIRE AUTOCLAVE A BASE DE LOESS

### I. COMPOSITION DU MELANGE

#### 1) Les limons loessiques

Lors de divers entretiens qui nous ont amené à présenter la possibilité de réaliser un béton cellulaire à base de loess, le plus difficile a été de fournir une définition de cette formation qui satisfasse des interlocuteurs de disciplines très variées. En effet, sa vaste répartition et son gisement superficiel posent des problèmes à de nombreuses spécialités scientifiques. Chacune d'elles en a donné une définition en fonction de ses préoccupations. Elle sera d'ordre génétique pour la géologie stratigraphique. La texture et la structure des horizons intéresseront plus particulièrement la pédologie ; à ces deux aspects s'ajoutera le potentiel d'échange ionique pour l'agronomie. La minéralogie s'attachera à en décrire les constituants. Le géotechnicien cherchera avant tout à le classer parmi les matériaux du sol.

#### a) Etude stratigraphique

##### α) Définition

C'est Cayeux qui a proposé la première définition cohérente des limons ; ses travaux ont été abondamment repris et commentés par de nombreux

auteurs. Chacun d'entre eux a insisté sur les critères qu'il jugeait primordiaux. Ils pouvaient lui être dictés par des considérations liées aux conditions locales de gisement telle la définition proposée par Gignoux (1960), ou aux provinces d'alimentation (Aubouin, 1967), ou bien encore par leur composition minéralogique.

A la suite des travaux de la commission des loess réunie au sein de l'I. N. Q. U. A. en 1967, l'unanimité semble être établie : les loess sont une formation éolienne continentale composée de quartz, d'argile et de calcaire présentant un maximum granulométrique entre 20 et 60 microns.

En ce qui concerne leur représentation cartographique, l'unanimité est loin d'être faite.

β) Représentation cartographique

Si les figurés et les notations des cartes sont réglementés pour les étages géologiques, il en va tout autrement pour les formations superficielles, du moins en ce qui concerne les éditions françaises.

Le cartographe s'est borné pendant longtemps à l'étude du substratum (exception faite de quelques documents à usage industriel ou géotechnique à grande échelle), la représentation des loess et des limons sur les cartes au 1/50 000 a souvent été extrapolée des anciennes cartes au 1/80 000 et des conclusions de J. Ladrière (1890) en les simplifiant encore parfois.

D'autre part, l'absence de réglementation a donné naissance à une grande variété de symboles. Ils peuvent tenir compte de la situation géomorphologique, de l'apparence des sols, de l'aspect granulométrique, ainsi que de la nature des formations sous-jacentes. On trouve ainsi les notations suivantes :

- |                  |   |                  |
|------------------|---|------------------|
| Lp               | } | Limon de plateau |
| a <sub>1</sub> b |   |                  |
| p                |   |                  |
- A : Eboulis de pente et vallées sèches
- Limon du fond des vallées sèches
- Dépôts meubles sur les pentes et limons de lavage
- L/e2a Limon de lavage ou limon quaternaire sur le Landénien (argile de Louvil)
- L/c : Limon de lavage ou limon quaternaire sur le Crétacé

Elles peuvent également tenir compte d'indications utilitaires : Ergeron, argilette, terre faible (loess), terre forte (lehm), fauvet ou rougeault terre à briques.

En fait, certaines dénominations recouvrent des unités stratigraphiques différentes.

D'autre part, les cartes géologiques ont été établies surtout d'après l'interprétation des coupes sondeurs très nombreuses dans les régions fortement industrialisées que sont les pays de Weppe, le bassin de la Sambre et le Gohelle. Dans les rapports de forage, l'estimation du rapport entre les dépôts de couverture et les formations tertiaires est très souvent incertaine, les limons et les loess étant le plus souvent notés comme sable, sable argileux, argiles, argilettes.

La composition minéralogique d'un loess est pratiquement toujours identique quelles que soient les formations sous jacentes. De nombreux exemples ont été cités dans les travaux de J. Sommé (1975) notamment dans des carrières où les loess passent sans modifications sur les argiles ou les sables landéniens. Les distinctions qui sont faites sont donc souvent inutiles.

#### γ) Localisation des matériaux utilisés pour la confection des bétons

Les échantillons ont été prélevés dans deux carrières.

Celle de Noyelles-Godault<sup>(1)</sup> a été surtout étudiée sous son aspect géologique.

Les formations loessiques ont une épaisseur de deux mètres environ. Sous la terre végétale se trouve le lehm, c'est-à-dire la zone du loess décarbonaté et où il y a eu précipitation des oxydes de fer. La partie basale (0,50 m) présente une teinte plus claire connue sous le terme d'ergeron par les carriers. Les carbonates y sont présents sous forme de tubules, de filonnets et de granules de craie. Cet horizon repose sur des formations plus hétérogènes qui ont pu subir des influences du substratum.

---

(1) Sa localisation dans le système Lambert est :

- Localité : Dourges
- Feuille au 1/50 000 de Carvin
- X = 646,250
- Y = 303,500

La description physique des régions du Nord de la France établie par J. Gosselet situe cette exploitation à la limite entre le Gohelle et la plaine de la Scarpe.

Le limon y est gris avec de grosses taches jaunes et de nombreuses traînées brunes ferrugineuses. Après tamisage d'un échantillon, on trouve des blocs d'argile yprésienne et des galets ferrugineux<sup>(1)</sup>.

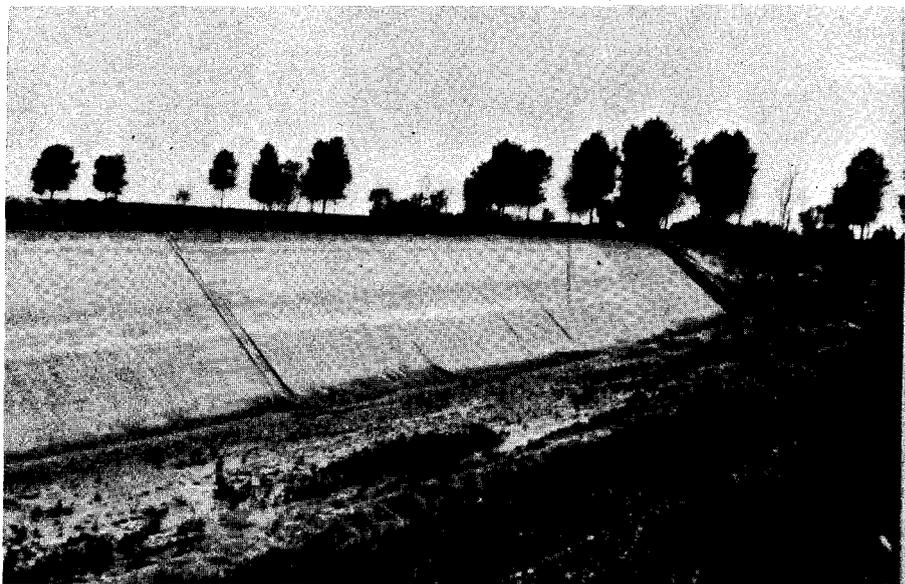
Une deuxième série d'échantillons a été prélevée dans la carrière de la briqueterie de Hem<sup>(2)</sup>. Nous avons axé sa description selon les critères économiques.

Cette carrière fournissait les matières premières aux fabrications de la briqueterie de Hem. Elle constitue une vaste excavation d'environ 100 m de long et 8 m de profondeur.

L'extraction était assurée par une chaîne à godets raclant les limons et se déplaçant sur la longueur de la tranchée.

Cette méthode permet une homogénéisation des matières premières quoiqu'apparemment l'épaisse couche de limon ne présente pas de variations notables de faciès.

Cette couverture repose sur les argiles de Louvil.



Ph I

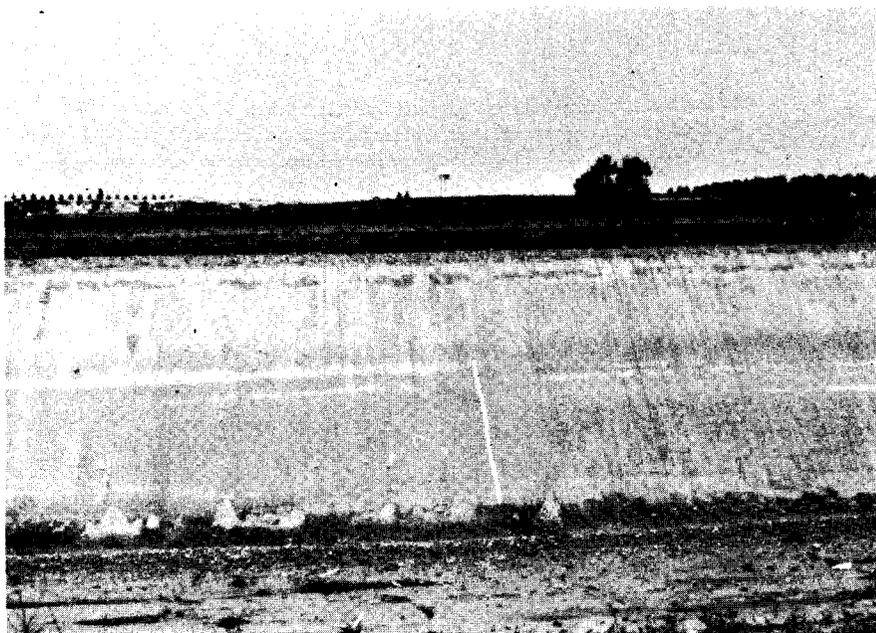
---

(1) Dans la classification de V. Commont, ces formations correspondent au loess récent.

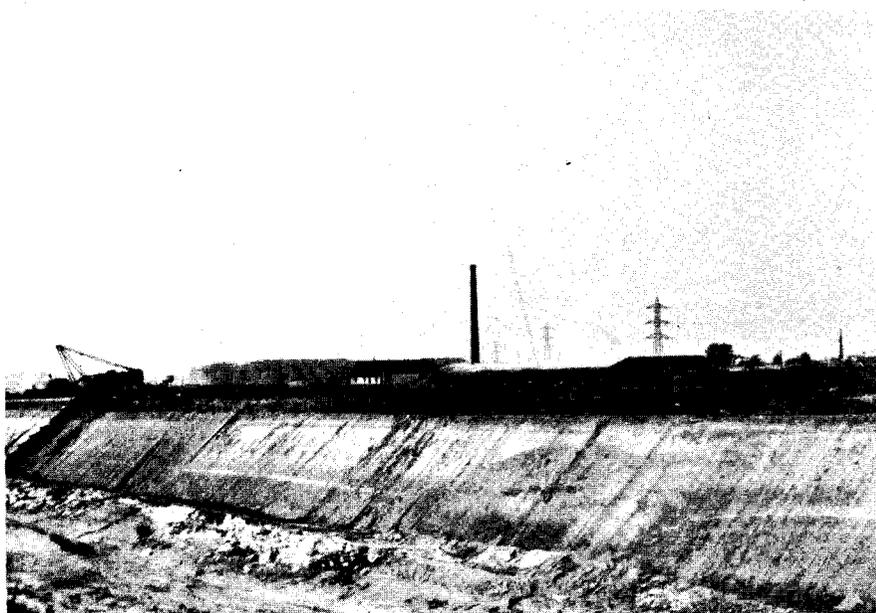
Dans l'échelle stratigraphique de J. Sommé, en accord avec la commission des loess de l'INQUA, ce gisement appartient au Weichsélien supérieur.

(2) Elle est repérée dans le système de coordonnées Lambert :

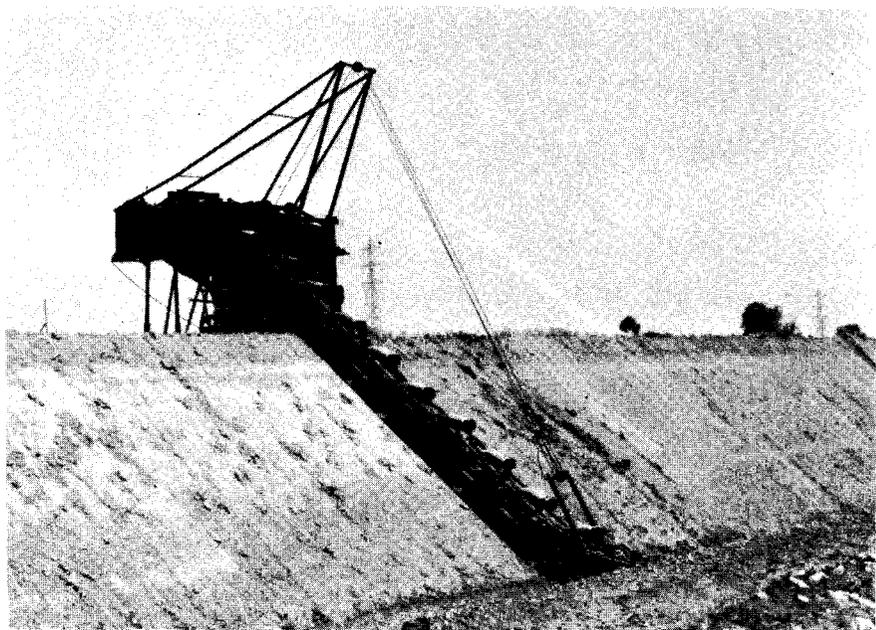
- Localité : Hem
- Feuille au 1/50 000 de Lille
- X = 661,250
- Y = 327,875



ph. 2



ph. 3



ph. 4

b) Analyse granulométrique de ces loess

Les courbes de répartition granulométrique des échantillons de ces deux carrières présentent une grande similitude. Nous ne reproduirons que l'étude des loess de Noyelles-Godault.

La granulométrie très étendue des particules constituant un sol ne peut être étudiée par une seule méthode.

L'on doit avoir recours à deux procédés :

- une série de tamis permet d'apprécier le poids des fractions sableuses et limoneuses grossières ;

- pour les limons fins et les argiles, la méthode internationale modifiée Robinson est la plus couramment employée en pédologie. Elle est basée sur les variations des vitesses de chute de particules de tailles différentes.

La vitesse de chute dans un liquide en fonction du rayon obéit à la loi de Stokes

$$v = \frac{2 g r^2 (\sigma - \rho)}{9 \eta} = K r^2$$

avec : v = vitesse de chute

g = accélération de la pesanteur

r = rayon de la particule

$\sigma$  = densité de celle-ci

$\rho$  = densité du liquide

$\eta$  = viscosité du liquide

Dans des conditions expérimentales connues, g,  $\sigma$ ,  $\rho$  et  $\eta$  sont constantes. On peut alors déterminer K<sup>(1)</sup> ; la vitesse de chute d'une particule est proportionnelle au carré du rayon de celle-ci.

Les limites de taille des sables, limons et argiles dans ce système international sont arbitraires et ne tiennent pas compte des variations de forme des constituants ni de leur nature minéralogique. Les particules dont la taille est inférieure à 2 microns sont considérées comme appartenant aux argiles. De même la limite entre limon et sable est fixée à 20 microns.

---

(1)

$$K = \frac{2 \times 981 (2,62 - 0,99827)}{9 \times 0,01} = 35400$$

En appliquant l'équation de Stokes, l'on peut déduire le diamètre des particules qui seront contenues dans une tranche d'eau de 10 cm pour des temps de sédimentation donnés.

Diamètre en mm	Vitesse de chute en mm/s	Temps pour h = 10. cm
0,002	0,0354	8 heures
0,02	0,354	4mn 48s
0,05	2,175	46s

Après 46 secondes à 10 cm de profondeur, on prélève les sables fins, les limons et les colloïdes minéraux contenus dans 20 cm<sup>3</sup> de suspension. Après dessiccation à l'étuve, on recueille un poids P.

Après 4mn 48s, il ne subsiste dans l'eau que les limons fins et les argiles d'un poids sec P'.

Après 8 heures de sédimentation, le prélèvement ne contient plus que les argiles d'un poids sec P''.

Cependant, pour séparer les plaquettes d'argiles, il a fallu utiliser un défloculant. Les plus fréquents sont l'hexamétaphosphate de soude ou le citrate de sodium. Cet adjuvant contenu dans l'eau distillée constitue une charge supplémentaire qu'il faudra déduire : 20 cm<sup>3</sup> de la solution sont prélevés. Après dessiccation, le poids du résidu est p.

Pour un échantillon de 10 g de loess dans un litre de solution, les différentes pesées ont donné les valeurs :

$$P = 0,1249 \text{ g} ; P' = 0,0758 \text{ g} ; P'' = 0,028 \text{ g} ; p = 0,0044 \text{ g}.$$

Les pourcentages de chaque constituant du loess sont déduits des équations (Verriez, 1972) :

$$\text{limons grossiers} \quad (P - P') \times 500 = (0,1249 - 0,0758) \times 500 = 24,55 \%$$

$$\text{limons fins} \quad (P - P'') \times 500 = (0,0758 - 0,028) \times 500 = 23,9 \%$$

$$\text{colloïdes minéraux} \quad (P'' - p) \times 500 = (0,028 - 0,0044) \times 500 = 11,8 \%$$

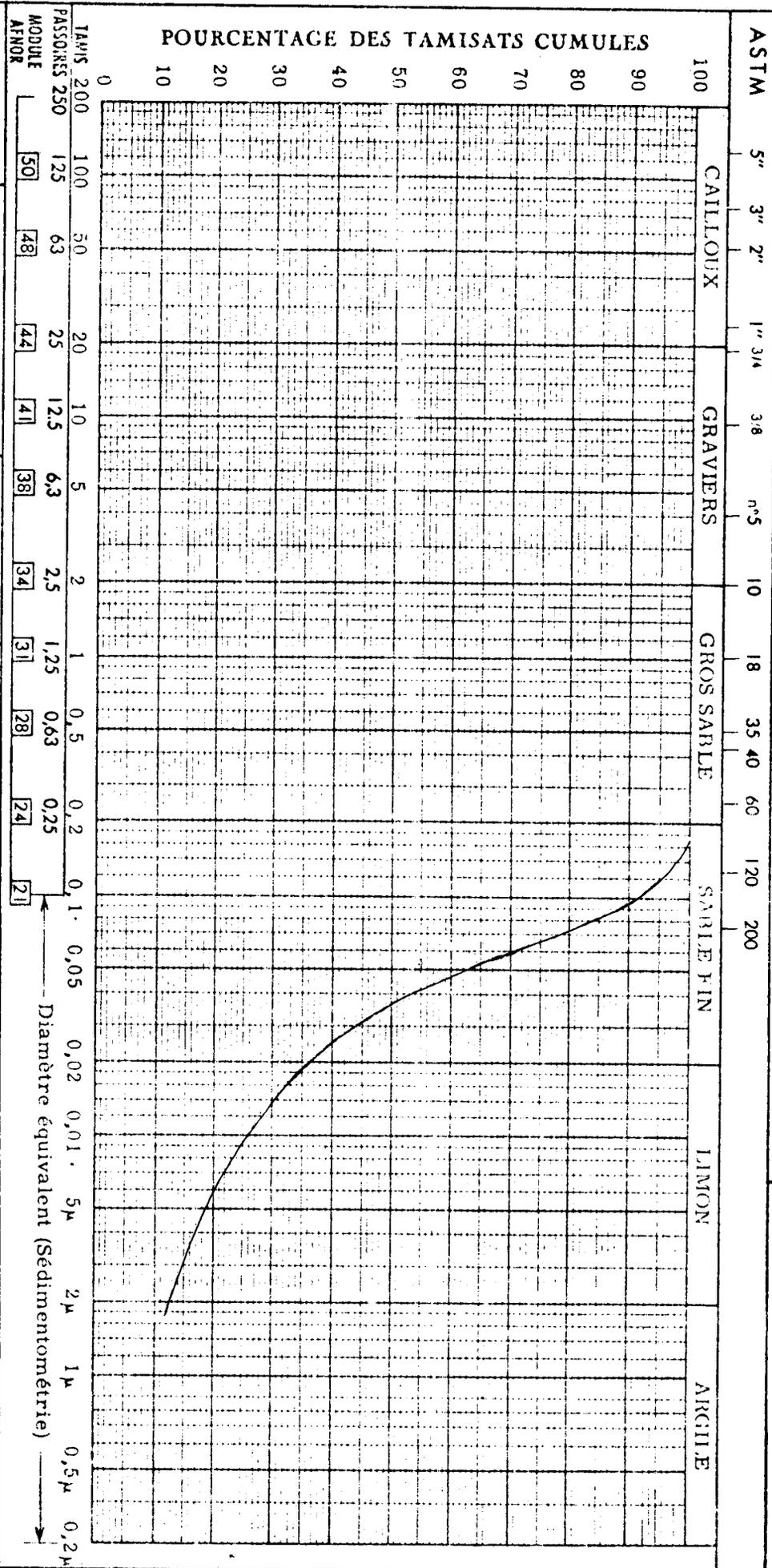
Le cumulat sédimenté au fond de l'éprouvette est ensuite tamisé. Les fractions sont recueillies sur les tamis dont les mailles sont respectivement de 0,20 et 0,05 mm, elles sont séchées et pesées. L'on détermine alors les pourcentages de sables fins : 31,32 % et de sables grossiers ≈ 0 %.

Ces valeurs permettent de tracer la courbe cumulative sur un graphique (fig. 15). Elles peuvent également être reportées sur le diagramme triangulaire (fig. 16). Ces loess se trouvent dans le domaine des limons fins.

S. 6 E | S. 7 - ANALYSE GRANULOMETRIQUE

DOSSIER :

Designation des échantillons  
 ----- LOESS  
 - - - - - NOYELLES

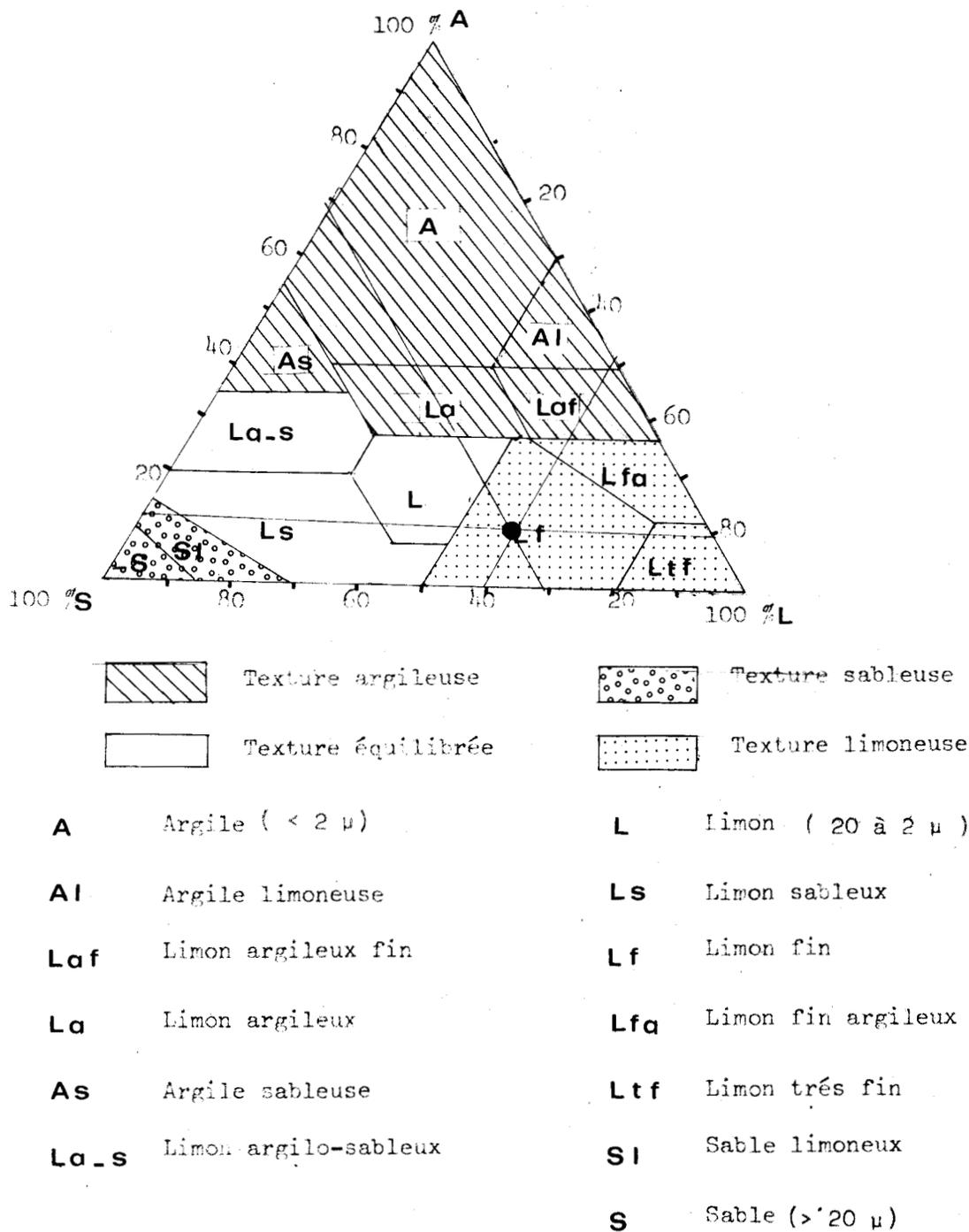


Ech.	S. 8			S. 20		TENEUR EN CO <sub>2</sub> CA
	W <sub>L</sub>	W <sub>P</sub>	l <sub>p</sub>	PISTON	VISUEL	
Ech.	24,52	17,7	6,82			17,28
Ech.						
Ech.						

LIMITES D'ATTERBERG

F. S.





-fig - 16-



c) Courbe de répartition statistique

La variation de taille des éléments composant le loess étant très importante, plusieurs séries de photographies ont été nécessaires pour effectuer des recouvrements à partir desquels les calculs ont permis de tracer la courbe de répartition en nombre de particules.

Un premier grandissement (x 210) de clichés pris au microscope photographique a permis d'étudier les particules dont le diamètre était supérieur à 5,76 microns.

Un faible grandissement (4 512) au microscope électronique a couvert l'intervalle 0,27 - 6,16 microns.

Les particules très petites ont été répertoriées grâce à un grandissement moyen pour ce type d'appareil : x 11 000.

Le comptage des éléments de diamètre supérieur à 5 microns a porté sur 2 138 grains.

Un premier comptage de 399 particules à un grandissement 3 319 a été conforté par le pointage de 1 866 images sur des clichés au grandissement 4 512.

Pour les plus petites dimensions, 2 530 relévés ont été faits. Chaque série a été reportée dans un tableau comportant 48 cases, chacune correspondant à un compteur (fig. 17).

Elles sont divisées en cinq lignes : le numéro du compteur est reporté dans la rangée supérieure ; la seconde comporte les limites inférieure et supérieure de la tache lumineuse ; la troisième comporte les dimensions réelles des particules compte tenu du grandissement ; le nombre de particules de ces dimensions et leur fréquence sont inscrits dans les deux dernières rangées.

A titre d'exemple, il n'a été reporté que le tableau concernant le grandissement 4 512, ce qui correspond aux particules dont les diamètres sont compris entre 0,27 et 6,16 microns.

Les recouvrements des diamètres des trois comptages étant suffisants, on a admis un rapport de proportionnalité entre le nombre de particules les plus grandes pour le grandissement 11 000 et celui des composants les plus petits du grandissement 4 512.

Il en a été de même pour les particules enregistrées par les compteurs de rang le plus élevé de celui-ci et celles comptabilisées comme les plus petites du grandissement 210.

Ces recouvrements successifs ont permis de calculer les fréquences relatives des particules dont les diamètres s'échelonnent entre 0,1 et 132 microns.

Cette suite continue permet de reporter des points dont les coordonnées sont le diamètre des particules et leur fréquence relative sur un histogramme (fig. 18).

L'étude de la courbe qui relie tous ces points apporte des enseignements qui ne peuvent être décelés par les méthodes granulométriques habituelles.

Un loess est généralement défini comme étant une formation composée surtout de quartz dont la fraction granulométrique prédominante est comprise entre 20 et 60 microns, cependant en nombre de particules, la fraction argileuse représente près de 90 %. De telles proportions, compte tenu de la forme des argiles, peuvent expliquer les propriétés arables de ces sols dont la structure est suffisamment aérée par l'empilement de particules subsphériques tout en ayant un potentiel d'échanges de cations relativement important du fait de la présence des smectites aisément accessibles par l'intermédiaire de ces micropores.

D'autre part, les études de l'exoscopie des grains montre que les plaquettes ont tendance à envelopper très intimement les grains de quartz, créant ainsi des surfaces lubrifiantes, conférant à ce matériau ses propriétés plastiques.

Les micrographies à fort grandissement montre l'existence d'une forte proportion de particules colloïdales. Elles sont si nombreuses que leur report sur les courbes de répartition aurait amené une telle disproportion que les particules argileuses ou quartzieuses auraient dû être considérées comme négligeables.

Ces colloïdes ont une importance prépondérante se l'on admet des réactions de dissolution lors de l'autoclavage. Ces très petits globules seront les plus facilement attaqués, ce sont les premiers éléments qui se combineront.

Si l'on considère les éléments d'une taille supérieure à 2 microns, on note qu'ils ne représentent en nombre qu'une fraction peu importante. Le fait de placer la limite des limons à 2 microns comme le préconise les normes internationales ou de la placer à 5 microns selon les recommandations ASTM, n'a qu'une importance très relative dans ce cas (conf. fig. 18). Cependant, la courbe (fig. 18) n'est pas monotone ; elle présente en effet un léger bombement que seule cette méthode met en évidence.

La forme de cet accident est comparable à celui donné par un matériau composé d'un seul élément.

On peut admettre qu'il correspond au maximum de fréquence des grains de quartz. Son intensité est cependant modulée par l'existence dans ces dimensions de particules argileuses de grandes tailles. (L'examen des clichés a montré que certaines plaquettes avaient une taille de l'ordre de 10 microns).

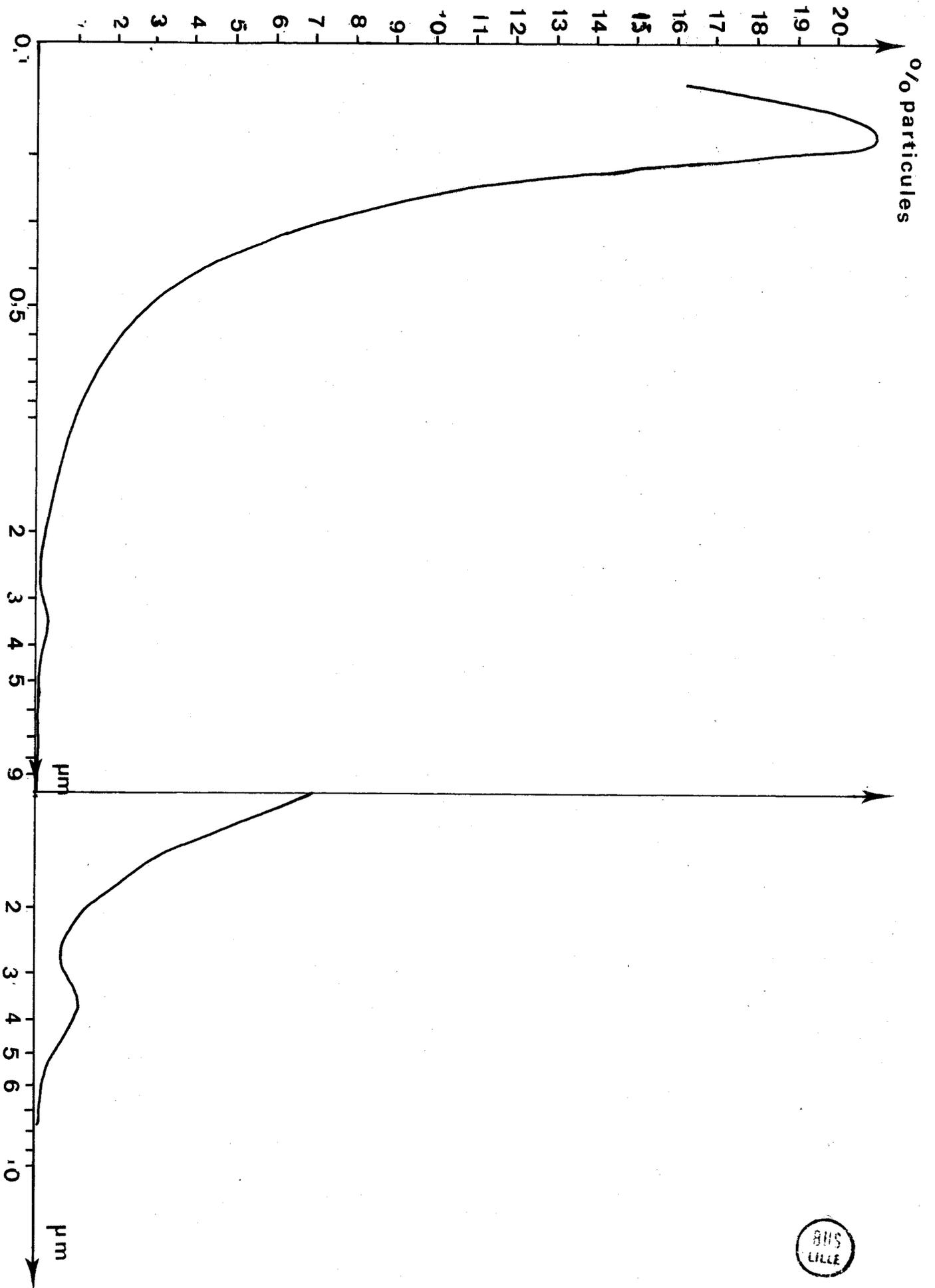
Le fait de supprimer la fraction inférieure à 2 microns ne peut en aucun cas assurer l'élimination des argiles. Leur nombre en sera certes grandement diminué mais ne les éliminera pas complètement.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1,21-1,76	-2,32	-2,87	-3,42	-3,97	-4,52	-5,08	-5,63	-6,18	-6,73
0,27-0,39	-0,51	-0,64	-0,76	-0,88	-1,00	-1,13	-1,25	-1,37	-1,49
242	260	210	144	132	56	118	73	44	50
12,96	13,93	11,25	7,71	7,07	3,00	6,32	3,86	2,35	2,70
11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
-7,28	-7,84	-8,39	-8,94	-9,49	-10,04	-10,60	-11,14	-11,70	-12,25
-1,61	-1,74	-1,86	-1,98	-2,10	-2,22	-2,35	-2,47	-2,59	-2,72
95	27	12	5	18	8	17	13	14	10
5,09	1,44	0,64	0,26	0,96	0,43	0,91	0,69	0,21	0,50
21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
-12,80	-13,36	-13,96	-14,40	-15,01	-15,56	-16,12	-16,67	-17,22	-17,77
-2,84	-2,97	-3,09	-3,21	-3,33	-3,46	-3,59	-3,70	-3,82	-3,95
28	25	9	12	11	12	18	7	20	25
1,49	1,34	0,48	0,64	0,59	0,64	0,97	0,37	1,07	1,34
31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
-18,32	-18,88	-19,43	-19,98	-20,53	-21,08	-21,64	-22,19	-22,74	-23,29
-4,07	-4,19	-4,31	-4,43	-4,56	-4,68	-4,80	-4,93	-5,05	-5,17
26	28	15	13	27	16	10	7	19	9
1,92	1,50	0,80	0,69	1,45	0,86	0,53	0,37	1,02	0,48
41	42	43	44	45	46	47	48	LOESS X 4512 N=1866	
-23,84	-24,40	-24,95	-25,50	-26,05	-26,60	-27,16	-27,71		
-5,29	-5,42	-5,54	-5,66	-5,78	-5,90	-6,03	-6,16		
10	5	5	3	2	1	5	8		
0,53	0,28	0,28	0,16	0,10	0,05	0,28	0,43		

N°
D
d
n
p

N° : Numéro du compteur ; D : Diamètre sur les clichés ; d : Diamètre réel ;  
n : Nombre de particules ; p : Pourcentage

FEUILLE DE MESURE POUR LE COMPTEUR DE PARTICULES "ZEISS"



-fig - 18 -

d) Aire spécifique des loess

L'importance et la rapidité d'une réaction entre solides, qu'il s'agisse d'un processus topochimique ou d'une dissolution partielle des constituants, sont pour une grande part subordonnées aux surfaces accessibles.

Si une bonne connaissance de l'aire spécifique globale donne une bonne appréciation des possibilités de combinaison de deux corps, dans le cas d'un mélange de deux phases principales, la contribution de chacune d'elles à cette aire apporte d'appréciables informations sur les propriétés du mélange.

La méthode B. E. T. montre que l'aire spécifique du loess est de l'ordre de  $35 \text{ m}^2/\text{g}$ .

La méthode statistique basée sur le comptage des particules sur plusieurs séries de clichés permet d'estimer la forme et dans ce cas la nature des composants.

On peut admettre que les éléments de taille supérieure à 2 microns sont assimilables à des sphères.

Le calcul théorique leur donne une aire spécifique de l'ordre de 2 à  $3 \text{ m}^2/\text{g}$ .

L'observation des clichés ainsi que l'élargissement des taches de diffraction mesurée sur différents diagrammes laissent supposer une épaisseur moyenne d'environ  $300\text{Å}$  pour les plaquettes dont la taille est inférieure à 2 microns.

En attribuant à ces minéraux phylliteux une forme théorique, le calcul de l'aire spécifique est de  $30 \text{ m}^2/\text{g}$  pour des disques.

On constate donc que l'aire spécifique d'un loess est principalement liée à la teneur en argiles, la participation du quartz bien que représentant la fraction pondérale la plus importante est négligeable.

Le calcul de l'aire spécifique à partir d'une courbe granulométrique en assimilant toutes les particules à des sphères conduit à des valeurs très inférieures à la réalité.

Les méthodes de détermination envisagées précédemment rendent compte des propriétés physiques du loess.

La granulométrie et l'aire spécifique nous renseignent sur l'état de division du granulat.

La réaction hydrothermale réalisée en autoclave permet en effet à un liquide et à sa vapeur d'agir sur des solides. L'importance des surfaces exposées à cette action détermine, pour une grande part, la vitesse et la plénitude des réactions.

Celles-ci sont cependant régies par la nature du solide, sa composition chimique et sa stabilité thermodynamique qui permettent la mise en liberté plus ou moins rapide des éléments constitutifs. L'identification des minéraux du loess nous renseigne sur ces propriétés.

#### e) Analyse minéralogique

Dans le paragraphe consacré au durcissement du béton, nous avons dit que celui-ci est assuré par une recombinaison de la silice et de la chaux. Le composé silico-calcaire forme une matrice homogène dans laquelle sont incluses les particules grossières. \*

Taylor a nommé ce produit synthétisé CSH où :

C représente le CaO

S représente le SiO<sub>2</sub>

H représente le H<sub>2</sub>O

Cette notation, basée sur un système d'initiales, donne une représentation symbolique des silicates de calcium sans lui accorder la précision des notations chimiques habituelles. Les variations de composition ou de cristallisation de ces composés sont infimes mais très nombreuses, leur notation chimique serait fastidieuse et ne rendrait pas compte de l'homogénéité de cette famille, elle ne précise pas la structure du produit synthétisé.

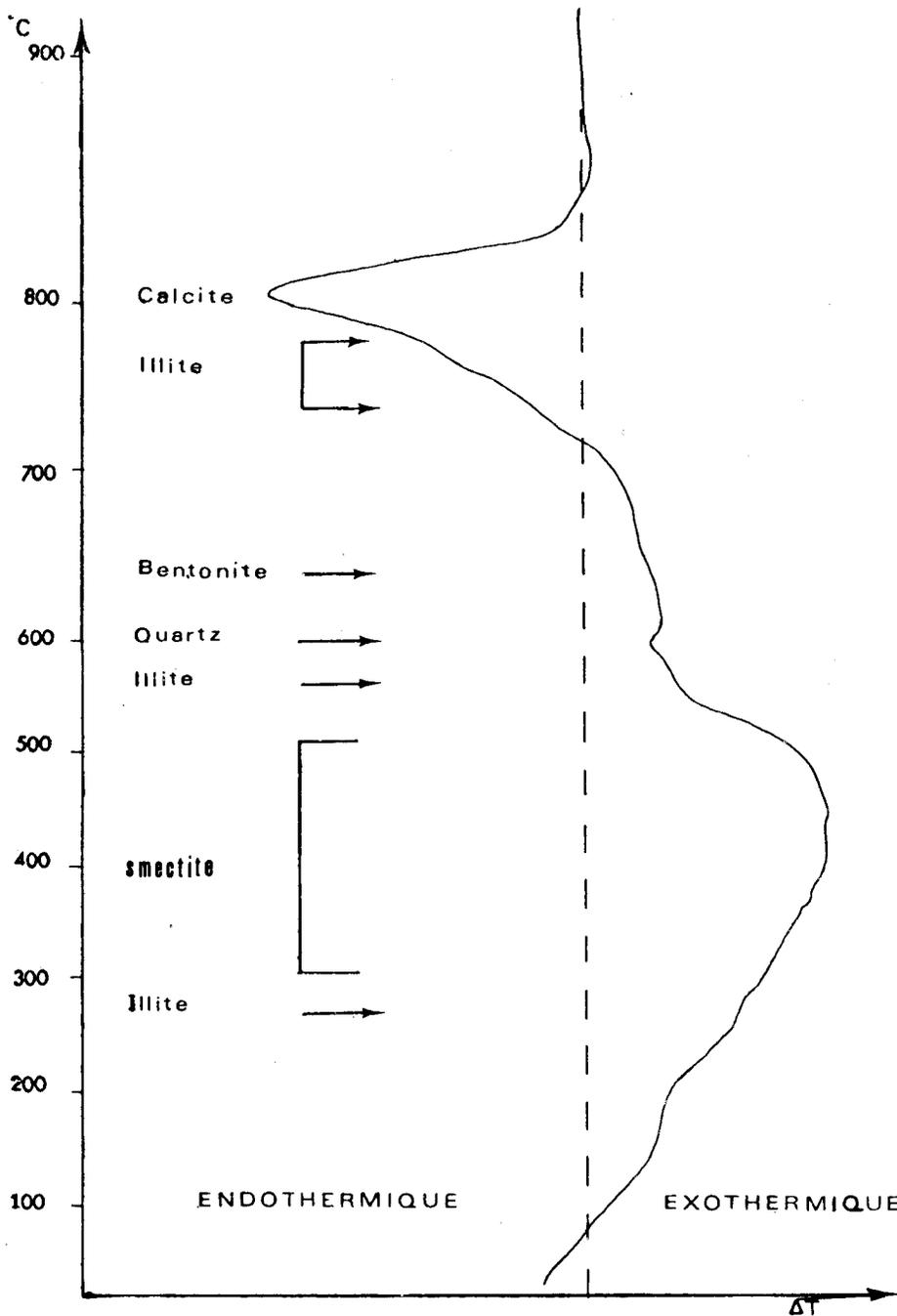
De même, la classification de Taylor ne tient pas compte de la provenance des composants. Il s'avère que si la présence de silice est primordiale, la forme sous laquelle elle se présente n'est pas spécifiée. Elle peut provenir de formes cristallisées comme le quartz ou de dépôts amorphes. Les argiles peuvent également fournir les radicaux (SiO<sub>4</sub>)<sup>-</sup> après leur destruction.

Une détermination globale de ces différents silicates nous est fournie par l'analyse thermique différentielle.

α) Analyse thermique différentielle

600 mg de loess ont été tassés dans le creuset d'analyse, les deux autres contenaient chacun 600 mg de substance de référence : de l'alumine calcinée.

L'élévation de température a été réglée à 16°C par minute, cependant, au delà de 600°C cette vitesse n'a pu être maintenue. Cette diminution progressive de la vitesse de chauffe se traduit sur le graphique (fig. 19) par des écarts croissants des températures sur l'axe des ordonnées.



-fig. 19 -

Jusqu'à 700°C, le profil de la courbe est caractéristique d'un dégagement de chaleur avec un maximum à 400°C.

Ce phénomène est tempéré par plusieurs épisodes endothermiques. Le premier est un palier qui se situe à des températures voisines de 200°C. A partir de 400°C, l'absorption de chaleur est plus importante et contrebalance fortement la tendance exothermique. La pente est la plus accentuée vers 480°C, ce réajustement se stabilise vers 550°C donnant naissance à un nouveau palier. Son tracé monotone est modifié vers 580°C et 650°C par de nouvelles absorptions de chaleur.

A partir de 700°C, se dessine un fort décrochement endothermique. Cette déviation rapide est à peine modifiée par un accident à 780°C. Au delà de 800°C, il y a une chute brutale qui se traduit par un retour à la position d'équilibre sans que la température augmente.

Par la suite, aucune modification ne vient troubler l'enregistrement linéaire alors que la température continue à croître.

Le déséquilibre thermique entre l'échantillon analysé et la substance de référence qui confère à la courbe son profil général jusqu'à 400°C peut être attribué à certains phénomènes affectant les composants du loess. Une telle déviation exothermique peut être due à des réactions chimiques entre les différents éléments. Or, jusqu'à 500°C, les argiles, le quartz et la calcite ne réagissent pas. Comme nous le verrons ultérieurement (p. 93) le loess est très riche en particules colloïdales, elles tendent à s'organiser pour former la montmorillonite, tous les stades de cette évolution sont présents. (L'échantillon est placé dans des conditions proches de celles requises pour la synthèse des minéraux argileux - Millot G., 1963). Il est possible qu'en chauffant, ce processus de formation déjà engagé soit accéléré<sup>(1)</sup>.

La forme et l'intensité des pics qui modifient ce profil de référence lors de l'étude de l'échantillon de loess sont imputables à certaines transformations.

Le premier phénomène endothermique qui se traduit par l'apparition d'un palier vers 200°C est caractéristique d'un départ d'eau hygroscopique des feuillettes d'illites et de montmorillonite.

Le comportement de ces phyllosilicates diffère à des températures plus élevées selon les forces de liaison des molécules d'eau de structure. Elles se dissocient des illites à 480°C alors qu'elles ne quittent les montmorillonites qu'à 650°C.

---

(1) Une étude au microscope électronique d'un échantillon chauffé lentement jusqu'à 500°C devrait confirmer ou infirmer cette hypothèse.

Tous ces accidents ne modifient pas profondément le profil de l'enregistrement, c'est l'un des critères d'identification des illites (Caillère et Hénin, 1963).

Le départ d'eau est un phénomène progressif, les forces de liaison étant variables, un réajustement thermodynamique comme une réorganisation cristalline nécessitent un apport de calories important mais limité dans le temps, ce qui se traduit par un pic bien exprimé.

Le pic à 580°C correspond à cette description, il résulte des modifications endothermiques que subit le quartz  $\alpha$  en passant à la forme stable à cette température : le quartz  $\beta$ .

Ces réactions ne mettent pas en jeu l'intégrité du cristal, elles sont relativement indépendantes de leur taille.

Lors de la destruction d'un cristal, la température de dissociation est en partie liée à la taille des particules, à leur porosité, à la possibilité de diffusion des produits de destruction.

Il y aura donc une dissociation différée qui se traduira sur l'enregistrement par une croissance lente du crochet, se terminant par une chute brutale lorsque la réaction sera achevée.

Le pic qui débute à 700°C pour s'achever brutalement vers 800°C est de ce type ; il est dû à la dissociation de la calcite qui libère du gaz carbonique. L'analyse thermique différentielle nous apporte les premiers renseignements sur la nature des composants du loess.

Il apparaît constitué de quartz, de certaines argiles et de calcite, c'est-à-dire de particules grossières et globuleuses et de minéraux de petites tailles phylliteux.

En étudiant le loess par cette méthode, certains minéraux appartenant à l'une ou l'autre de ces fractions peuvent être passés inaperçus, leur concentration étant trop faible par rapport aux principaux constituants.

En séparant ces deux fractions et en les analysant séparément, ces composants secondaires peuvent être mis en évidence.

#### B) Etude de la fraction inférieure à deux microns

Ces particules sont isolées par sédimentation.

Pour cela, le loess est mis en suspension dans une solution contenant

un défloculant. Après huit heures, une tranche d'eau de 10 cm est siphonnée et séchée. Après la dessiccation à une température modérée de plusieurs prélèvements, une quantité suffisante de cette fraction a été recueillie pour réaliser trois lames orientées.

La suspension déposée sur la plaque est séchée à l'étuve à 60°C, une température plus élevée risquerait de créer des mouvements à l'intérieur de la fine pellicule d'eau. Les courants de convection ainsi créés peuvent provoquer des concentrations locales des particules argileuses entraînant une désorientation des phyllites par rapport au faisceau de rayons X.

Le diffractogramme de cette préparation (fig. 20) réalisé en utilisant une anticathode de cuivre montre l'importance du fond continu. Il résulte de phénomènes de fluorescence créés par le rayonnement  $K\alpha$  du cuivre en présence de fer.

Les raies sont cependant suffisamment détachées de ce fond pour ne pas avoir recours à d'autres anticathodes.

Le dépouillement de ce diffractogramme permet d'identifier un certain nombre de minéraux : le quartz et l'illite qui avaient été mis en évidence par l'analyse thermique différentielle et une nouvelle argile qui n'était pas apparue : la kaolinite.

Certains pics, notamment dans les petits angles, ne peuvent être directement attribués à un seul minéral.

C'est notamment le cas de la distance interréticulaire de 14,7 Å. Elle peut correspondre à des plans de diffraction d'une smectite<sup>(1)</sup>, d'une vermiculite ou d'une chlorite.

Dans ces conditions de préparation des lames, la distance séparant les plans (001) de toutes ces argiles est proche de 14 Å.

En faisant varier les méthodes de préparation, on peut modifier leur comportement.

---

(1) Smectite : terme général incluant les minéraux qui, comme la montmorillonite, subissent par hydratation ou dessiccation d'importantes variations de l'équidistance (001) : Caillère et Hénin, 1963.

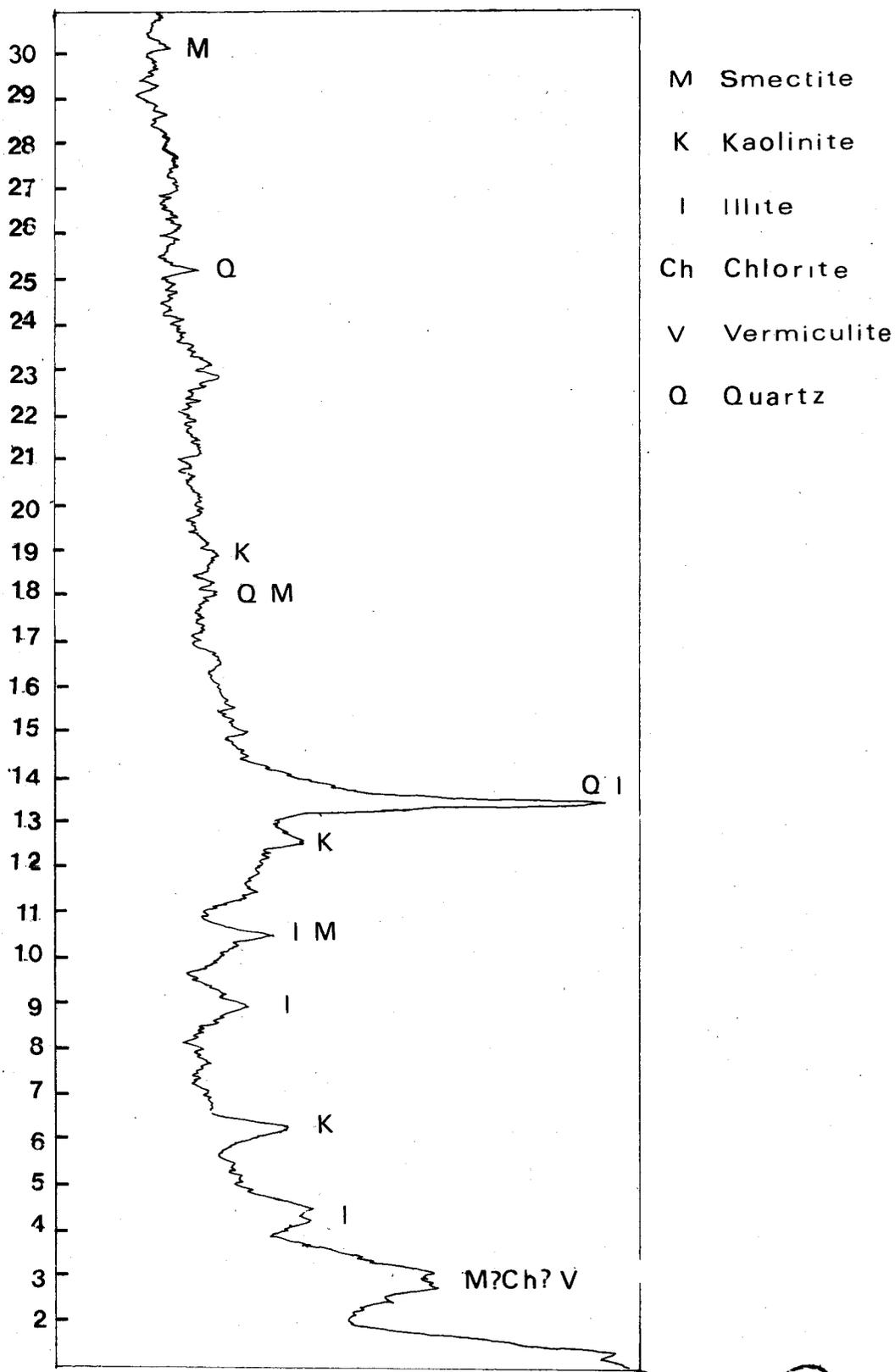
DIFFRACTOGRAMME

Référence : Echantillon : fraction inf. Provenance : loess à 2 microns Noyelles-G  
 Anticathode : Cu Intensité : 5 tension :  
 Défilement : Sensibilité : 10<sup>6</sup> cps/s inertie : 5

Résultats obtenus				Résultats théoriques								Obs.
Raie	$\theta$	$d_{hkl}$	I	Ref. 1		Ref. 2		Ref. 3		Ref. 4		
				$d_{hkl}$	I	$d_{hkl}$	I	$d_{hkl}$	I	$d_{hkl}$	I	
1	2,8	15,7	7	Montmorillonite?		Vermiculite?		Chlorite?				
2	4,45	9,93	5					9,9	8			
3	6,15	7,19	4			7,15	10					
4	9	4,92	4					4,9	5			
5	9,9	4,48	4					4,45	10			
6	10,45	4,25	4	4,24	8							
7	11,45	3,88	4					3,87	5			
8	12,5	3,56	5			3,57	10					
9	13,42	3,32	10	3,35	10			3,35	10			
10	17,65	2,54	3			2,55	8	2,56	10			
11	18,05	2,49	3	2,45	6	2,49	9					
12	19,4	2,32	3	2,28	6	2,33	10					
13	22,9	1,98	3			1,98	7					
14	25,2	1,81	4	1,81	8							
15	30,2	1,54	2	1,54	8							
16												
17												
18												
19												
20												



Nature de la Référence : 1 - QUARTZ 2 - KAOLINITE 3 - ILLITE



-fig -20-



Certaines comme les montmorillonites ont la propriété de fixer entre leurs feuillets des molécules de glycol dès qu'elles se trouvent placées dans une atmosphère saturée en vapeur de cet alcool lourd. L'absorption provoque un gonflement des feuillets, les distances interréticulaires sont alors de 17 Å.

Les chlorites et les vermiculites ne présentent pas ce phénomène.

Les smectites et les vermiculites chauffées à 550°C subissent une contraction irréversible due au départ d'eau. L'équidistance (001) passe alors à 10 Å.

Seules les chlorites sont insensibles à ces deux traitements : les plans (001) sont toujours distants de 14 Å.

Pour identifier les argiles de ce type se trouvant dans le loess, on utilise ces différences de comportement.

Une suspension de la fraction inférieure à 2 microns est déposée sur trois lames. L'une d'elles (N) est analysée sans autre préparation. La seconde (GI) est placée dans un dessiccateur saturé en vapeur de glycol. La dernière est chauffée à 550°C pendant quatre heures (lame 550).

Les diffractogrammes (fig. 21) de ces lames sont sensiblement différents.

Le pic à 14 Å apparaissant sur le diffractogramme (N) a disparu lors du chauffage, parallèlement la raie à 10 Å s'est considérablement renforcée.

Sur la lame glycolée, le pic à 14 Å n'existe plus ; il y a eu un déplacement de la raie vers les angles plus petits, donc vers les équidistances (001) plus grandes.

On peut comparer les distances calculées de la première raie de ces trois diffractogrammes au tableau établi par Pei Yuan Chen

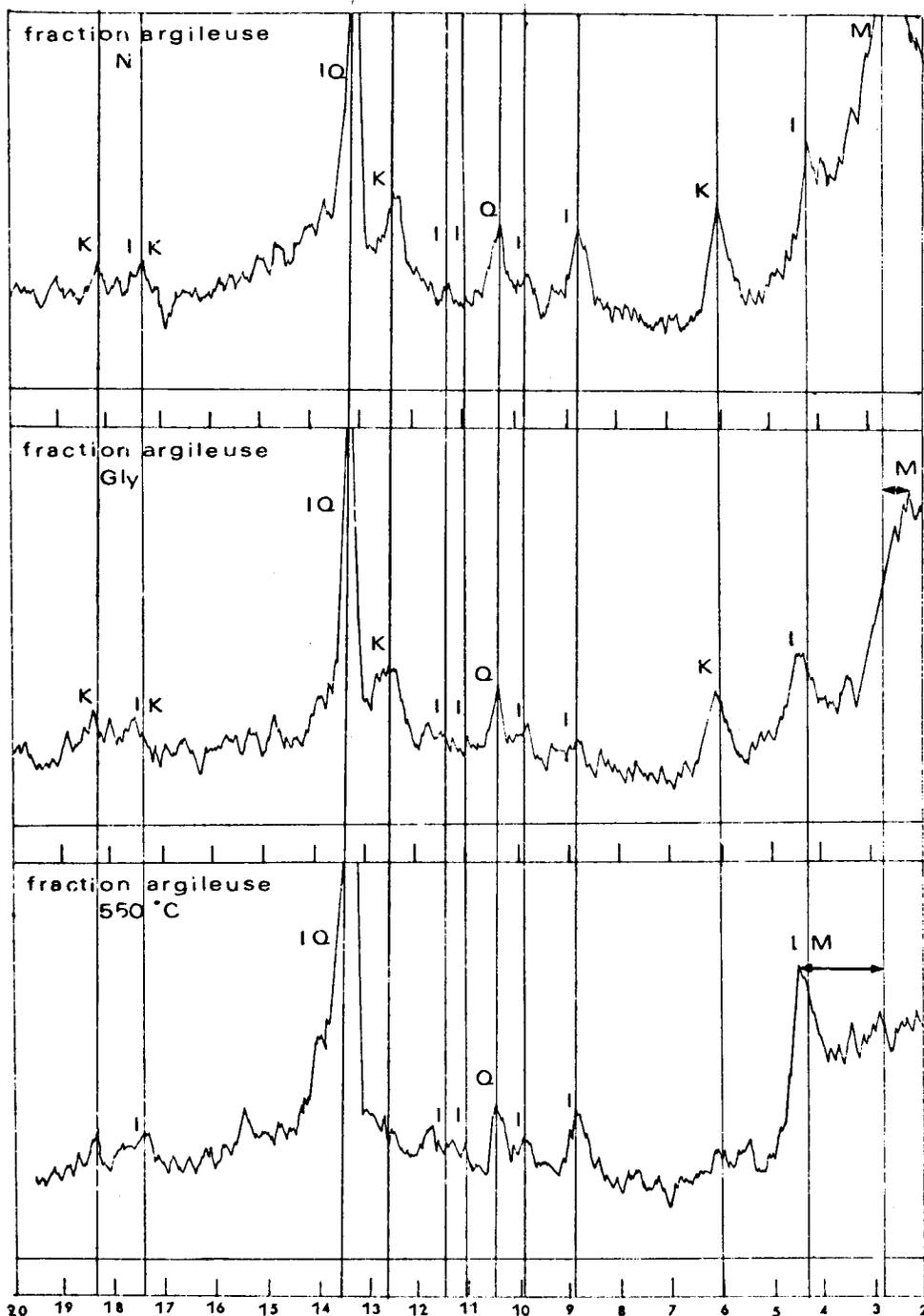
	Normal	Chauffée	Glycolée
Chlorite	14	14	14
Montmorillonite	14	10	17,7
Vermiculite	14	10	14
Argiles du loess	14	10,15	15,7

L'échantillon de la fraction inférieure à 2 microns du loess ne contient pas de chlorite car chauffé et glycolé, le pic à 14 Å disparaît.

Après absorption du glycol, l'équidistance caractéristique d (001) a augmenté, ce qui exclut les vermiculites.

Les variations constatées sont celles qui affectent les smectites soumises à de telles conditions.

Compte tenu de la première analyse (fig. 20), les minéraux contenus dans la fraction inférieure à deux microns sont : le quartz et trois argiles : illite, montmorillonite et kaolinite.



-fig -21 -

Nous avons dit précédemment que la réaction entre un liquide, sa vapeur et un solide était régie par la nature du solide et sa morphologie. La microscopie électronique permet d'associer directement l'image d'un minéral et son diffractogramme nécessaire à son identification.

γ) Etude morphologique des minéraux phylliteux par le MET

La méthode de préparation des échantillons pour l'étude au microscope électronique à transmission ne favorise guère l'identification des argiles.

Celles-ci sont en effet déposées sur la membrane porte-échantillon dans une suspension. En se déposant à l'intérieur d'une minuscule goutte d'eau, elles s'orientent parallèlement à leur aplatissement.

Le faisceau électronique n'étant pas rigoureusement perpendiculaire à la préparation (environ  $95^\circ$ ), théoriquement, le diagramme de diffraction devrait présenter des bâtonnets dont la longueur serait proportionnelle aux distances  $d(001)$  (Eberhart, 1976).

Mais l'effet de forme très marqué pour des lamelles aussi fines et le relâchement des conditions de diffraction sont tels qu'il y a interaction des domaines de diffraction pour ces plans ; les taches du diagramme ne sont pas représentatives des distances (001). Or, ce sont justement celles-ci qui caractérisent le mieux chaque type d'argile.

Les clichés ne comportent que des taches (hk0) et par suite de la symétrie pseudo-hexagonale des feuilletts (001), les diagrammes présentent eux-mêmes cette symétrie.

Les couples a et b que l'on peut mesurer sont pratiquement identiques pour toutes les argiles.

Cependant, l'étude préalable par la diffraction X a permis de restreindre le nombre des phyllites à trois espèces : la kaolinite, l'illite et la montmorillonite.

L'identification des phases sur les diagrammes de diffraction électronique associés aux clichés est de ce fait réduite à ces trois minéraux.

Les diagrammes montrent la même symétrie hexagonale, en se référant à un diagramme théorique, on peut indexer toutes les taches (Eberhart, 1976).

Ces phyllosilicates appartiennent tous au groupe de symétrie  $C 222_1$  ; les taches doivent être compatibles avec ce type de réseau, c'est-à-dire  $h + k = 2n$ .

Les particules argileuses du loess observées au microscope électronique par transmission sont rarement bien individualisées. Leurs surfaces ne sont pas régulières, elles sont recouvertes d'une mosaïque de microcristaux de taille variable.

Il peut s'agir de fragments des feuillets supérieurs décollés du cristal et ayant subi un léger décalage par rapport à l'orientation originelle. Il s'agit alors de la même espèce minérale.

Ils peuvent également être constitués de minéraux argileux de petite taille et de nature différente appliqués sur les surfaces du monocristal.

La grande majorité des plans (001) de ces phyllites sont parallèles à ceux du minéral qu'elles recouvrent, les plans (h00) et (0k0) n'ont pas d'orientations préférentielles.

Les noeuds du réseau cristallin satisfaisant à la relation :

$$h + k = 2n$$

et qui appartiennent à ces plans, se trouvent dans l'espace réciproque sur des cylindres emboîtés et ayant le même axe.

La sphère d'Ewald dont le rayon est très grand peut être assimilé à un plan perpendiculaire au faisceau d'électrons. Elle est matérialisée par le film photographique.

L'intersection des cylindres avec ce plan se traduit par la formation de cercles concentriques.

L'association d'un monocristal et d'une telle mosaïque se traduit, sur le cliché photographique, par la superposition de deux diagrammes de diffraction, l'un d'un monocristal caractérisé par une répartition géométrique de taches, l'autre d'une poudre dont le diagramme est du type "Debye et Scherrer".

Les positions respectives des taches par rapport aux cercles fins et continus facilitent l'identification de la particule sous jacente.

- Identification de l'illite

La particule très fine n'a pas de forme géométrique bien définie (photo 5). Les faces ne sont pas régulières et peuvent être courbes.

Ce feuillet peut être inscrit dans un triangle dont le plus petit côté mesure environ un micron et la hauteur deux microns.

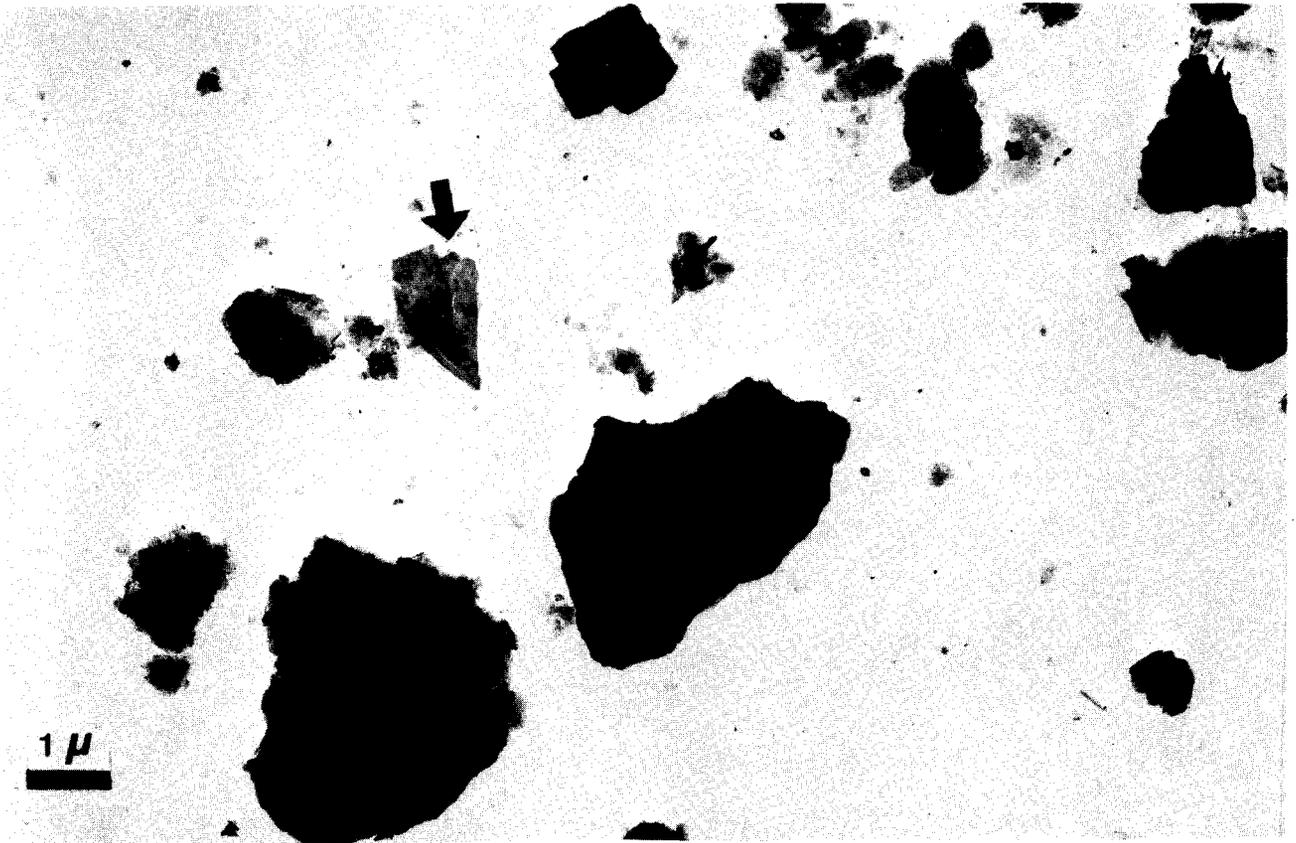
Si l'on prolonge les faces par des droites, celles-ci se coupent en formant des angles de 60 et 120°.

Les informations fournies par le diagramme correspondant sont plus précises (photo 6). Les taches (020) et 110) se trouvent exactement sur un cercle formé par la diffraction des microcristaux.

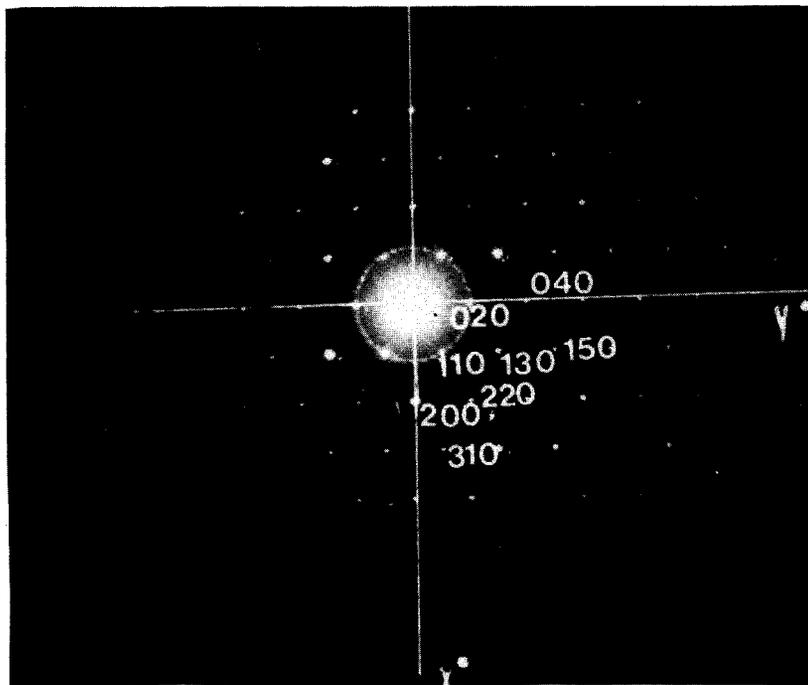
Les distances interréticulaires  $d$  (020) et  $d$  (110) sont donc rigoureusement identiques.

Les très nombreux travaux qui ont été réalisés par diffraction X sur des échantillons d'illite provenant de localités différentes ont montré que cette égalité était toujours vérifiée

$$\begin{aligned} d(110) = d(020) &= 4,45 \overset{\circ}{\text{A}} \text{ (illite de Ballater) Mackenzie 1949} \\ &= 4,50 \overset{\circ}{\text{A}} \text{ (St Austell) Levinson 1955} \\ &= 4,47 \overset{\circ}{\text{A}} \text{ (Carden Wood) Walker 1950} \end{aligned}$$



ph. 5



ph. 6



- Identification de la kaolinite

Les minéraux du type kaolinite se présentent parfois sous forme de plaquettes hexagonales bien développées. Ils peuvent subir des élongations et porter des traces d'altération se traduisant par une exfoliation des feuillets ou une corrosion des cristaux (Caillère, 1963).

Ceci semble être le cas des particules provenant du loess (photo 7). Elles présentent un contour hexagonal légèrement étiré. La plus grande hauteur mesure environ 2,5 microns, le petit axe environ 2 microns.

Les contours ne sont pas nets, plusieurs feuillets désolidarisés se recouvrent plus ou moins. Dans le quart Nord-Est, apparaît un moiré dû à la superposition de plaquettes d'épaisseurs différentes ou un décollement localisés de ceux-ci (franges de Newton).

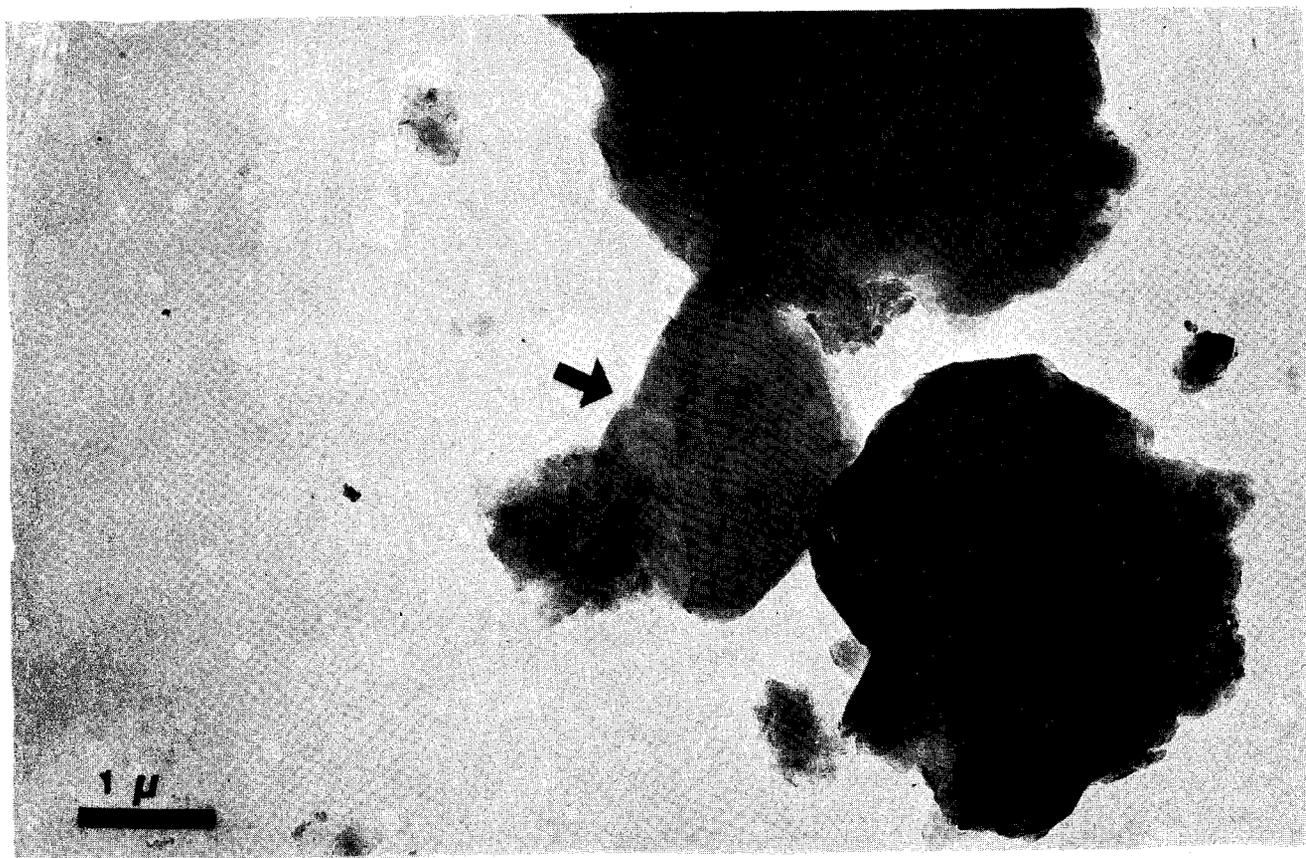
Les variations de teinte sur toute la surface de la particule peuvent être également attribuées à des variations d'épaisseur.

Les mesures faites par Brindley et Robinson (Brown, 1961) donnent les valeurs :

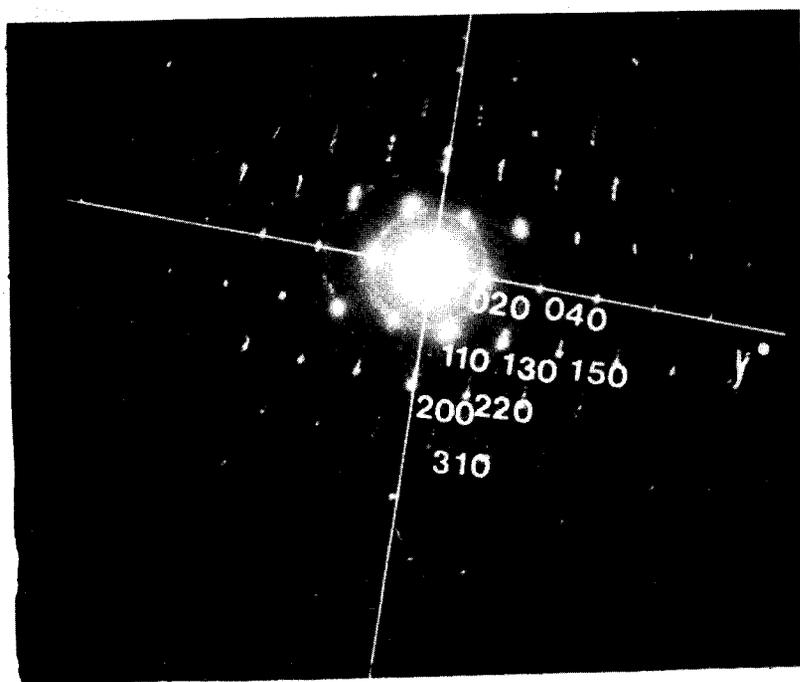
$$\begin{aligned}d(020) &= 4,469 \overset{\circ}{\text{Å}} \\d(110) &= 4,332 \overset{\circ}{\text{Å}}\end{aligned}$$

Ce qui se traduit dans le réseau réciproque matérialisé par le diagramme par une tache (110) légèrement plus éloignée du centre que la tache (020).

Sur le diagramme de notre particule (photo 8), les taches (020) se trouvent exactement sur un des cercles de diffraction des microcristaux, la tache (110) quant à elle est légèrement excentrée. Les distances interréticulaires sont donc différentes, ce qui est comparable aux calculs théoriques.



ph. 7



ph. 8



- Identification de la montmorillonite

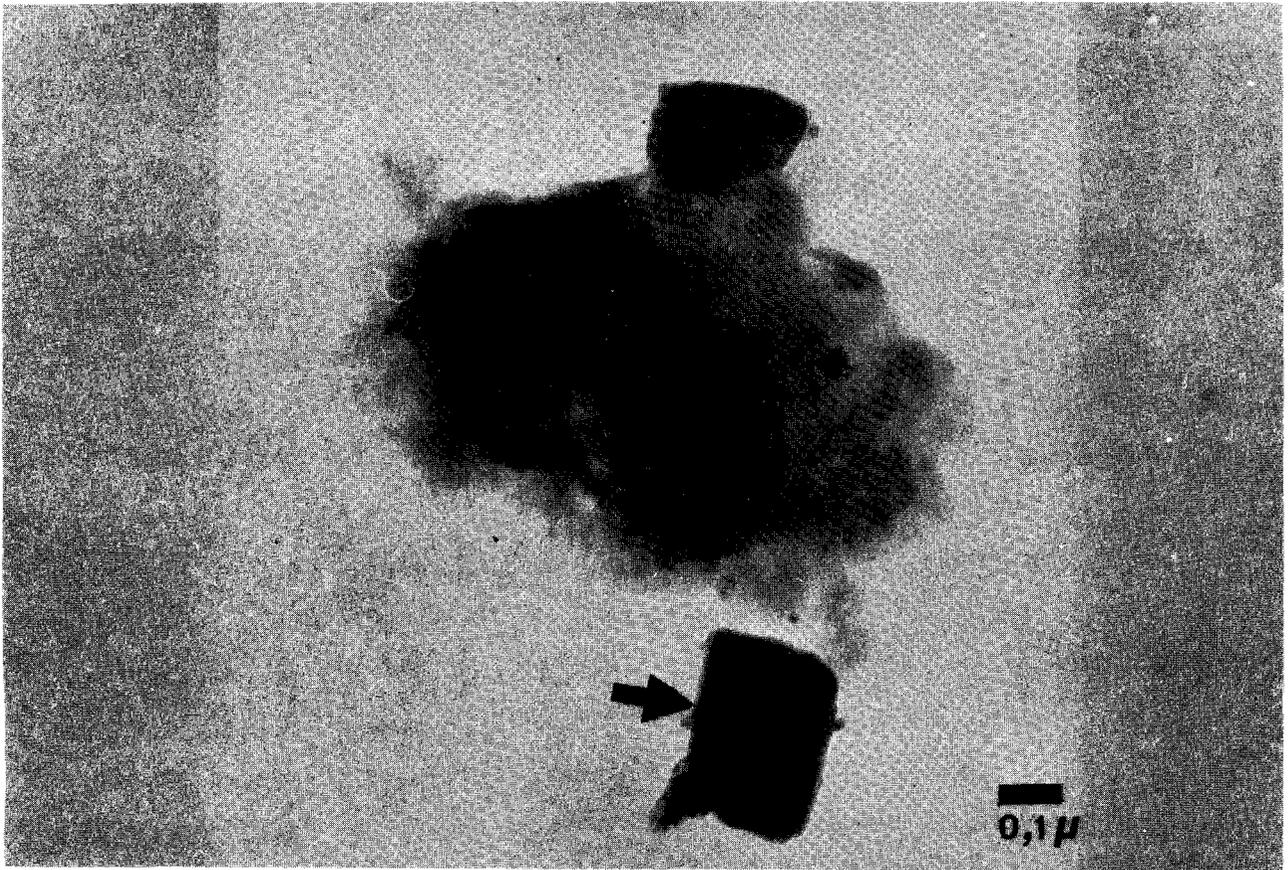
Le cristal est de très petite taille (environ 0,2 x 0,1 micron) (photo 9). Les contours sont relativement imprécis, on ne peut savoir s'il s'agit des franges de Fresnel ou de la superposition de feuillets légèrement décalés.

Seules les propriétés turbostatiques des smectites peuvent permettre de les identifier dans ce cas (photo 10).

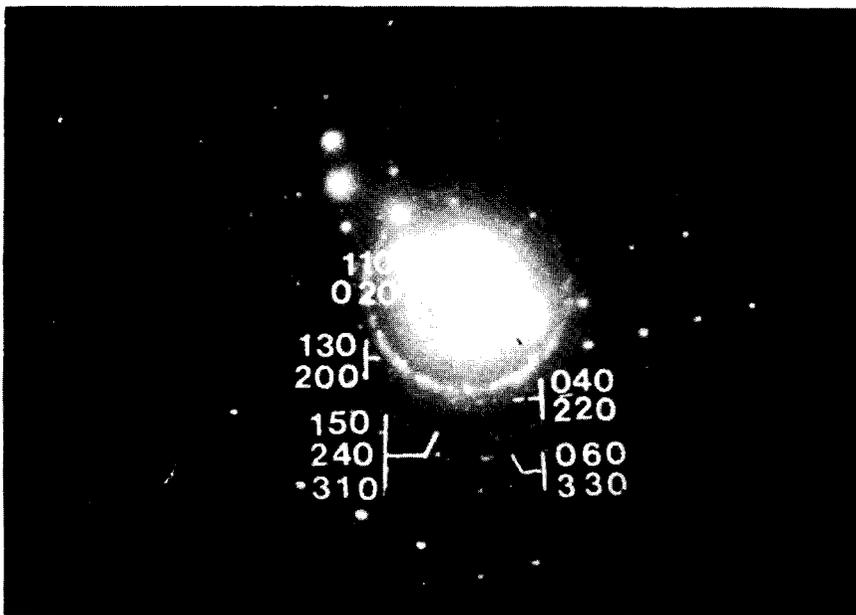
En effet, ces minéraux présentent des feuillets identiques équidistants mais statistiquement désorientés dans leur plan. Il en résulte une périodicité tridimensionnelle suivant la normale aux feuillets.

Pour un tel cristal, l'espace réciproque des bâtonnets est composé de cylindres coaxiaux ayant comme axe la normale aux feuillets, son intersection avec la sphère d'Ewald donne des anneaux concentriques plus ou moins continus et plus ou moins épais.





ph. 9



ph. 10



Les argilites contenues dans le loess sont différentes dans leur nature mais également dans leurs dimensions.

Les cristaux de kaolinite bien qu'étant les plus grands sont également les plus altérés.

L'illite de taille plus réduite ne présente pas de cristallisation bien déterminée, elle possède cependant les angles caractéristiques des argiles.

Ce sont les montmorillonites qui semblent de formation plus récente. Les particules aux formes imprécises qui les entourent pourraient être les colloïdes qui donneraient naissance à ces smectites par l'organisation d'un réseau cristallin.

Les phyllosilicates présentant un grand intérêt, leur comportement lors de l'autoclavage est déterminant. Le traitement hydrothermal modifiera plus ou moins ces argiles.

Elles ne représentent cependant que 11 % de la masse totale. La quantité restante est très importante et une grande partie des éléments du composé silico-calcaire en proviendra. La détermination de ces composants apparaît primordiale.

#### δ) Etude de la fraction limoneuse et sableuse

Pour isoler les limons des sables et des argiles, nous avons de nouveau eu recours à leur granulométrie différente.

Par sédimentation, la plus grande partie des particules inférieures à 2 microns a été éliminée.

Il ne subsiste au fond de l'éprouvette que les limons et les sables.

Certaines propriétés physiques telles leur densité ou leur morphologie permettent de séparer les constituants du loess.

Le cumulat est d'abord répandu sur une plaque de verre légèrement inclinée. De petits coups secs portés sur la plaque mettent en mouvement les particules globuleuses ou arrondies, elles roulent vers le bas. Les paillettes restent en place.

Les différences de densité entre les minéraux permettent d'opérer une nouvelle séparation des constituants ayant roulé au bas de la plaque.

L'on peut ainsi isoler des fractions dites lourde, moyenne et légère.

Pour cela, on verse le cumulat dans un entonnoir à décantation rempli d'une liqueur de densité 2,68<sup>(1)</sup>. Les minéraux légers surnagent, les particules de densité plus élevée sédimentent.

Les deux fractions sont récupérées et lavées dans du benzène pur.

Après dessiccation à l'étuve à 120°C, les deux parties sont pesées.

L'observation à la loupe binoculaire du reliquat resté accroché sur le plan incliné ne révèle pas la présence de micas, seules quelques fines particules de quartz et de feldspaths sont restées en place vraisemblablement fixées par des argiles résiduelles.

Les minéraux lourds et de densité moyenne obtenus par le deuxième procédé ne représentent que 2 à 5 % du poids total.

Leur examen à la loupe binoculaire montre qu'il s'agit essentiellement de limonite et de magnétite. La morphologie et la coloration de certains minéraux laissent supposer l'existence de feldspaths potassiques. Ils restent cependant peu nombreux, on peut supposer que s'ils existent, ils ne représentent qu'une fraction infime du loess. La variation de 2 à 5 % des éléments lourds suivant les échantillons provenant du même gisement est due à la teneur en glauconie, ce minéral se retrouvant indifféremment dans les fractions moyennes et légères.

Les particules flottant dans la solution de densité 2,68 représentent donc entre 95 et 98 % des minéraux de diamètre supérieur à 5 microns. Ils sont étudiés dans une solution de nitrobenzène (5,25 ml) et de chlorobenzène (2 ml) sous la loupe binoculaire.

Dans cette liqueur dont l'indice de réfraction est proche de celui du quartz, les particules de silice sont peu visibles. Cette propriété permet de reconnaître les feldspaths alcalins et d'en déterminer la proportion.

Ils contiennent, outre du quartz et des feldspaths alcalins, des globules de glauconie facilement identifiables par leur couleur verte. Les résultats sont consignés dans un tableau.

---

(1) C'est un mélange de bromoforme et de benzène.

Quartz	Glauconie	Feldspaths alcalins
20	4	1
17	1	3
21	2	3
10	1	1
9	1	0
8	1	1
8	1	1
6	1	1
8	1	1
12	0	0
7	2	1
11	1	2
23	2	2
21	2	3
10	3	1
8	2	1
<u>19</u>	<u>4</u>	<u>2</u>
218	30	24

Soit des pourcentages relatifs :

Quartz : 80,14 %  
 Feldspaths alcalins : 8,82 %  
 Glauconie : 11,02 %

Les pourcentages absolus des constituants limoneux et sableux sont :

	Micas	Limonite Magnétite	Glauconie	Feldspaths		Quartz
				Alcalin	potassique	
Nombre de particules	0 %	?	10,72 %	8,55 %	0 %	77,5 %
Poids	0	3 %	97 %			

Les comptages montrent que cette fraction est essentiellement constituée de quartz.

Les proportions relatives d'argiles et de particules grossières influent sur les qualités mécaniques. La nature des sols peut être déterminée indirectement en quantifiant ces propriétés et en les comparant à ces matériaux étalons.

f) Limites d'Atterberg

Chaque discipline définit le loess selon les critères qui lui sont

propres. Les travaux publics et le génie civil s'intéressent plus particulièrement aux propriétés mécaniques liées à la teneur en eau, ce matériau se présentant le plus souvent gorgé d'eau lors de son utilisation in situ.

Les travaux d'Atterberg (1911) ont montré que les sols pouvaient être groupés en catégories selon leur teneur en eau.

Il a défini la limite de plasticité  $W_p$  : elle correspond à la teneur en eau minimum qui marque la passage de la matière de l'état solide à l'état plastique et inversement. Elle n'est nullement artificielle, elle représente le moment où le film d'eau qui entoure les grains est entièrement absorbé du fait de sa finesse.

Cette limite de plasticité correspond à une "argile" qui ne se laisse rouler sans se briser en rouleaux de 3 mm d'épaisseur.

De même, il a déterminé une teneur en eau au-dessus de laquelle le sol ou les argiles essayées s'écoulent comme un liquide sous la seule influence de leur poids : c'est la limite de liquidité  $W_l$ . L'épaisseur du film d'eau autour des grains met suffisamment d'eau libre interstitielle pour supprimer les effets de l'attraction.

Il en a déduit l'indice de plasticité  $I_p$  caractéristique d'un matériau. Il s'agit de la différence entre les valeurs trouvées pour la limite de liquidité  $W_l$  et la limite de plasticité  $W_p$  :

$$I_p = W_l - W_p$$

Une étude des formations loessiques de la carrière de Noyelles-Godault a donné les valeurs :

$$W_p = 17,70 \pm 0,33 \%$$

$$W_l = 24,52 \pm 0,58 \%$$

$$I_p : 6,82 \pm 0,25 \%$$

La nature d'un sol du point de vue propriétés mécaniques est caractérisée par ces paramètres.

Ces valeurs sont reportées sur un graphique<sup>(1)</sup> (fig. 22).

---

(1) Ce graphique a été établi par les services des ponts et chaussées.

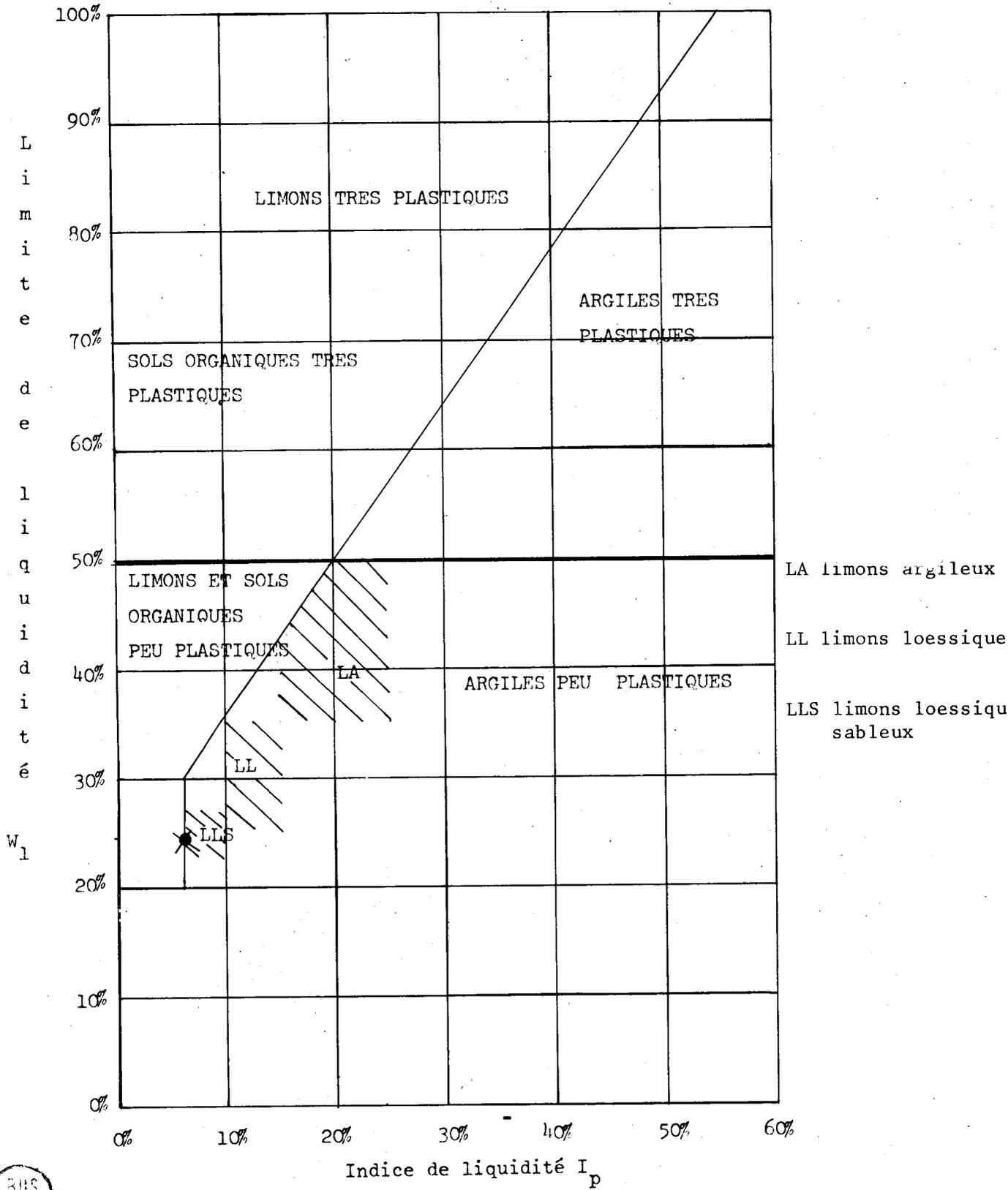


fig- 22 -



Les coordonnées déterminées par la limite de liquidité et l'indice de plasticité classent ce sol dans les limons loessiques sableux.

Dans les méthodes précédentes, les limons étaient considérés comme une formation géologique du Quaternaire. Cependant, cette terminologie s'applique également à une classe granulométrique.

"L'association internationale de la science du sol" a classé les terres fines selon le diamètre des particules. Cette nomenclature distingue :

- sables grossiers : de 2 mm à 0,2 mm
- sables fins : de 0,2 mm à 0,02 mm (20 microns)
- limons ou silt : de 0,02 mm à 0,002 mm (2 microns)
- argiles : moins de 0,002 mm.

Afin de tenir compte de changements de propriétés des particules dues à leur nature différente, l'on rajoute des divisions supplémentaires :

- sables grossiers : de 2 mm à 0,2 mm
- sables fins : de 0,2 mm à 50 microns
- limons grossiers : de 50 à 20 microns
- limons fins : de 20 à 2 microns
- argiles : moins de 2 microns



Cette subdivision s'avère particulièrement importante dans l'industrie des ciments. En effet, la nature minéralogique et la granulométrie des composants sont intimement liées.

Si les éléments chimiques déterminent la formation de silicates de chaux, c'est leur finesse qui leur confère les propriétés de réactivité. Par exemple, les différences de vitesse de prise constatées pour de nombreux liants hydrauliques sont uniquement dues non pas à une composition chimique différente mais à une mouture plus ou moins longue du klinker.

#### g) Analyse chimique

L'étude granulométrique montre que le loess de la couverture sédimentaire du Nord de la France est composée d'une fraction argileuse représentant 11,8 % et d'une partie sablo-limoneuse dont le pourcentage pondéral est de 88,2 %.

L'analyse minéralogique a montré que le quartz représentait 77,5 % du nombre de particules de cette fraction, la glauconie 10,72 % et les feldspaths 8,55 %.

La proportion relative de ces minéraux dans le loess serait en poids :

Quartz	}	: 73,75 %
Glauconie		
Feldspath		
Argiles		: 11,8 %
Oxydes de fer		: 2,65 %

Ces valeurs peuvent être comparées aux résultats de l'analyse chimique après destruction des carbonates par l'acide chlorhydrique diluée en poids d'oxyde. Elles ont été déterminées dans le laboratoire de géochimie de Lille I.

SiO <sub>2</sub>	: 73,10 %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	: 10,63 %
CaO	: 4,72 %
MgO	: 0,82 %
Na <sub>2</sub> O	: 1,04 %
K <sub>2</sub> O	: 2,08 %
TiO <sub>2</sub>	: 0,52 %
Fe	: <u>2,93</u> %
Total	: 95,84 %

Ces deux séries de résultats sont relativement proches si l'on considère que l'oxyde d'aluminium provient entièrement des argiles et que le quartz représente la grande majorité des constituants de la fraction légère et moyenne. On constate que la majorité de la silice se trouve sous forme de quartz ou combinée à l'argile. Une très faible proportion est contenue dans les feldspaths.

#### h) Conclusion à l'étude du loess

La couverture limoneuse du Nord de la France présente un faciès de loess typique (J. Sommé, 1975). Les courbes granulométriques diffèrent peu entre elles, la prédominance de la fraction limoneuse grossière leur confère une allure très redressée caractéristique d'une forte proportion d'éléments dont la taille varie entre 20 et 50 microns.

Cette couverture éolienne reste identique quelle que soit la nature des formations sous-jacentes. Seuls les sédiments du Weichsélien qui peuvent se trouver au-dessous sont parfois affectés par la présence des argiles et sables éocènes. J. Sommé (1975) a donné pour preuve de cette homogénéité des loess les coupes de la briqueterie d'Hallennes les Haubourdin

et d'Aubers.

Dans ces exploitations, on peut voir la couverture de loess typique reposer directement, d'une part sur les sables landéniens et d'autre part, sur les argiles yprésiennes.

Cette indépendance vis à vis du substratum est logique si l'on accorde comme la majorité des auteurs une origine éolienne à cette formation. Les différents constituants provenant d'une vaste zone d'alimentation, les variations de faciès de ces régions dénudées se trouvent anihilées par l'homogénéisation due au mode de transport par le vent sur de grandes distances.

Les variations de notation sur les cartes géologiques sont tout à fait injustifiées pour le loess de couverture de nos régions. Ces figures laissent par trop supposer l'interaction avec les formations antérieures.

Le laboratoire des ponts et chaussées et Sommé (1975) ont respectivement établi des fuseaux granulométriques pour les loess du Nord de la France (fig. 23). Ils sont relativement étroits et présentent une allure caractéristique.

Le report des valeurs des échantillons de la carrière de Noyelle Godault sur ces graphiques montre qu'elles sont incluses dans le domaine défini par J. Sommé (1975). La teneur en argiles est cependant l'une des plus faibles.

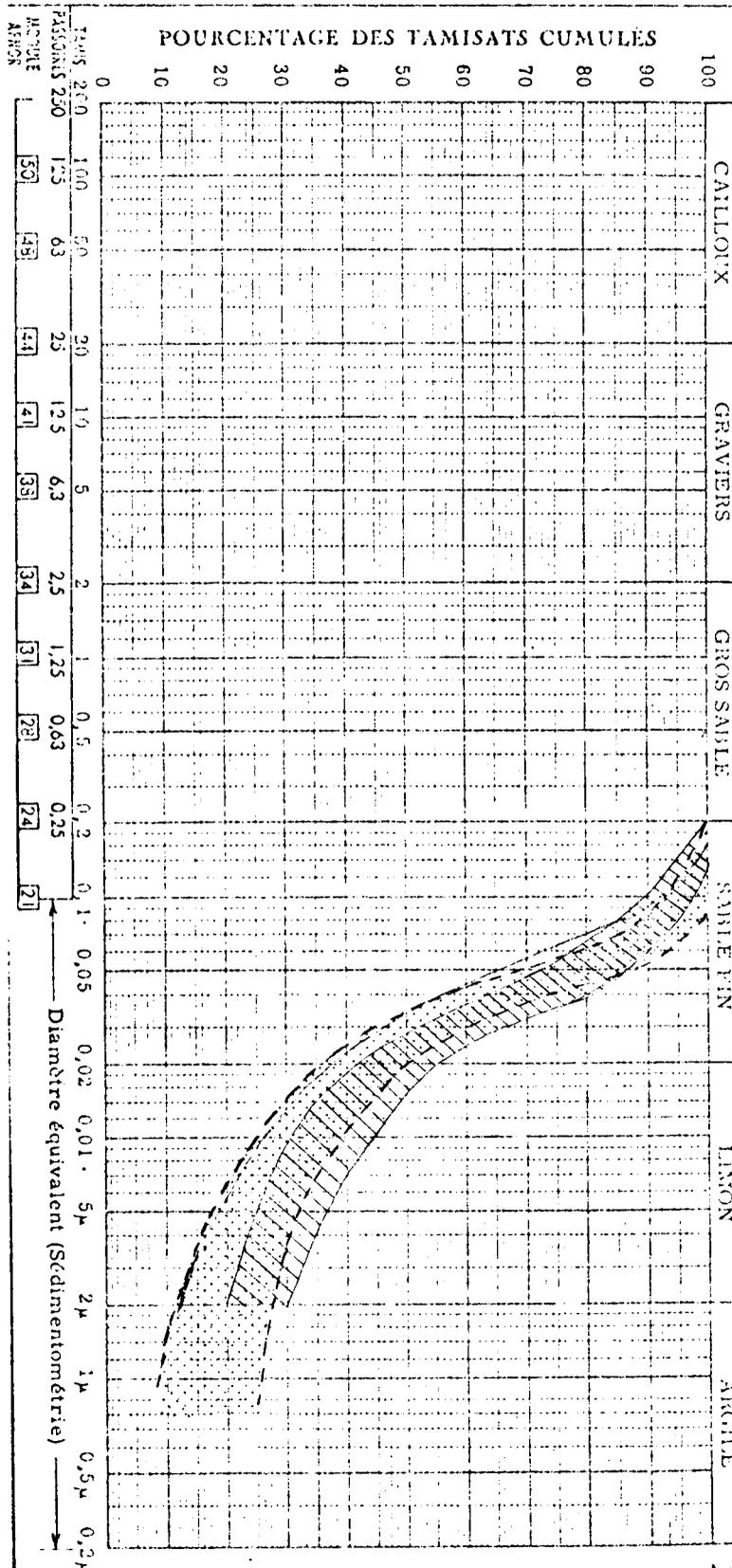
Les phyllosilicates à savoir l'illite, la kaolinite et la montmorillonite ont été reconnues par Caillère et Malycheff (1957) dans les loess du bassin de Paris ; seules les deux premières ont été observées dans les limons de Bretagne par Perret (1977).

L'étude par la microscopie électronique par transmission des minéraux phylliteux de nos loess montre que la kaolinite est bien cristallisée mais qu'elle présente de nombreuses traces d'altération, cela traduit un stade d'évolution déjà avancé.

De tels phénomènes de corrosion ne sont pas visibles sur les plaquettes d'illite, elles sont cependant bien exprimées.

La montmorillonite se présente en cristaux de taille beaucoup plus réduite. Les amas de gel ont des dimensions comparables, leur arrangement tend à former des plaquettes semblables à la morphologie des montmorillonites, celles-ci semblent être le terme ultime de cette organisation. On doit alors la considérer comme un minéral de formation très récente, résultant de la précipitation de solutions colloïdales percolant au travers de ces loess.

Les formations loessiques étudiées par Perret, mieux protégées ou plus récentes, ne semblent pas avoir atteint ce stade d'évolution, ce qui explique l'absence de smectites.



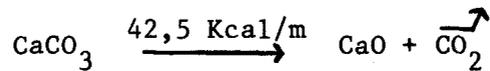
-fig- 23 -

2) Etude de la chauxa) Extinction

La réaction silico-calcaire a lieu sous l'action de la vapeur d'eau sur un mélange de silice et de chaux.

Celle-ci est obtenue par la cuisson de calcaires en présence de combustibles liquides ou solides.

La dissociation du carbonate de calcium s'effectue :



La chaux vive ainsi obtenue est une base très énergique, donc très dangereuse. D'autre part, son hydratation s'effectue avec une forte augmentation de volume et un important dégagement de chaleur.

La vitesse d'hydratation est variable selon les qualités de chaux industrielles, le dégagement de chaleur est plus ou moins rapide selon la réactivité des chaux<sup>(1)</sup>.

Afin d'accélérer la prise du ciment Portland ajouté au mortier pour fixer la structure cellulaire avant l'autoclavage, certaines techniques préconisent le gâchage à l'eau chaude. Le chauffage du mortier peut être obtenu en employant la chaux vive dans le mélange. C'est l'extinction de cette dernière lors du gâchage qui assure l'apport des calories nécessaires au chauffage. Cette extinction doit cependant être progressive, de manière à obtenir une température de l'ordre de 40 à 60°C pendant la durée de confection et de coulée du mortier.

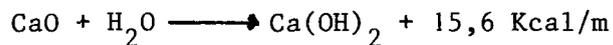
L'oxyde de calcium utilisé dans nos travaux présente une extinction rapide, d'où un fort dégagement de chaleur pendant une durée relativement brève, et ne permet pas cette méthode de fabrication.

L'extinction de la "chaux technique en poudre" est trop brutale. L'élévation de température est très importante et ne peut être maintenue pendant le temps de réalisation du mortier. Nous n'avons pu l'employer que sous sa forme hydratée, l'eau étant chauffée séparément.

---

(1) Réactivité : s'estime en mesurant la température atteinte par un volume d'eau connu sur une quantité déterminée de chaux vive au bout d'un temps t ; elle détermine la vitesse d'extinction de la chaux.

Son extinction se fait par aspersion d'eau, la réaction est :



Pour éviter les phénomènes de colmatation, la quantité d'eau utilisée doit être dosée avec précaution.

En effet, si la proportion d'eau est trop importante, une partie de l'hydroxyde de calcium passe en solution (la solubilité augmente considérablement dans l'eau chaude, or, lors de l'extinction, la température augmente considérablement puis diminue ; il y a donc une précipitation sous forme de très petits cristaux de chaux qui agglomèrent les particules plus grosses.

De plus, lors de la confection des mortiers, nous avons utilisé des proportions de chaux variables. Pour connaître avec précision les fractions pondérales, nous avons utilisé de la chaux parfaitement sèche.

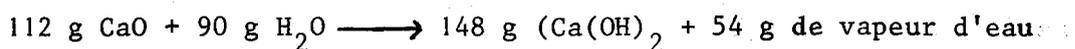
La dessiccation d'une chaux dont une partie est en solution ne fait qu'accentuer cette colmatation.

Les granules qui en résultent se divisent très mal. Lors de la coulée, ils ne se dissocient pas et créent dans le mortier des globules qui peuvent avoir des tailles supérieures à 5 mm.

Lors de l'autoclavage, cette chaux reste prisonnière dans le coeur des granules. En ne participant pas ou très mal à la réaction silico-calcaire, elles font défaut et une partie du composé n'est pas synthétisé, d'où une résistance à l'écrasement amoindrie.

La chaux éteinte doit donc se présenter sous une forme pulvérulente. Ce résultat est obtenu en utilisant une quantité d'eau soigneusement déterminée.

L'application du calcul thermodynamique en utilisant les valeurs de variation d'enthalpies à l'état standard et des chaleurs de vaporisation (Pigache, 1976) nous a permis d'établir la relation :

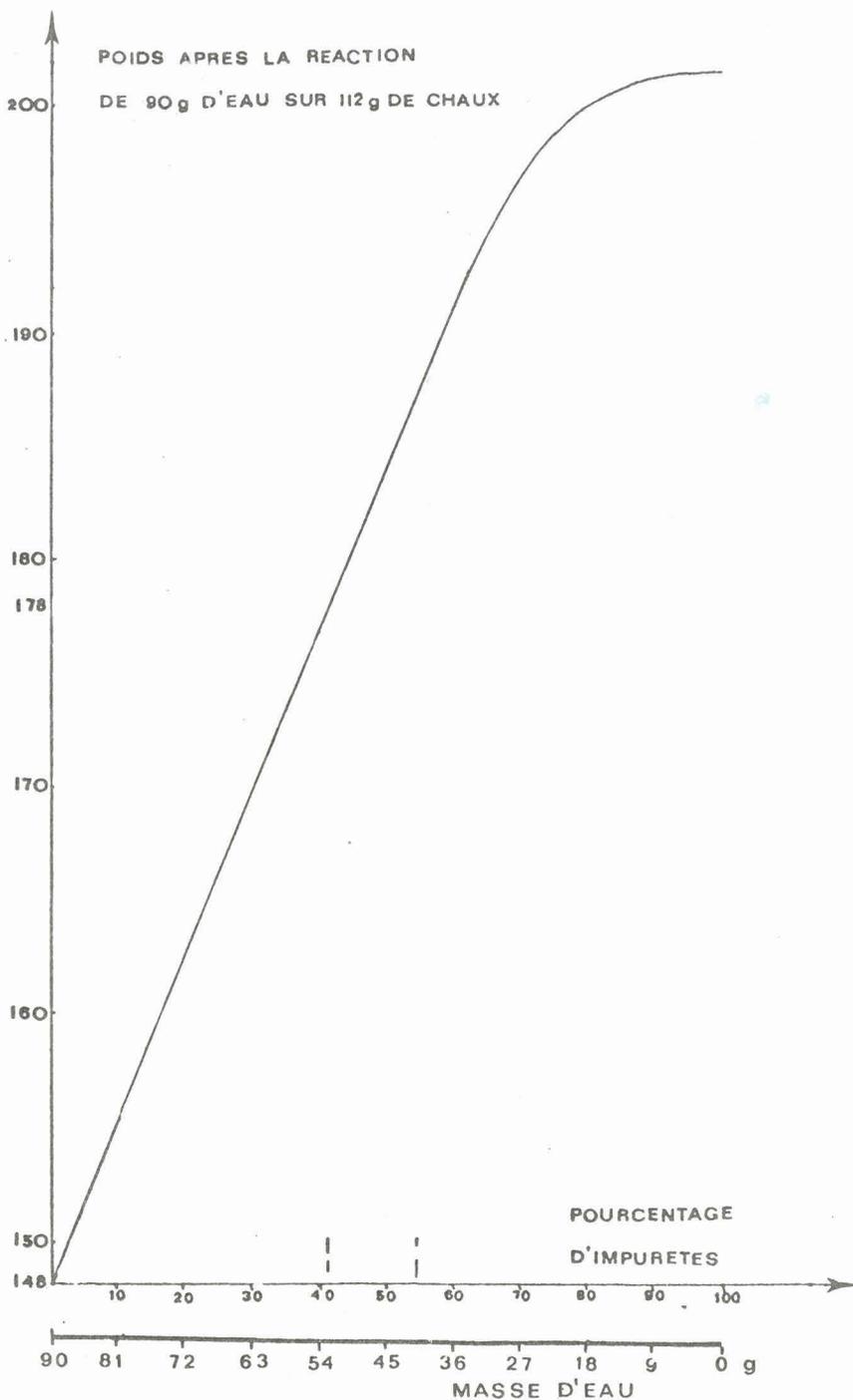


#### b) Etude pratique

Cette équation n'est vérifiée que dans le cas où l'on utilise un matériau particulièrement pur, uniquement constitué de CaO.

En fait, la chaux tech. que nous avons employée contient une certaine quantité d'autres corps. Il peut s'agir de chaux déjà éteinte, de calcaire incuit ou à l'inverse, de grappiers. La chaux peut également contenir des silicatés : du quartz ou des argiles.

Si ces impuretés représentent une fraction  $1/x$  de la masse de chaux tech. c'est-à-dire un poids  $148/x$ , il y aura  $90/x$  g d'eau qui ne participeront pas à l'extinction. Cette eau ne sera ni combinée ni évaporée lors de la formation de  $\text{Ca(OH)}_2$ . Cet excès agglomèrera une partie de la chaux éteinte. Pour connaître la quantité d'eau qui permettra l'extinction de la chaux vive, une courbe (fig. 24) a été établie (Pigache, 1976).



En pesant la masse résultant de l'action de 90 g d'eau sur 112 g de chaux tech. et en la comparant à cet abaque, on détermine le pourcentage d'impuretés et la quantité d'eau à ajouter pour obtenir une poudre sèche sans granules.

Si après avoir effectué cet essai préalable, on trouve un pourcentage d'impuretés  $x$ , pour éteindre une masse  $M$  de cette chaux tech., il faudra utiliser un volume d'eau de :

$$E_{\text{cm}^3} = \frac{90 M \cdot x}{112}$$

Le tracé de cette courbe a été réalisé grâce aux calculs thermodynamiques ; il est intéressant de connaître la réalité physique de ce phénomène.

Cet aspect nous est montré par la comparaison des aires spécifiques.

#### c) Variation de l'aire spécifique de la chaux éteinte

L'aire spécifique, mesurée par la méthode BET, de la chaux éteinte avec un minimum d'eau est de  $5 \text{ m}^2/\text{g}$ .

Pour l'oxyde de calcium provenant du même échantillon mais hydraté dans une grande quantité d'eau, l'interprétation de la droite isotherme d'adsorption donne une valeur de  $19 \text{ m}^2/\text{g}$ .

Le mode d'extinction a donc une importance primordiale ; il détermine les variations de l'aire spécifique de la chaux éteinte.

L'augmentation de celle-ci peut être attribuée à la solubilisation d'une partie des grains.

Il peut s'agir soit d'une solubilité partielle de la surface des particules, dans ce cas l'allure générale des granules serait respectée, mais l'état de surface serait profondément modifié, il y aurait formation de rides et de crevasses ce qui augmenterait considérablement la surface de chaque grain pour un volume sensiblement identique ; soit d'une solubilité préférentielle des particules en fonction de leur taille.

Ce phénomène a été montré pour le quartz. La vitesse de dissolution est inversement proportionnelle au diamètre.

L'augmentation de l'aire spécifique doit en principe faciliter les réactions silico-calcaires. Cependant, parallèlement à cette augmentation, se développe le phénomène de colmatation décrit précédemment. La ségragation de granules importants et difficilement solubles rend le mélange avec l'agrégat délicat et aléatoire.

C'est ce qu'ont remarqué les maçons qui considèrent que le meilleur rendement est obtenu en utilisant une chaux éteinte avec un minimum d'eau.

Le loess a été défini tant pour ses propriétés que par la nature et la morphologie de ses constituants. De même, la détermination de la qualité de la chaux a été étudiée, la connaissance des propriétés du dernier composant du mortier sec achève cette étude.

### 3) Nature du liant

Le mortier à base de chaux et de loess subit une augmentation de volume due au dégagement d'hydrogène lors de la mise en présence d'aluminium métallique et d'un milieu basique.

La structure cellulaire qui en résulte doit être suffisamment résistante pour être découpée et manipulée avant l'autoclavage.

La prise d'une certaine quantité de ciment ajoutée au mélange assure cette première induration.

La nature de ce liant est primordiale. Le dégagement de chaleur que produirait la prise d'un ciment prompt riche en aluminat calcique conjugué au dégagement d'hydrogène entraînerait une dilatation de ces cellules. Elles seraient alors susceptibles de s'échapper de la pâte laissant des fissures dans le béton, ce qui serait préjudiciable à la qualité de ce dernier.

Ce sont des critères économiques et expérimentaux qui ont guidé notre choix.

Nous avons employé le ciment défini par la norme CPAC 325<sup>(1)</sup>.

Les avantages sont :

- Une réduction du prix de revient du liant due à la teneur en cendres volantes qui peut atteindre jusqu'à 30 % du poids total. Or, ces cendres sont des déchets industriels encombrants, d'une valeur économique moindre.

- D'autre part, cette étude porte sur des matériaux très abondants dans le Nord de la France. Cette région produit environ 45 % des

---

(1) "Il résulte de la mouture d'un mélange convenablement homogénéisé de (100 - N) parties de klinker et de N parties de cendres volantes, avec  $N < 25 \pm 5$  % pour les ciments dérogeant à la norme" (M. Adam, 1976).

cendres issues des centrales thermiques et employées dans l'industrie du ciment.

Les avantages sont également d'ordre expérimental :

Cet adjuvant confère également des propriétés de mise en oeuvre non négligeables. Un tel apport permet d'obtenir une pâte plus onctueuse dont la plasticité favorise la bonne répartition des bulles dans le mortier.

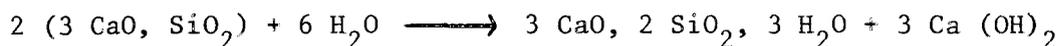
Le retrait et la chaleur initiale sont fortement diminués, le contrôle de l'étuvage du matériau est facilité.

Le CPAC nécessite une grande quantité d'eau pour son gâchage, ce qui est compatible avec la confection des bétons alvéolaires autoclavés.

Il faut cependant déplorer la faible résistance initiale de ce ciment, inférieure à celle conférée par un ciment Portland ordinaire.

La prise d'un ciment se fait en libérant une certaine quantité de chaux.

Le silicate tricalcique ou alite qui est l'un des constituants principaux s'hydrate en donnant :



De même, le silicate bicalcique ou bélite :



Les cendres volantes ont un effet pouzzolanique : ces matériaux contiennent des éléments (silicate, aluminate) susceptibles de se combiner avec l'hydroxide de calcium libéré lors de la prise des silicates.

En admettant que les dosages lors de la fabrication du CPAC aient été calculés de manière à ce que les cendres fixent exactement la quantité de chaux provenant de la prise, on peut ne pas tenir compte de cet apport difficilement quantifiable lors du dosage de la chaux et du loess.

Cependant, si les proportions de cendres et de klinker ne respectent pas exactement cette hypothèse, les cendres jouent quand même le rôle de tampon. Si la chaux que l'on peut appeler secondaire (elle n'apparaît qu'après l'hydratation des silicates anhydres) est en excès, la fraction qui ne sera pas consommée par effet pouzzolanique n'influera que modérément sur la réaction de la chaux primaire (introduite sous cette forme dans le mélange) et du loess. Inversement, si la chaux secondaire est déficitaire, les cendres se combineront à la chaux primaire (elles sont capables de former un composé silico-calcaire stable en présence d'hydroxyde de calcium lors de l'autoclavage : Sauman Z., 1975).

Dans tous les cas, les modifications que l'utilisation d'un liant pourrait apporter au rapport C/S calculé pour le loess sont fortement atténuées.

La libération de chaux secondaire peut être utilisée pour remplacer tout ou partie de la chaux primaire. Il suffit d'utiliser non plus du CPAC, limitant cette mise en liberté, mais au contraire un liant très riche en alite et en bélite.

De la même manière, on déterminerait les proportions relatives de loess et de CPA. Le CPA 400 vérifie ces conditions.

Cette méthode présente un avantage économique. En effet, dans l'état actuel, le prix de revient des ciments est inférieur à celui de la chaux (ceci est lié aux capacités de production disproportionnées de ces deux industries).

Chacun des composants du mortier en ayant été étudié, nous pouvons envisager leurs proportions respectives.

## II. ETUDE EXPERIMENTALE DE LA COMPOSITION DU MELANGE

Les soins apportés à la confection du mortier et à sa mise en oeuvre déterminent une part des qualités que l'on s'accorde généralement à reconnaître à ce type de matériaux de construction.

Trois paramètres sont retenus comme les plus avantageux du point de vue économique et pratique. Ce sont :

- La densité. Les variations de densité des bétons cellulaires reposent sur le nombre ou la taille des bulles créées dans la pâte. Les discontinuités qui en résultent fractionnent les ponts thermiques à l'infini et jouent le rôle d'un isolant efficace. La conductivité thermique des gaz immobiles étant des plus faibles, la création d'une myriade de cellules pratiquement fermées ne peut que limiter les échanges au sein d'un tel matériau.

- La porosité doit être faible et ne permettre qu'une diffusion lente des gaz d'un pore à l'autre. Une porosité fermée empêcherait la "respiration" des murs (Schultz B., 1969).

- Enfin, la résistance à l'écrasement doit être suffisante pour assurer une manutention et une mise en oeuvre aisée. Ces matériaux doivent également supporter des charges linéaires importantes lors de leur emploi comme mur porteur.

Seule une étude systématique des différents paramètres permet de déterminer les conditions favorables à chacune de ces propriétés. L'une ou l'autre de ces variables peut être favorisée selon l'utilisation ultérieure envisagée. Pour un mur porteur, on s'attachera à l'augmentation de la densité qui doit renforcer la résistance à la compression au détriment de l'isolation.

Inversement, l'emploi des agglomérés ou des dalles en murs de séparation ou en contre cloison ne nécessite pas des résistances aussi importantes. La densité peut alors être considérablement diminuée, ce qui augmente le pouvoir isolant.

Dans cette étude, en fixant successivement chacun des paramètres et en faisant varier les conditions de fabrication, on a réalisé une gamme étendue de produits compatibles avec les propriétés requises pour les bétons cellulaires autoclavés.

#### 1) Détermination du dosage en ciment Portland artificiel aux cendres

Nous venons de montrer que l'on peut admettre que le liant du type "ciment Portland aux cendres" ne sert qu'à fixer la structure cellulaire avant l'autoclavage. Ses constituants n'interviennent pas dans le processus de recombinaison de la silice et de la chaux, il n'a alors qu'un rôle secondaire, purement mécanique.

Dans ces conditions, sa teneur est pour une grande part tributaire des moyens mis en oeuvre pour réaliser les échantillons.

En effet, la résistance à la compression que requiert le béton avant l'autoclavage dépend de la charge qu'il devra supporter dans les moules, c'est-à-dire de la hauteur de la colonne de mortier.

Le mélange coulé dans des récipients de faible hauteur ne nécessite pas un dosage en ciment aussi important que pour une coulée dans des bacs élevés.

La résistance doit cependant être suffisante pour éviter les épaufrures lors du sciage ou de la manutention (lors de cette étude expérimentale, les échantillons étaient démoulés et empilés sur plusieurs étages dans l'appareil avant l'autoclavage).

Il est intéressant de noter que lors du sciage avant l'autoclavage, la remontée du treillis métallique provoque un léger tassement à proximité du fil. Cette modification de structure et la fermeture des pores entraînent

une augmentation locale de la densité et une diminution de la porosité des surfaces des blocs. Ce phénomène ne peut être obtenu si le découpage a lieu après l'autoclavage.

Ces modifications superficielles sont visibles sur les bétons cellulaires actuellement commercialisés.

Dans l'étude qui a été menée, le CPAC étant supposé n'avoir qu'un rôle mécanique dans la phase de coulée et ne participant pas à la réaction silico-calcaire, sa teneur a été uniquement liée à des facteurs de manutention. Elle a toujours été identique lors de la confection de mortiers cellulaires, et ce, quelles qu'en soient les proportions relatives de loess et de chaux.

## 2) Détermination des teneurs relatives en chaux et en loess

Assarson (1958) a montré que l'autoclavage d'un mélange de chaux et de silice amorphe conduit à la formation de différents silicates de calcium. La nature et la composition de ces produits sont régies par la combinaison de trois paramètres : la température et la durée de l'autoclavage et les proportions relatives d'hydroxyde de calcium et de silice.

En fixant successivement deux de ces facteurs et en faisant varier le troisième, il a décrit toute une gamme de composés silico-calcaires.

Cependant, un composé reste stable dans un large domaine de variation des trois paramètres ; il l'a nommé phase B, il est synthétisé pour des températures variant de 100 à 200°C alors que le rapport C/S est compris entre 0,6 et 1.

Les qualités du béton cellulaire autoclavé ont été améliorées industriellement. En augmentant la durée et la température de l'autoclavage, les résistances mécaniques obtenus sont supérieures.

Ces procédés ont été répertoriés par Cormon (1973). Les températures varient de 180 à 220°C, la durée de l'autoclavage couramment utilisée varie de 16 à 20 heures.

Ces traitements, s'ils permettent une nette améliorations des qualités, augmentent considérablement le prix de revient. Si les températures augmentent peu par rapport au procédé d'Assarson, les temps de traitement peuvent être doublés.

Pour l'étude de notre béton, nous nous sommes placés dans les conditions définies par Assarson, c'est-à-dire une température de 180°C pendant 10 heures.

Par rapport aux procédés industriels, nous sommes dans les conditions les plus économiques, mais loin de celles assurant le meilleur rendement. Les résultats que nous obtenons constituent un seuil, les qualités qu'ils représentent peuvent être améliorées en se plaçant dans les conditions de traitements des éléments commercialisés.

Pour déterminer les proportions relatives de chaux et de loess assurant les meilleures qualités de notre béton dans ces conditions expérimentales, nous avons analysé les échantillons avant et après l'autoclavage.

Dans chaque série d'éprouvettes, seules les teneurs en chaux et en loess ont varié.

L'hypothèse selon laquelle le liant n'a aucune incidence sur la réaction silico-calcaire nous a permis de ne pas en employer lors de la confection du mortier.

De même, puisque nous cherchons à déterminer un pourcentage de combinaison, l'obtention d'une structure cellulaire très développée n'est pas utile : l'emploi de la poudre d'aluminium n'est donc pas indispensable.

La proportion d'eau de gâchage a été calculée de manière à ce que le mélange soit coulé sous forme de "soupe" très liquide.

Etant donnée la grande différence des propriétés de mouillabilité des deux composants, on ne peut fixer un rapport eau/loess + chaux constant pour chaque type de mélange. (Un poids en eau X ajouté à un poids composé de 10 g de chaux et 90 g de loess donnera une pâte très liquide. Si pour un même poids d'eau, le mélange est composé de 90 g de chaux et 10 g de loess, le mortier sera friable, impossible à couler).

Pour obtenir des mortiers de viscosité apparemment semblable, les limites de liquidité de chaque mélange sont déterminées. En ajoutant une même masse d'eau à chacune des valeurs trouvées, la viscosité peut être considérée comme égale dans toutes les coulées.

Afin d'éviter des variations dans les réactions, le gâchage, l'étuvage et l'autoclavage des échantillons ont été réalisés de concert.

Pour éviter des erreurs dues à l'appareillage, l'on a recours à des méthodes d'analyse très différentes dans leur conception. Les unes apportent des renseignements sur les transformations qu'ont subies les composants initiaux du mortier : elles sont qualifiées de méthodes quantitatives. Les autres fourniront des informations indirectes, elles sont basées sur les propriétés du matériau fini : nous les appellerons méthodes qualitatives.

a) Méthodes quantitatives

Une série d'éprouvettes est confectionnée. Chacune d'elles est caractérisée par un rapport chaux/Loess différent.

Un échantillon est prélevé dans le mortier de chaque éprouvette ; il est ensuite divisé en deux, une fraction est soumise à l'analyse thermique différentielle, l'autre est fixée sur une lame de verre pour être étudiée par la diffraction X.

On procède de la même manière avec les éprouvettes autoclavées.

α) Analyse thermique différentielle

Les enregistrements des échantillons de mortier présentent des tracés semblables.

Le profil général jusqu'à 700°C est caractéristique d'un dégagement de chaleur avec un maximum à 400°C.

De nombreux épisodes endothermiques affectent cette tendance.

A 100°C, un pic plus ou moins important selon l'échantillon se présente sous une forme dédoublée. Il est suivi d'un palier qui s'achève vers 200°C. La déviation exothermique atteint ensuite son maximum.

A partir de 400°C, un phénomène endothermique brutal entraîne la formation d'un pic très aigu dont le maximum d'intensité se situe à 500°C. Cet accident est de faible durée, et vers 550°C, la courbe est de nouveau dans le domaine exothermique. Une faible déviation à 580°C en modifie à peine le tracé.

Au delà de 600°C, s'amorce une importante déviation endothermique ; elle se traduit par un tracé en pente douce jusque 820°C. Elle s'achève brutalement conférant à l'ensemble du pic un profil dissymétrique caractéristique.

Pour des températures s'élevant régulièrement au delà de 830°C, l'enregistrement devient rectiligne, pratiquement confondu avec l'axe de référence correspondant à  $\Delta T = 0$ .

Comme nous l'avons écrit à propos de l'étude de la fraction inférieure à deux microns du loess, les réactions endothermiques aux basses températures sont liées au départ d'eau des feuillettes des phyllosilicates, notamment de l'illite et de la montmorillonite.

Les échantillons n'étant pas aussi secs que dans le cas précédent, ce départ d'eau vers 100°C est nettement visible sur les enregistrements. La forme dédoublée de ce pic est caractéristique de la montmorillonite. De même, le palier à 200°C est dû au départ d'eau des illites.

La modeste déviation à 580°C est due au changement de phase du quartz. Le fort décrochement qui se termine à 820°C est caractéristique de la dissociation de la calcite.

La seule modification importante est l'apparition du pic très important vers 500°C. Il résulte de la transformation de la chaux éteinte en oxyde de calcium. Les particules étant sensiblement de la même taille, cette réaction est synchrone d'où la forme symétrique du pic.

L'analyse thermique différentielle est sensible de par son principe aux variations de composition, notamment en ce qui concerne la teneur en hydroxyde de calcium<sup>(1)</sup>.

Cette propriété est mise en évidence sur la figure 25. L'intensité des pics de la chaux est nettement différente pour des teneurs variant relativement peu.

Sur les enregistrements des échantillons de béton autoclavé (fig. 26), ces pics de la chaux sont relativement peu développés ; ils ne sont d'ailleurs présents que pour les éprouvettes qui contenaient au départ plus de 33 % de chaux éteinte.

D'autre part, si les pics de la calcite n'ont pratiquement pas été modifiés, ceux de la montmorillonite ont complètement disparus, alors que le palier attribué à la présence d'illite est fortement diminué.

La légère modification endothermique à 580°C que l'on attribue au quartz est visible sur les deux séries d'enregistrements.

De même, les fortes déviations exothermiques qui donnaient leur profil général aux courbes précédentes sont très atténuées.

Les courbes d'analyse thermique différentielle des bétons autoclavés

---

(1) Nous avons dit, lors du chapitre traitant des méthodes d'étude, que l'analyse thermique différentielle reposait sur le déséquilibre d'un système thermodynamique comprenant une substance de référence et un échantillon à déterminer. La transformation de l'hydroxyde en oxyde de calcium requiert un apport de 15 Kcal/mole, ce qui crée ce déséquilibre.

diffèrent également des précédentes pour les températures comprises entre 820 et 900°C. Un accident exothermique modifie sensiblement le profil de l'enregistrement.

Ce phénomène qui n'apparaissait pas avant l'autoclavage ainsi que celui se produisant entre 200 et 500°C peut être attribué aux transformations que subit le silicate de calcium synthétisé lors du traitement.

L'on peut supposer que le composé silico-calcaire résulte de la combinaison de la chaux éteinte dont les pics caractéristiques sont fortement diminués et d'une partie du quartz.

L'autoclavage provoque également la destruction des smectites, il se peut qu'elles réagissent et se combinent à la chaux.

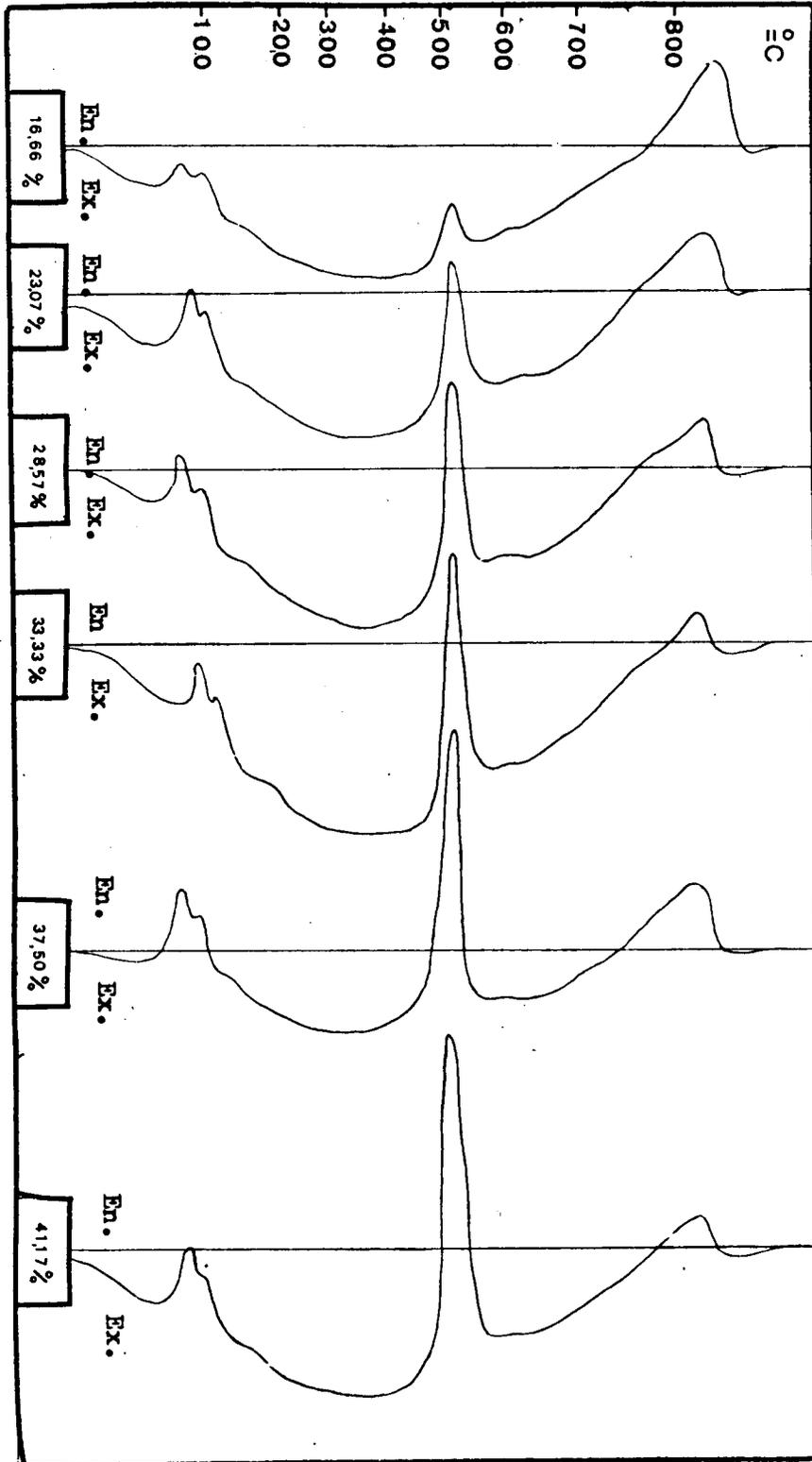
Cette phase nouvellement créée par l'action de la vapeur d'eau est appelée CSH (1) par Mackenzie (1970) en se référant à la notation de Taylor. La persistance du quartz même dans un excès de chaux montre que seule une fraction de la silice est utilisée lors de la réaction. L'on peut supposer que la surface des grains est attaquée, une pellicule de silicate se forme autour des particules et interdit donc le contact entre la chaux et la silice.

D'autre part, on peut admettre que les grains de quartz des loess étant entourés d'une pellicule de silice amorphe, celle-ci est plus rapidement détruite du fait de sa relative instabilité. La forme cristallisée n'est alors que partiellement attaquée.

La quantité de chaux se combinant dans ces conditions est comprise entre 28,57 % (le pic de la chaux n'existe plus) et 33,33 % (il subsiste une faible quantité de chaux libre).

Cette approximation résulte de l'étude de courbes réalisées par une seule technique. Ces valeurs peuvent être entachées d'une erreur systématique liée à la précision de l'enregistrement.

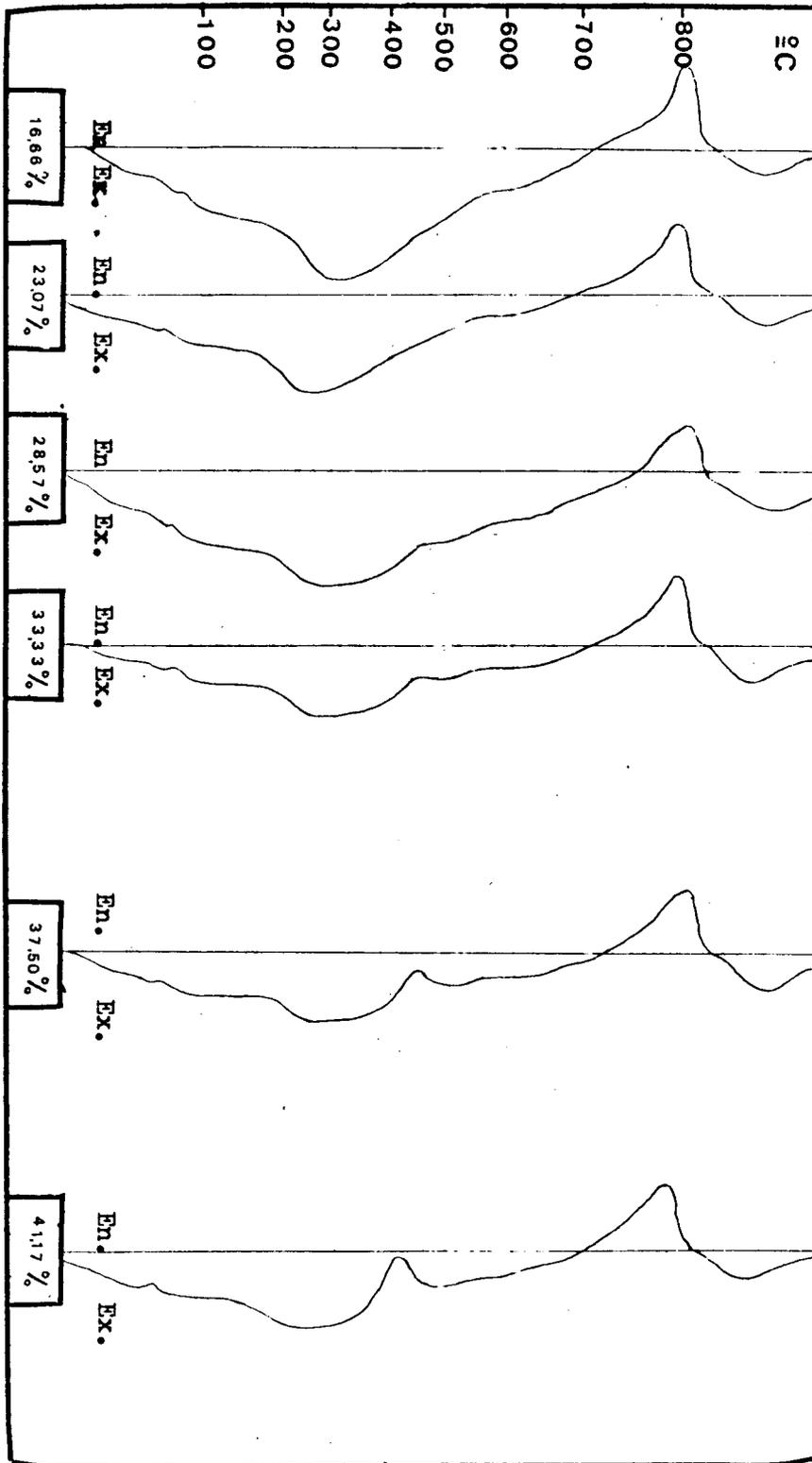
La comparaison avec les résultats obtenus par une méthode d'analyse différente nous renseigne sur la fiabilité des deux techniques.



COMPARAISON DES COURBES D'ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE DE MORTIERS DE COMPOSITIONS DIFFERENTES (NON AUTOCLAVES)

-fig- 25-





COMPARAISON DE COURBES D'ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE DE BETONS DE COMPOSITIONS DIFFERENTES (AUTOCLAVES).

-fig- 26 -



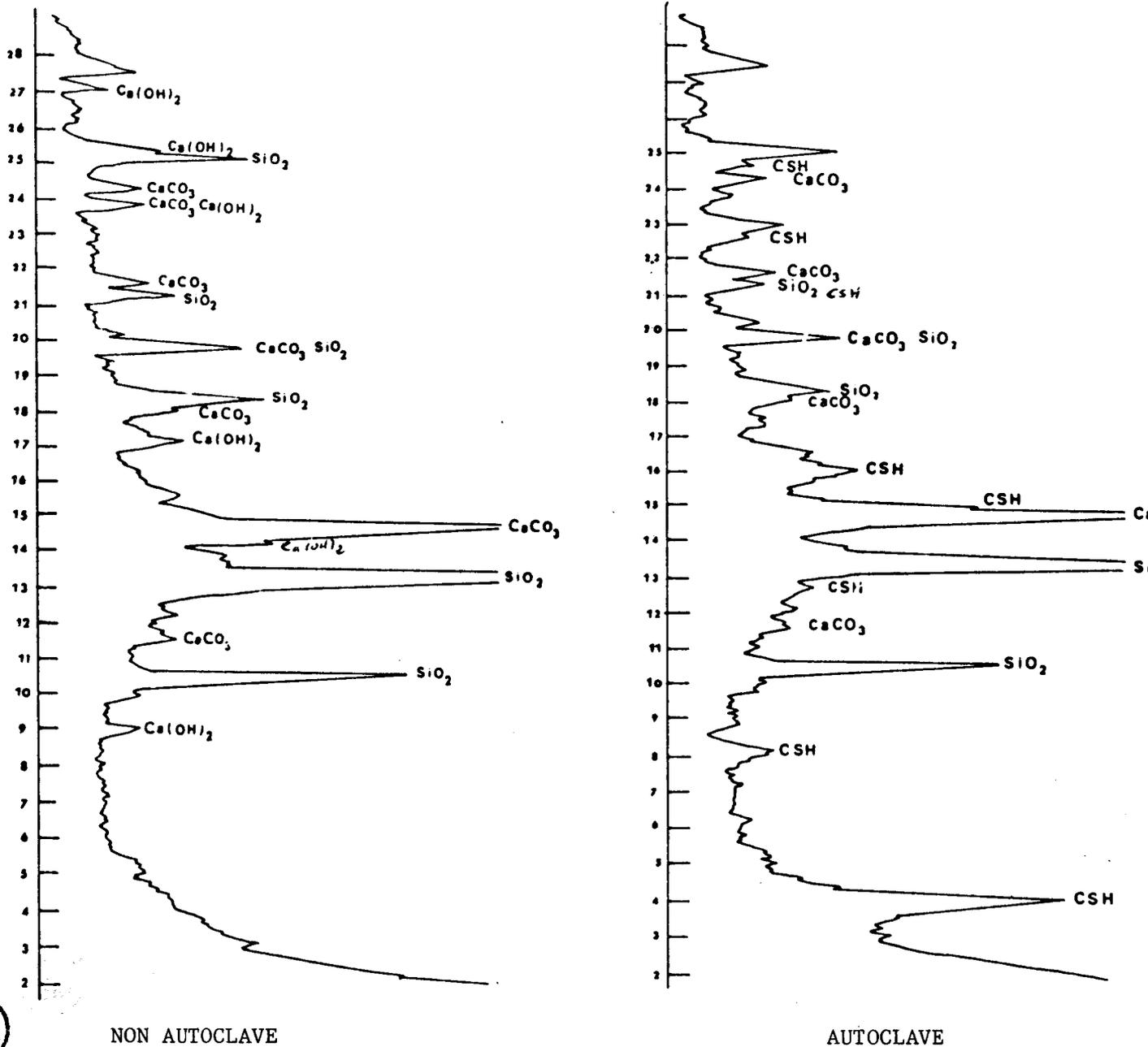
β) Diffraction X

Un mélange composé de 33 g de chaux R. P. et de 77 g de loess est gâché. Une fraction du mortier est déposée sur une lame de verre et analysée par la diffraction X.

Lorsqu'il est induré, le gâchis est autoclavé pendant 10 heures à une température de 180°C. Un prélèvement au coeur de l'éprouvette est étudié par la même méthode.

L'émission des rayons X est obtenue dans les 2 cas par une anticathode de cuivre dont le rayonnement  $K\alpha$  Cu est 1,540 Å.

La comparaison des diffractogrammes (fig. 27) montre l'évolution qu'ont subi les constituants.



- fig - 27 -



Afin d'appréhender plus aisément les modifications et les similitudes entre les deux échantillons, les paramètres des deux diffractogrammes sont consignés dans un même tableau (fig. 28). La première colonne comporte les 23 raies différentes répertoriées sur les diffractogrammes.

Les raies propres à chaque échantillon sont reportées dans la deuxième et troisième colonne. Les paramètres de chacun des diffractogrammes sont consignés dans les colonnes suivantes.

Seules les intensités relatives sont en relation ; toutes sont définies par rapport au pic du quartz à 3,35 Å du diffractogramme non autoclavé.

Les distances interréticulaires et les intensités des raies de certains minéraux extraites du fichier ASTM et utilisées comme référence occupent la deuxième partie du tableau.

De nombreux pics apparaissent sur l'un ou l'autre des diffractogrammes ; ils caractérisent des espèces minérales spécifiques au mortier ou au béton.

Il s'agit notamment des raies de l'hydroxyde de calcium qui ne sont bien exprimées que pour l'échantillon non autoclavé. Pour les plus intenses d'entre elles, on peut cependant les deviner dans le fond continu du diffractogramme du béton traité à l'autoclave.

Ce n'est pas le cas du minéral identifié au CSH qui est spécifique au béton.

D'autres raies sont communes aux deux diffractogrammes.

Celles de la calcite sont dans les deux cas identifiables. L'intensité de pics homologues est constante pour les deux diffractogrammes.

Il en va tout autrement pour le quartz ; les pics caractéristiques sont présents sur les deux diffractogrammes, mais l'intensité des raies homologues est différente. Celles des échantillons autoclavés sont plus faibles.

On peut donc en déduire que les pics de la calcite n'ayant pratiquement pas subi de modifications de leur intensité, il est fort probable que ce minéral ne participe pas à la réaction : il joue le rôle de charge inerte.

La chaux ayant disparu sur le diffractogramme du béton, elle a été combinée lors du traitement pour former le CSH.

La fraction siliceuse de ce composé silico-calcaire semble provenir d'une partie du quartz, ce qui se traduit sur les diffractogrammes par une diminution de l'intensité des pics. La chaux éteinte et une partie de la silice constituent les éléments actifs de la réaction.

Dans le cas d'un mortier composé de 33 g de chaux et de 67 g de loess, seule une partie du quartz est mobilisée.

En restant dans les mêmes conditions expérimentales et en faisant varier les teneurs relatives en chaux éteinte dans différents mortiers, on peut déterminer le pourcentage optimum d'hydroxyde de calcium susceptible de se combiner avec la silice lors d'un traitement hydrothermal de ce type.

Une série d'échantillons dont les proportions de chaux varient de 16,66 % à 44,40 % du poids total est confectionnée dans les mêmes conditions de température, de viscosité et d'étuvage. Après l'induration, ils sont autoclavés ensemble.

Une fraction du béton est ensuite prélevée au coeur de chaque éprouvette et analysée par la diffractométrie (fig. 29 et 30).

Le rayonnement utilisé est le  $K\alpha$  du cuivre.

La raie à  $14,70^\circ$  de la calcite apparaît sur les sept diffractogrammes, son intensité est pratiquement constante. La chaux tech. et le loess en contiennent sensiblement la même proportion ; quelles que soient les variations relatives des deux composants, elle demeure constante. Comme nous l'avons dit précédemment, elle ne participe pas à la réaction, l'intensité de ce pic n'est pas modifiée même si le CSH est synthétisé en quantité variable.

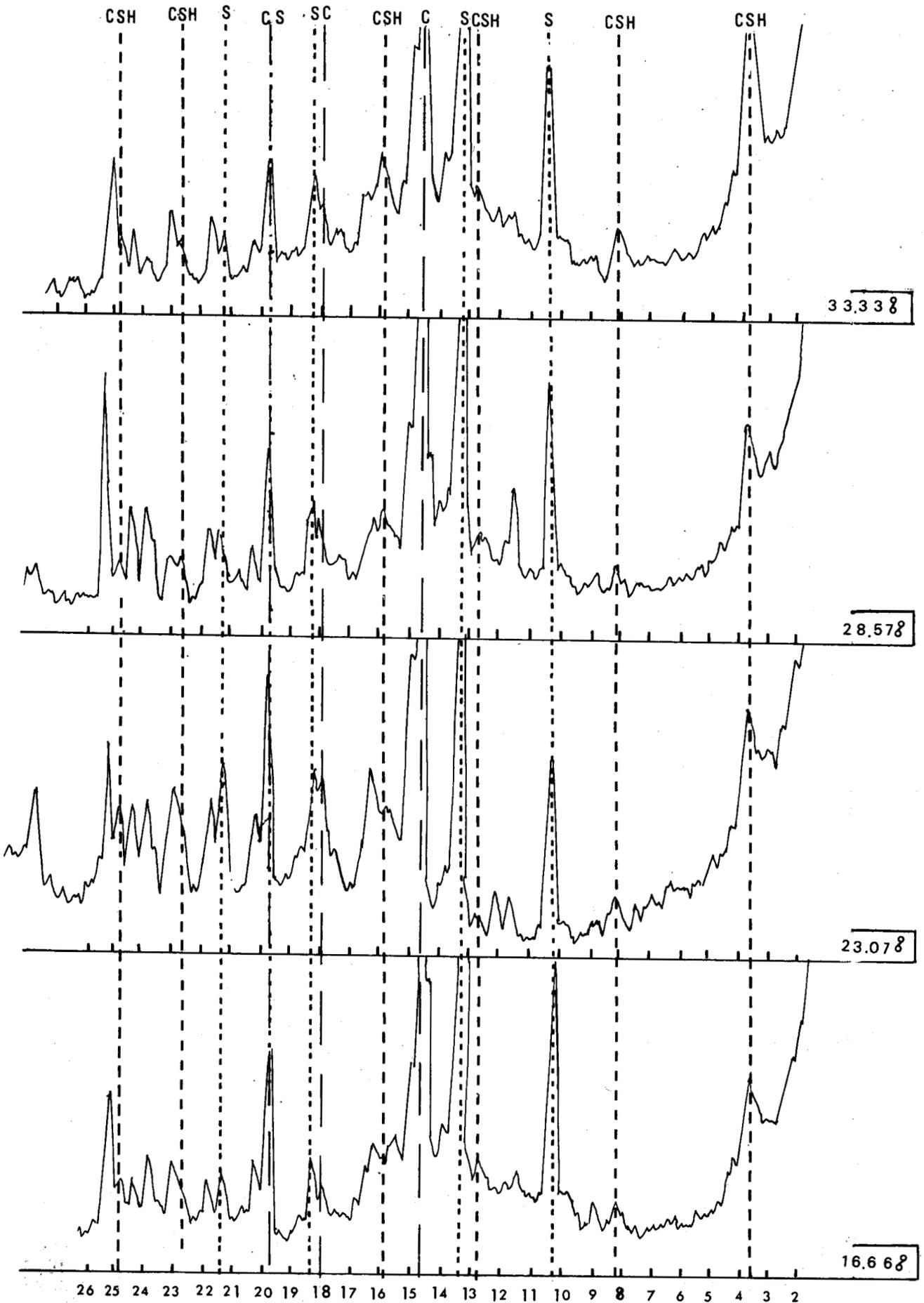
Les raies de l'hydroxyde de calcium sont présentes sur les diffractogrammes des échantillons qui en contenaient plus de 37,50 % avant le traitement. Pour des teneurs moindres, elle a complètement disparu, elle a en totalité été combinée pour former le CSH. Les raies de ce minéral sont décelables sur tous les diffractogrammes du béton, les intensités du premier pic à  $3,80^\circ$  sont variables, il est maximum pour des teneurs en chaux dans le mortier de 33,33 %.

Le pic du quartz à  $10,35^\circ$  subit également de profonds changements d'intensité. Il est cependant toujours présent même lorsque la chaux est en excès.

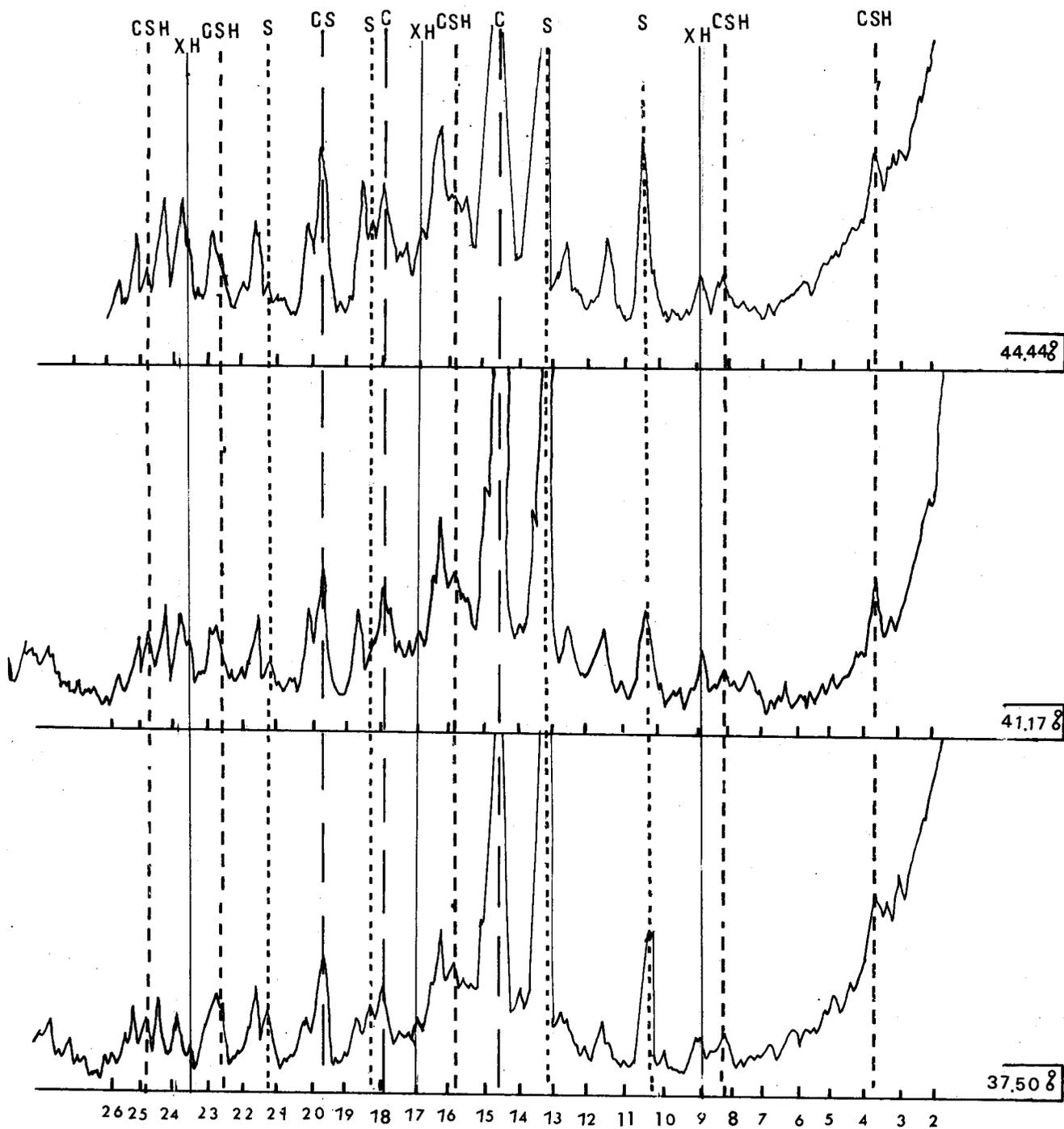
Ce résultat confirme l'interprétation des courbes d'analyse thermique différentielle.

Le quartz n'est jamais complètement consommé, une grande partie demeure présente dans tous les cas.

L'analyse des valeurs fournies par ces deux méthodes rend compte des comportements de chacun des composants.



COMPARAISON DES DIFFRACTOGRAMMES DE BETONS  
DONT LES MORTIERS AVAIENT UNE COMPOSITION DIFFERENTE



COMPARAISON DES DIFFRACTOGRAMMES DE BETONS  
 DONT LES MORTIERS AVAIENT UNE COMPOSITION DIFFERENTE

- fig. 30 -



### γ) Conclusion

Les variations des proportions d'un minéral sont plus ou moins bien appréhendées selon la méthode d'analyse. La précision est intimement liée à certaines propriétés des minéraux mises en relief par l'une ou l'autre des techniques d'étude.

Les teneurs relatives d'un minéral dont les modifications de structure se traduisent par des phénomènes thermodynamiques importants seront plus facilement mises en évidence par l'analyse thermique différentielle même si ce corps est mal cristallisé.

Inversement, le pic du quartz apparaissant à 573°C sur les enregistrements d'analyse thermique différentielle est peu prononcé. L'estimation de sa surface est très aléatoire.

Il s'agit cependant d'un minéral dont les raies les plus importantes sur les diffractogrammes sont très intenses. De faibles variations de sa teneur sont facilement décelées en comparant les intensités des pics homologues sur les différents diffractogrammes.

Pour mettre en évidence les modifications qu'a subi le mortier au cours du traitement, l'on a recours à ces deux méthodes.

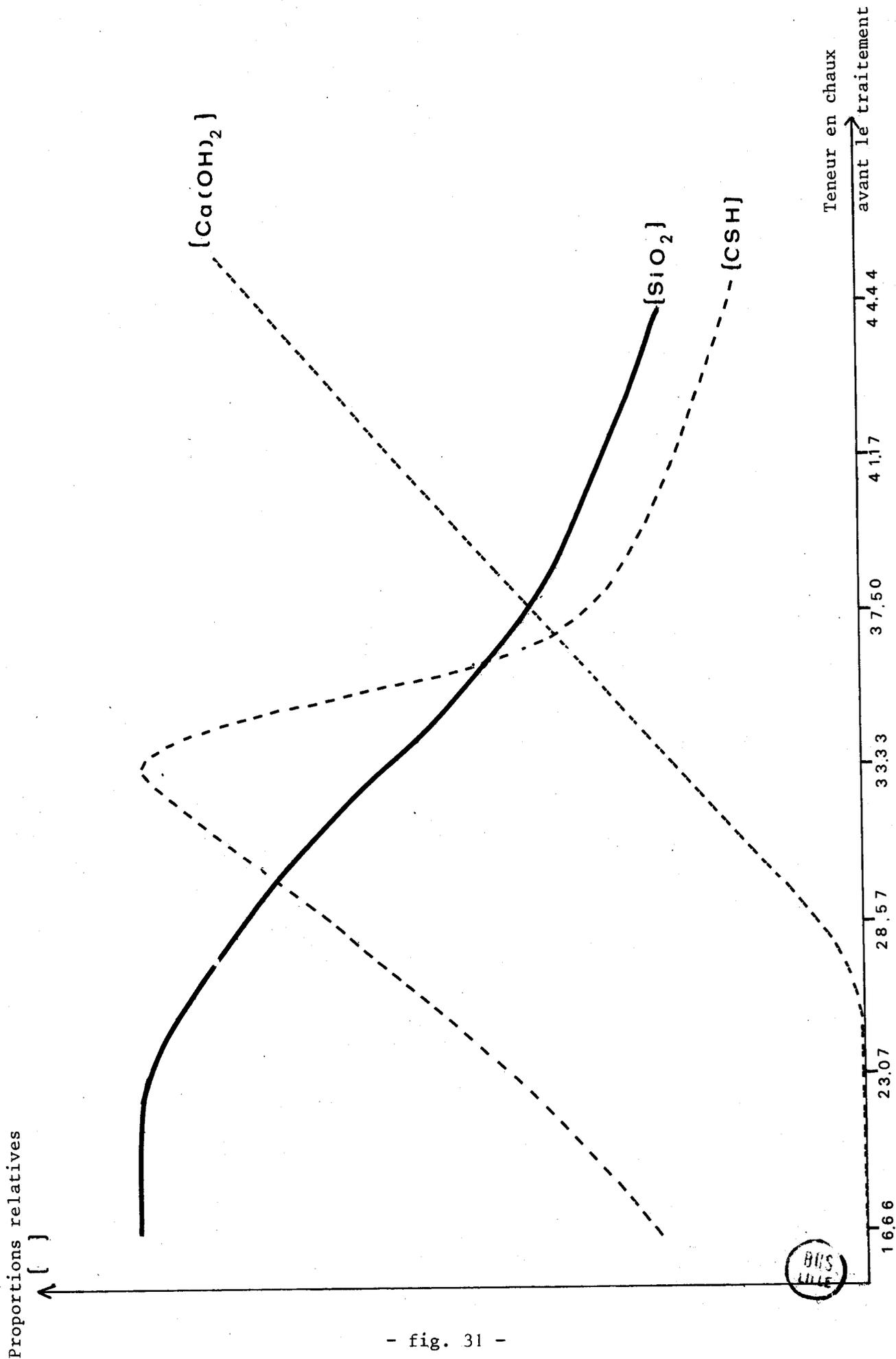
Les aires des pics relevées sur les courbes de l'analyse thermique différentielle ainsi que l'intensité des raies homologues des diffractogrammes sont reportées sur un même graphique (fig. 31).

L'abscisse de tous les points qui permettent le tracé des courbes est définie par les teneurs en chaux des mortiers non autoclavés.

Pour les courbes du quartz et du CSH, ce sont les intensités relatives d'un même pic caractéristique sur les diffractogrammes qui déterminent les ordonnées.

C'est l'aire du pic à 505°C des courbes d'analyse thermique différentielle qui constitue celles de l'hydroxyde de calcium.

Les systèmes d'unités sont totalement différents ; il est donc impossible d'établir un quelconque rapport de proportionnalité entre les coordonnées de points n'appartenant pas à la même courbe. Seul leur profil est caractéristique, leur comparaison constitue un élément d'appréciation.



- fig. 31 -



Trois domaines peuvent être distingués dans la courbe des variations du quartz après l'autoclavage.

Entre 15 et 24 %, elle présente un palier parallèle à l'axe des abscisses. Jusque 37 %, la quantité de quartz existant dans des échantillons traités à l'autoclave diminue, au delà de cette valeur, la pente de la courbe s'adoucit considérablement.

Son profil est pratiquement symétrique par rapport à une droite parallèle à l'axe des abscisses à la courbe des teneurs résiduelles en chaux.

Cette dernière a totalement disparu des échantillons qui en contenaient moins de 25 % avant l'autoclavage, ce qui se traduit sur la courbe par un segment de droite confondu avec l'axe des abscisses.

Au delà de 25 %, la quantité de chaux n'ayant pas réagi est une fonction linéaire de sa proportion dans les mortiers ; il n'y a pas la rupture de pente constatée sur la courbe du quartz.

La représentation graphique des variations relatives des teneurs en silicate de calcium synthétisée par le traitement hydrothermal montre un profil différent.

Après une croissance rapide, la courbe présente un maximum vers 33 %, suivi d'une chute brutale. Au delà de 37 %, la pente s'adoucit considérablement et tend vers une asymptote.

Il apparaît donc que, dans la première partie du graphique jusqu'environ 23 %, le CSH est synthétisé au dépend de la totalité de la chaux disponible. La silice ne provient pas de la forme cristallisée mise en évidence par la diffraction X, la quantité de quartz reste constante. On peut supposer que ce premier apport est fourni par la silice présente sous une forme thermodynamiquement moins stable que le quartz. Au delà de 23 %, celui-ci est à son tour mis à contribution, la silice présente sous une autre forme susceptible de réagir ayant disparu. A partir de 28 %, la chaux est en excès alors que la teneur en CSH continue de croître.

Il semble cependant qu'un grand excès de chaux inhibe la réaction. Cela est conforme aux travaux expérimentaux antérieurs (Pascal, 1961). Un léger surdosage en chaux du mortier est un facteur favorisant la formation de ce composé silico-calcaire (cette propriété est exploitée industriellement, les mortiers sont souvent surdosés en chaux. Cormon, 1973).

L'analyse thermique différentielle et la diffraction X apportent des renseignements quantitatifs sur les pourcentages de combinaison de la silice et de la chaux, elles permettent donc de connaître les proportions relatives

de loess et de chaux qui favorisent la synthèse du silicate de calcium hydraté. Les meilleurs résultats sont obtenus alors qu'il subsiste une quantité non négligeable de chaux éteinte dans le béton.

Alors qu'elle n'est pas encore carbonatée, cette substance risque de constituer un élément fragilisant, l'étude des propriétés physiques du béton autoclavé permet de déterminer les proportions des composants du mortier qui assurent les qualités dumatériau.

#### b) Méthodes qualitatives

Les qualités recherchées pour ces bétons cellulaires autoclavés sont : une résistance mécanique suffisante pour assurer la manutention et la mise en oeuvre des éléments et un coefficient de conductivité thermique le plus réduit possible. Celui-ci est une fonction inverse de la densité. Le loess et la chaux ayant des masses volumiques apparentes très différentes, leurs teneurs relatives lors de la confection du mortier influe sur la densité du produit fini.

#### α) Variation de la densité en fonction de la teneur en chaux des mortiers

Une série de mortiers composés de loess et de chaux en proportion variable est gâchée dans les mêmes conditions de viscosité et de température de l'eau. Ils sont ensuite coulés dans des bacs. Après l'induration, ils sont autoclavés ensemble afin d'être tous dans les mêmes conditions expérimentales. Après les dix heures que dure le traitement, ils sont débités en éprouvettes et séchés. La forme parallélépipédique des échantillons rend aisée la mesure de leur masse volumique apparente.

Chaque éprouvette est caractérisée par deux paramètres : la proportion relative de chaux et de loess contenus dans le mortier non traité et sa densité mesurée après l'autoclavage.

Ces valeurs constituent des valeurs aléatoires :

X = teneur en limon

Y = densité

Les paramètres statistiques qui permettent d'établir la relation mathématique qui les régit sont déduits des 25 couples reportés dans le tableau suivant (fig. 32).

x	x'	y	x- $\bar{x}$	y- $\bar{y}$	(x- $\bar{x}$ )(y- $\bar{y}$ )	(x- $\bar{x}$ ) <sup>2</sup>	(y- $\bar{y}$ ) <sup>2</sup>
83,34	16,66	0,970	+13,218	+0,124	+1,639	174,715	0,0150
83,34	16,66	0,966	+13,218	+0,120	+1,586	174,715	0,0144
83,34	16,66	0,953	+13,218	+0,107	+1,414	174,715	0,0114
83,34	16,66	0,930	+13,218	+0,084	+1,110	174,715	0,0070
83,34	16,66	0,915	+13,218	+0,069	+0,912	174,715	0,0050
71,43	28,57	0,890	+ 1,308	+0,044	+0,057	1,711	0,0020
71,43	28,57	0,870	+ 1,308	+0,024	+0,031	1,711	0,0006
71,43	28,57	0,870	+ 1,308	+0,024	+0,031	1,711	0,0006
71,43	28,57	0,850	+ 1,308	+0,004	+0,005	1,711	0
71,43	28,57	0,840	+ 1,308	-0,006	-0,008	1,711	0
66,67	33,33	0,870	- 3,452	+0,024	-0,083	11,916	0,0006
66,67	33,33	0,870	- 3,452	+0,024	-0,083	11,916	0,0006
66,67	33,33	0,870	- 3,452	+0,024	-0,083	11,916	0,0006
66,67	33,33	0,860	- 3,452	-0,140	-0,048	11,916	0,0006
66,67	33,33	0,850	- 3,452	+0,004	0	11,916	0
66,67	33,33	0,800	- 3,452	-0,046	+0,159	11,916	0,0021
66,67	33,33	0,790	- 3,452	-0,056	+0,193	11,916	0,0031
66,67	33,33	0,790	- 3,452	-0,056	+0,193	11,916	0,0031
66,67	33,33	0,780	- 3,452	-0,066	+0,228	11,916	0,0043
66,67	33,33	0,780	- 3,452	-0,066	+0,228	11,916	0,0043
62,50	37,50	0,790	- 7,622	-0,056	+0,427	58,094	0,0031
62,50	37,50	0,780	- 7,622	-0,066	+0,503	58,094	0,0043
62,50	37,50	0,760	- 7,622	-0,086	+0,655	58,094	0,0073
62,50	37,50	0,750	- 7,622	-0,096	+0,731	58,094	0,0092
62,50	37,50	0,750	- 7,622	-0,096	+0,731	58,094	0,0092
$\bar{x}$		$\bar{y}$					
70,122		0,846			+10,505	1291,76	0,108
$s_x^2$		$s_y^2$					
53,82		0,0045					
$s_x$		$s_y$					
7,336		0,067					

- fig. 32 -

Ces valeurs permettent de calculer le coefficient r (p. 20) :

$$r = \frac{\frac{\sum XY}{W} - \bar{x} \bar{y}}{\sigma_X \sigma_Y} = 0,855$$

La corrélation entre ces deux variables est forte, elles sont donc désuètes l'une de l'autre d'une équation linéaire dont les constantes sont :

$$b = r \frac{\sigma_Y}{\sigma_X} = 0,0078$$

$$a = 0,298$$

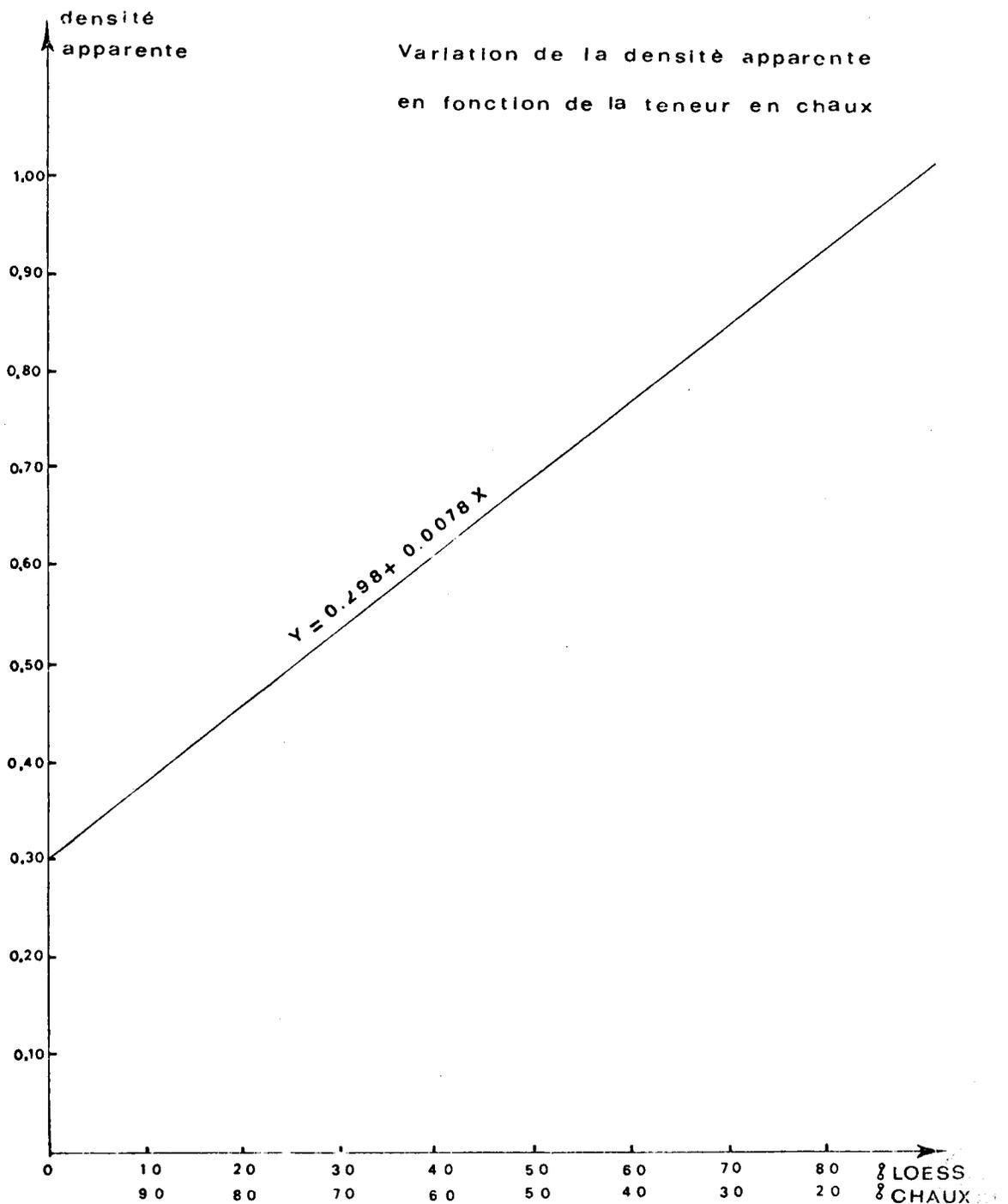


L'équation de la droite de régression s'écrit :

$$Y = 0,298 + 0,0078 X$$

On peut évaluer avec une précision suffisante la quantité de chaux que doit contenir le mortier pour obtenir une densité fixée.

Il suffit de reporter sur la figure 33 la masse volumique souhaitée, les proportions du mélange sont rapidement déterminées par une lecture directe.



- fig. 33 -



Cependant, les variations de densité par cette méthode font intervenir les proportions relatives des réactifs. Elles risquent de se faire au dépend de la résistance à la compression. En effet, si la quantité de chaux présente est insuffisante, le silicate de calcium sera synthétisé en moindre proportion.

De même, si elle est trop abondante, la fraction qui n'aura pas été consommée par la réaction constituera un élément fragilisant étant donné la faible résistance de ce matériau non carbonaté.

Dans les deux cas, cela entraînera une diminution de la résistance mécanique de l'échantillon.

β) Variation de la résistance mécanique en fonction de la teneur en chaux

Le calcul statistique précédent a montré que le couple de variables aléatoires (X, Y) représentant la teneur en chaux éteinte et la densité du matériau fini, est lié par une relation linéaire du type

$$Y = a + bX$$

Nous nous proposons d'établir la relation mathématique régissant la teneur en chaux initiale et la résistance à l'écrasement de ces mêmes échantillons. En effet, si une augmentation de la teneur en chaux diminue sensiblement la densité, la chaux non consommée lors de la réaction constitue un élément fragilisant non négligeable.

Les éprouvettes ont un élancement de 3 : elles sont constituées de parallélépipèdes à base carrée dont la hauteur est au moins égal à trois fois le côté de la base.

Cet élancement est fréquemment utilisé pour les essais classiques à la presse hydraulique ; il donne les valeurs exactes de la résistance à l'écrasement.

Cependant, la norme NF P 14.306 préconise pour les blocs de béton autoclavé des essais de compression sur des éprouvettes cubiques. Les travaux de Berthier (1966), dans le cadre des études menées par les ponts et chaussées, ont montré que les valeurs trouvées dans ce cas pouvaient être supérieures de 50 % de celles trouvées pour des parallélépipèdes de même nature.

En conséquence, les résistances reportées dans le tableau (fig. 34) n'ont qu'une valeur relative. Elles ne peuvent être comparées aux documents fournis par les industriels.

En désignant par X la teneur en chaux avant l'autoclavage et Y la résistance à la compression, 21 couples de ces variables aléatoires sont reportées dans un tableau (fig. 34).

X %Ca(OH) <sub>2</sub>	Y Kg/cm <sup>2</sup>	$\bar{Y}$	$(Y_i - \bar{Y})^2$	s	Probalité de rupture Kg/cm <sup>2</sup>
16,66	78,68	96,14	304,85	$s_y^2 = 255,88$ $s_y = 15,99$	seuil 1%
16,66	87,22		79,56		58,94
16,66	105,15		81,18		seuil 5%
16,66	113,52		302,06		69,83
28,57	103,69	105,34	2,72	$s_y^2 = 7,78$ $s_y = 2,79$	seuil 1%
28,57	102,02		11,02		98,85
28,57	105,02		0,10		seuil 5%
28,57	106,70		1,85		100,75
28,57	109,27		15,44		
33,33	127,92	109,31	346,33	$s_y^2 = 275,53$ $s_y = 16,59$	seuil 1%
33,33	125,93		276,22		70,72
33,33	123,62		204,77		seuil 5%
33,33	99,00		106,29		77,42
33,33	104,62		21,99		
33,33	122,22		166,67		
33,33	108,04		1,61		
33,33	83,64		658,94		
33,33	88,78	421,48			
37,50	60,44	87,54	734,42	$s_y^2 = 308,00$ $s_y = 17,55$	seuil 1%
37,50	84,00		12,54		46,71
37,50	103,66		259,79		seuil 5%
37,50	87,07		0,22		58,67
37,50	102,54		224,94		
$\bar{X}$	$\bar{Y}$				
30,30	101,43				

- fig. 34 -



Une colonne comporte les probabilités de rupture au seuil de 1 % et 5 % pour chaque série d'échantillons.

Les moyennes arithmétiques calculées pour chaque série d'échantillons semblent montrer que la résistance à l'écrasement croît jusqu'à un maximum avant de diminuer.

En première approximation, il apparaît que la relation liant la teneur en chaux initiale à la résistance après l'autoclavage, soit une fonction du deuxième degré du type :

$$Y = AX^2 + BX + C$$

Les méthodes de la statistique permettent de déterminer l'équation de cette parabole.

Les coefficients A, B, C sont déduits des relations (Venuat, 1961) :

$$A \Sigma (X - \bar{X})^2 + B \Sigma X + NC - \Sigma Y = 0$$

$$A \Sigma (X - \bar{X})^3 + B \Sigma (X - \bar{X})^2 + C \Sigma X - \Sigma (X - \bar{X}) (Y - \bar{Y}) = 0$$

$$A \Sigma (X - \bar{X})^4 + B \Sigma (X - \bar{X})^3 + C \Sigma (X - \bar{X})^2 - \Sigma (X - \bar{X})^2 (Y - \bar{Y}) = 0$$

Ces différentes équations peuvent être simplifiées en effectuant un changement d'origine ayant pour coordonnées les moyennes arithmétiques  $\bar{X}$  et  $\bar{Y}$ .

Les nouveaux coefficients de l'équation qui s'écrit alors

$$y = ax^2 + bx + c$$

sont déduits des relations :

$$a \Sigma x^2 + Nc = 0 \quad (a)$$

$$b \Sigma x^2 - \Sigma xy = 0 \quad (b)$$

$$a \Sigma x^4 + c \Sigma x^2 - \Sigma x^2 y = 0 \quad (c)$$

Leurs valeurs sont déterminées à partir d'un tableau (fig. 35) dans lequel sont reportées les valeurs de  $X_i$  et  $Y_i$  après les changements d'origine centrée sur  $\bar{X}\bar{Y}$ .

$\bar{X} = 30,30$	$\bar{Y} = 101,4$				
$x = X - \bar{X}$	$y = Y - \bar{Y}$	$x^2$	$x^4$	$xy$	$x^2 y$
-13,64	-22,75	186,05	34614,45	+310,31	-4232,64
-13,64	-14,21	186,05	34614,45	+193,82	-2643,77
-13,64	+ 3,72	186,05	34614,45	- 50,74	+ 692,11
-13,64	+12,09	186,05	34614,45	-164,90	+2249,34
- 1,73	+ 2,17	2,99	8,96	- 3,75	+ 6,49
- 1,73	+ 0,59	2,99	8,96	- 1,02	+ 2,96
- 1,73	+ 3,77	2,99	8,96	- 6,52	+ 11,27
- 1,73	+ 5,27	2,99	8,96	- 9,11	+ 15,76
- 1,73	+ 7,84	2,99	8,96	- 13,56	+ 23,44
+ 3,03	+26,49	9,18	84,29	+ 80,26	+ 243,18
+ 3,03	+24,56	9,18	84,29	+ 74,41	+ 225,46
+ 3,03	+22,19	9,18	84,29	+ 67,23	+ 203,70
+ 3,03	- 2,49	9,18	84,29	- 7,36	- 22,31
+ 3,03	+ 3,19	9,18	84,29	+ 9,66	+ 29,28
+ 3,03	+20,79	9,18	84,29	+ 62,99	+190,85
+ 3,03	+ 6,61	9,18	84,29	+ 20,03	+160,68
+ 3,03	-17,79	9,18	84,29	-53,90	- 63,31
+ 3,03	-12,65	9,18	84,29	-38,33	-116,13
+ 7,20	-40,99	51,84	2687,38	-295,13	-2124,92
+ 7,20	-17,43	51,84	2687,38	-125,50	-903,50
+ 7,20	+ 2,23	51,84	2687,38	+ 16,05	+ 115,60
+ 7,20	-14,38	51,84	2687,38	- 103,54	- 745,46
+ 7,20	+ 1,11	51,84	2687,38	+ 7,99	+ 57,54
		$\Sigma x^2$	$\Sigma x^4$	$\Sigma xy$	$\Sigma x^2 y$
		1100,97	152698	-30,59	-6825,63

- fig. 35 -



En remplaçant les inconnues par leurs valeurs dans les équations

$$a (1100,97) + 23 c = 0$$

d'où :  $a = - 0,0209 c$  (1)

$$b (1100,97) + 30,59 = 0$$

d'où :

$$b = - 0,0278$$

$$a (152 698,11) + c (1100,97) + 6825,63 = 0$$

en remplaçant a par la valeur de (1)

$$(- 0,0209 c) (152 698,11) + 1100,97 c + 6825,63 = 0$$

$$c (- 0,0209 \times 152 698,11 + 1100,97) = - 6825,63$$

$$c = 3,2674$$

En remplaçant c par sa valeur dans l'équation (1)

$$a = (- 0,0209) (3,2674) = - 0,0682$$

L'équation de la parabole s'écrit :

$$y = - 0,0682 x^2 - 0,0278 x + 3,2674$$

Les racines sont :

$$x' = \frac{0,0278 + 0,944}{2 (- 0,0682)} = - 7,12$$

$$x'' = \frac{0,0278 - 0,944}{2 (- 0,0682)} = 6,71$$

La dernière s'annule pour :  $x = - 0,204$ .

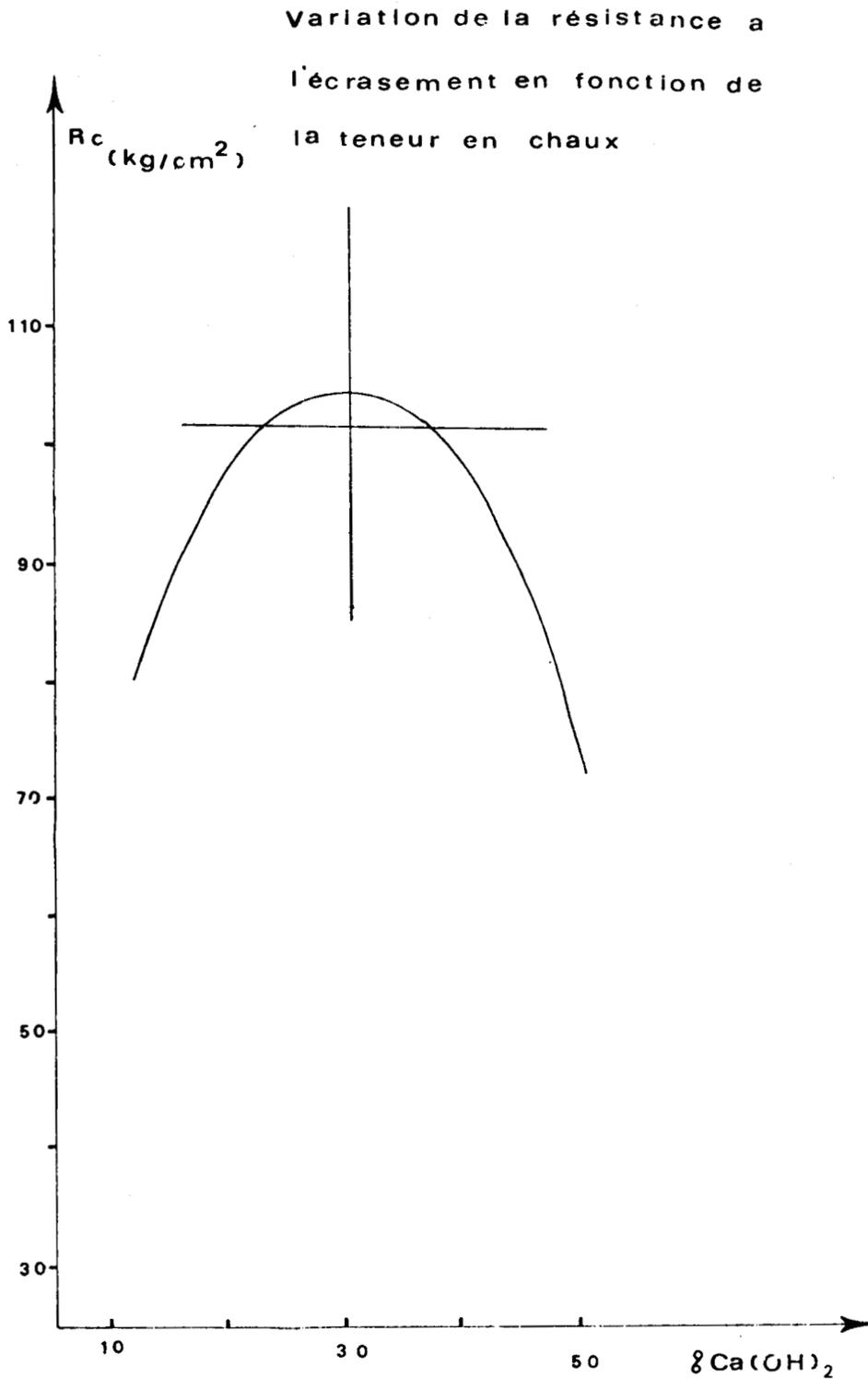
Dans l'ancien repère orthonormé (fig. 36), la résistance mécanique maximale est obtenue pour une teneur en chaux initiale de :

$$30,30 - 0,204 = 30,1 \%$$

Pour des proportions de chaux supérieures à cette valeur, la baisse de résistance peut être attribuée aux discontinuités créées par l'excédent d'hydroxyde de calcium non combiné. Celui-ci est particulièrement friable, d'où une désagrégation rapide sous la presse de l'échantillon.

Lorsque la proportion de chaux est inférieure à 30 %, la quantité de silicate de calcium hydraté synthétisé est insuffisante pour assurer l'homogénéité de la pellicule silico calcaire englobant les éléments grossiers.

Les discontinuités engendrent des microfissures favorisant l'écrasement du béton.



- fig. 36 -



### γ) Conclusion

La résistance à la compression est maximum pour les échantillons dont la composition initiale est de 30 % d'hydroxyde de calcium et de 70 % de limon.

L'analyse thermique différentielle et l'étude par la diffraction X ont montré que cette valeur est proche du maximum de combinaison de la chaux et de la silice.

Cependant, tout le quartz n'est pas consommé lors de l'autoclavage.

On peut supposer que la fraction fine est entièrement "digérée". Les grains grossiers ne seraient attaqués qu'en surface. La pellicule silico-calcaire qui les recouvre alors, qu'elle se soit formée par un processus topochimique ou par la précipitation d'un sel de calcium, forme un écran qui s'oppose aux réactions entre la silice et la chaux libre.

Pour les résistances à l'écrasement maximum, toute la chaux n'est pas consommée. Cet excès pourrait en partie expliquer le durcissement progressif des bétons de ce type après quelques mois, cette chaux se carbonatant au contact du gaz carbonique contenu dans l'atmosphère.

Cette augmentation de résistance peut atteindre 30 % des valeurs initiales.

Ce gain ne peut être entièrement attribué à la carbonatation de la chaux libre, des phénomènes semblables ont été constatés sur des échantillons dont les teneurs en chaux des mortiers sont inférieures à 25 %. Il n'existe plus alors d'excédent de ce corps après l'autoclavage.

Les travaux d'Assarson (1956) consacrés à un mélange de silice amorphe et d'hydroxyde de calcium ont montré que les résistances augmentent également en fonction du temps alors que toute la chaux a été consommée lors de l'autoclavage.

Il faut rappeler à ce sujet que les éprouvettes ont été réalisées avec de la chaux

Les analyses de celle-ci ont montré qu'elle contenait 15 % d'impuretés. Il s'agit, pour la plus grande part, de carbonate de calcium provenant soit d'un manque de cuisson de certaines parties, soit d'une recarbonatation.

Le pourcentage de chaux permettant d'obtenir le meilleur rendement qui a été déduit lors des essais précédents doit être corrigé : sur les

30% de chaux tech-utilisés, la quantité de produit réactif est de :

$$\frac{30,1 \times 85}{100} = 25,585 \% \approx 26 \%$$

Cette valeur correspond pratiquement à celle déterminée par Pollet (1970) dans des bétons autoclavés à base de "terre argileuse" et de chaux éteinte. Cependant, les mortiers n'ont dans ce cas aucune structure cellulaire, il s'agit de blocs réalisés à la presse sous une pression de 300 Kg/cm<sup>2</sup>.

Tous les composants de la réaction silico-calcaire ont été analysés, leurs proportions relatives sont déterminés.

Les propriétés de densité et de résistance mécanique ne sont cependant pas définitivement établies. Le troisième composant du gâchis, c'est-à-dire l'eau, influe fortement sur celles-ci.

### III. LA COULEE

Les modes de coulée sont primordiaux. Les proportions relatives de chaque constituant étant fixe, la quantité d'eau est déterminante.

Cet élément assure l'homogénéité de la pâte, c'est-à-dire la mise en contact de tous les composants actifs, en évitant une ségrégation. Celle-ci peut apparaître lorsque la quantité d'eau est trop faible : le malaxage seul ne peut réduire les granules de chaux ou les agrégats de loess.

Inversement, une quantité d'eau trop importante risque de provoquer une sédimentation différentielle en fonction de la densité des matériaux (chaux, quartz, argiles, aluminium) lors de leur coulée.

Le volume d'eau ajouté au mortier sec doit permettre d'obtenir une pâte dont la viscosité assure une bonne répartition des réactifs.

#### 1) Variation de la densité en fonction du pourcentage d'eau de gâchage

Un mortier sec est réalisé avec des proportions de chaux, limon, ciment Portland et aluminium définies par les études antérieures.

Loess	Chaux éteinte	CPAC	Aluminium	Température	
				Eau de gâchage	Etuvage
150 g	50 g	qs	0,2 g	35°C	45°C

Ce mortier est divisé en plusieurs fractions. Dans chacune d'elles, on fait varier la teneur en eau. Les températures de l'eau de gâchage et d'étuvage sont rigoureusement constantes pour l'ensemble des coulées.

Tous les échantillons sont autoclavés ensemble. Après 10 heures, ils sont séchés et débités.

Les éprouvettes ainsi obtenues sont caractérisées par deux paramètres : la teneur en eau du mortier et la densité du produit fini. Ils constituent des variables aléatoires : X teneur en eau, Y densité.

21 couples de ce genre ont été répertoriés. Les paramètres de la relation mathématique les unissant sont déduits du tableau (fig. 37).

X	Y	x	y	x <sup>2</sup>	x <sup>4</sup>	xy	x <sup>2</sup> y
40	0,467	-20,48	+0,0209	419,274	175790,98	-0,428	+ 8,768
40	0,472	-20,48	+0,0259	419,274	175790,98	-0,530	+10,859
40	0,473	-20,48	+0,0269	419,274	175790,98	-0,550	+11,278
40	0,477	-20,48	+0,0309	419,274	175790,98	-0,633	+12,956
50	0,442	-10,476	-0,0041	109,746	12044,30	+0,043	- 0,449
50	0,445	-10,476	-0,0011	109,746	12044,30	+0,011	- 0,119
50	0,448	-10,476	+0,0019	109,746	12044,30	-0,020	+ 0,208
50	0,452	-10,476	+0,0059	109,746	12044,30	-0,062	+ 0,647
50	0,455	-10,476	+0,0089	109,746	12044,30	-0,093	+ 0,977
60	0,443	- 0,476	-0,0031	0,226	0,05	+0,002	0,000
60	0,438	- 0,476	-0,0081	0,226	0,05	+0,002	- 0,002
60	0,435	- 0,476	-0,0111	0,226	0,05	+0,005	- 0,002
60	0,430	- 0,476	-0,0161	0,226	0,05	+0,008	- 0,004
70	0,438	+ 9,524	-0,0081	90,706	8227,68	-0,077	- 0,734
70	0,435	+ 9,524	-0,0111	90,706	8227,68	-0,106	- 1,006
70	0,428	+ 9,524	-0,0181	90,706	8227,68	-0,172	- 1,641
70	0,422	+ 9,524	-0,0241	90,706	8227,68	-0,229	- 2,185
80	0,440	+19,524	-0,0061	381,186	145303,20	-0,119	- 2,321
80	0,430	+19,524	-0,0161	381,186	145303,20	-0,314	- 6,133
90	0,463	+29,524	+0,0169	871,666	759802,60	+0,499	+14,731
90	0,435	+29,524	-0,0111	871,666	759802,60	-0,327	- 9,667
$\bar{X}$	$\bar{Y}$			$\Sigma x^2$	$\Sigma x^4$	$\Sigma xy$	$\Sigma x^2y$
60,48	0,446			5095,26	2606503,9	-3,09	36,157

- fig. 37 -

Comme précédemment, l'on effectue un changement d'origine pour la détermination de l'équation de la parabole.

Le nouveau système de coordonnées a pour origine les moyennes arithmétiques de ces variables (fig. 38).

Les paramètres déduits des équations précédentes sont :

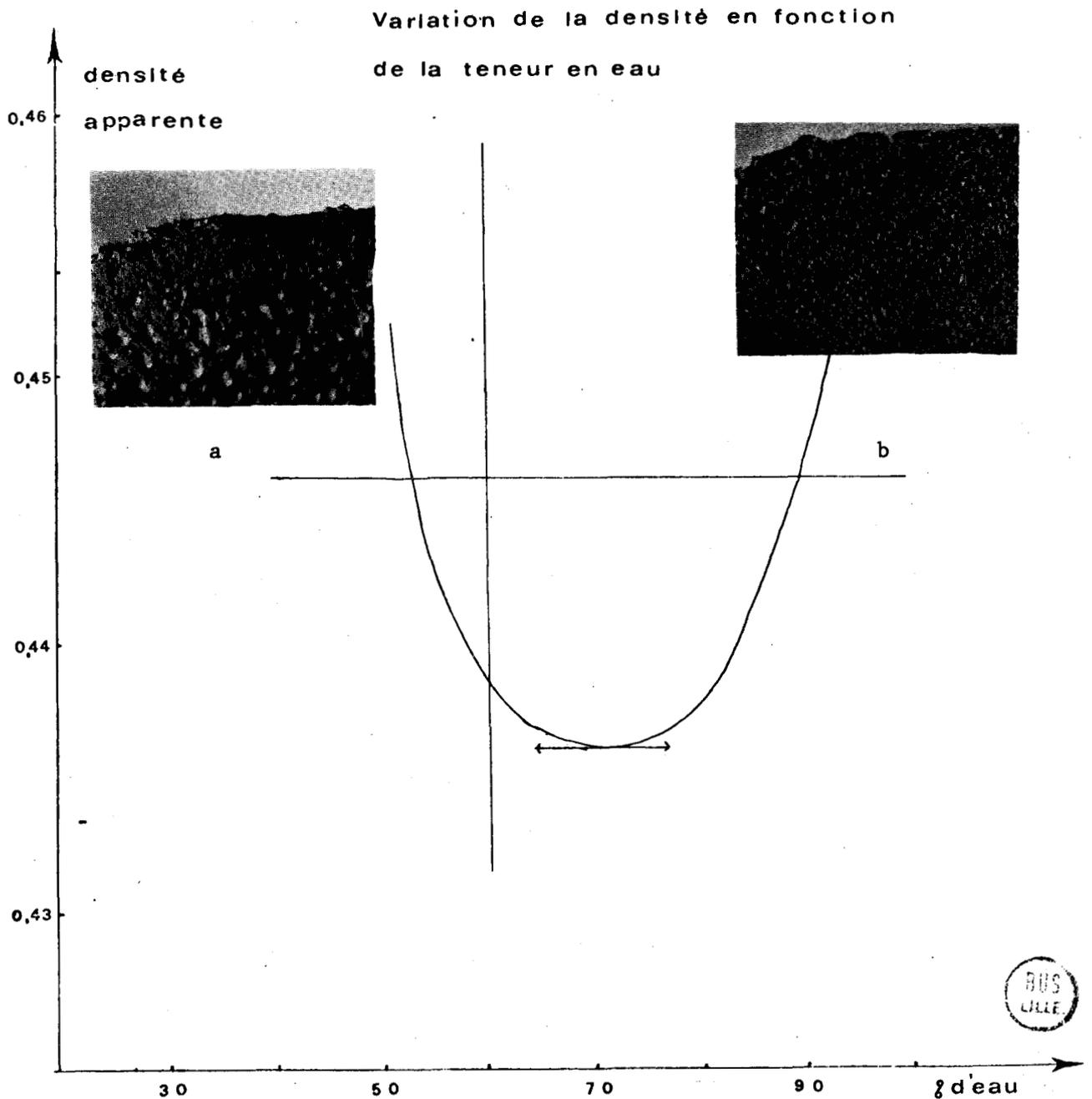
$a = 0,0000263$  ;  $b = - 0,0006$  ;  $c = - 0,006$ .

L'équation de la parabole s'écrit :

$$y = 0,0000263 x^2 - 0,0006 x - 0,00638$$

Les racines sont :  $x' = 27,31$  ;  $x'' = - 4,49$ .

La dérivée s'annule pour  $x = 12$ .



- fig. 38 -

La densité la plus faible est obtenue pour des mortiers gâchés avec une quantité d'eau de:  $60,47 + 12 = 72,5$  % de la masse des produits secs

Les clichés photographiques<sup>(1)</sup> révèlent l'influence de la quantité d'eau de gâchage sur l'aspect du béton cellulaire.

Pour des mortiers gâchés avec moins de 72,5 % d'eau (fig. 38, ph. a), la répartition des bulles n'est pas homogène. Elles sont nombreuses à la base de l'échantillon ; elles n'existent pratiquement plus près de la surface, toute cette zone est fissurée.

Les mortiers trop riches en eau présentent un phénomène inverse (fig. 38, ph. b) : les bulles sont plus nombreuses et mieux développées près de la surface.

Dans le premier cas, l'élasticité de la pâte est insuffisante, elle n'a pu absorber les contraintes exercées par le développement des bulles d'hydrogène. Lorsque la pression exercée par le volume de mortier est inférieure à celle du gaz, les parois des cellules se rompent et le gaz diffuse au travers de ce réseau de fracture.

Pour un excès d'eau, la pâte trop fluide ne peut s'opposer à la migration des bulles d'hydrogène vers le sommet ; un grand nombre d'entre elles vient éclore à la surface. D'autre part, les constituants du mortier ont tendance à se sédimenter en fonction de leur masse volumique : la poudre d'aluminium, de densité relativement faible par rapport aux autres, a tendance à remonter. Le dégagement d'hydrogène s'effectue alors dans les couches supérieures de l'échantillon, ce qui se traduit par des bulles plus nombreuses et mieux développées vers la surface.

En faisant varier la quantité d'eau, on peut obtenir un éventail relativement étendu des masses volumiques du béton. Cependant, ces variations se font au détriment de l'homogénéité de l'échantillon. Cette méthode crée une répartition différentielle des cellules. La meilleure répartition des bulles est assurée pour une teneur en eau de 72 %. D'autres techniques doivent être envisagées pour faire varier la densité sans altérer les propriétés du béton.

---

(1) Il s'agit d'échantillons n'ayant pas servi à déterminer les valeurs des variables aléatoires. Les mortiers gâchés avec des teneurs en eau très éloignées de part et d'autre du volume assurant la plus faible densité ont été coulés à des températures différentes. Si c'est la quantité d'eau qui influe sur la répartition des vésicules, ce sont les températures qui en déterminent la dimension moyenne.

## 2) Variation de la densité en fonction de la température de coulée

Lors de la fabrication industrielle des bétons cellulaires autoclavés, la température de l'eau de gâchage est l'objet d'un soin constant. Des températures qui peuvent atteindre 60°C sont obtenues par l'apport de calories libérées lors de l'extinction de la chaux.

Le sable broyé, la chaux vive et les adjuvants sont intimement mélangés en présence d'eau. C'est l'hydratation de l'oxyde de calcium qui amène le mélange à la température de coulée.

On conçoit aisément, dans ce cas, l'importance que l'on attache à la qualité de la chaux. Son extinction doit être échelonnée dans le temps de manière à maintenir une température constante tout au long de la mise en oeuvre du mortier. Une chaux trop active entraîne une augmentation importante mais brève de la température, ce qui peut se traduire par une vaporisation partielle de l'eau.

Pour confectionner notre mortier, nous avons eu recours à une chaux préalablement éteinte. L'eau devait être chauffée avant d'être ajoutée au mélange de loess, de chaux éteinte et de poudre d'aluminium.

La température n'étant plus fonction de la réactivité de l'hydroxyde de calcium, la température de coulée a pu être modifiée plus facilement.

La composition du mortier est celle définie précédemment. Les températures de l'eau de gâchage varient entre 15 et 65°C.

Les échantillons sont autoclavés et débités en éprouvettes parallélépipédiques.

Chacune d'elles est caractérisée par deux paramètres :

X : température de l'eau de gâchage du mortier

Y : masse volumique

La fonction mathématique continue reliant ces deux variables aléatoires est déduite du tableau suivant (fig.39).

X	Y	(X- $\bar{X}$ ) = x	(Y- $\bar{Y}$ ) = y	x <sup>2</sup>	x <sup>4</sup>	xy	x <sup>2</sup> y
15	0,670	-25	+0,1526	625	390625	-3,815	+95,375
15	0,652	-25	+0,1346	625	390625	-3,365	+84,125
15	0,644	-25	+0,1266	625	390625	-3,165	+79,630
15	0,618	-25	+0,1006	625	390625	-2,515	+62,875
25	0,551	-15	+0,0336	225	50625	-0,504	+ 7,560
25	0,550	-15	+0,0326	225	50625	-0,489	+ 7,335
25	0,487	-15	-0,0303	225	50625	-0,454	- 6,817
25	0,433	-15	-0,0843	225	50625	+1,264	-18,967
35	0,495	- 5	-0,0223	25	625	+0,111	- 0,558
35	0,480	- 5	-0,0373	25	625	+0,187	- 0,933
35	0,455	- 5	-0,0623	25	625	+0,312	- 1,557
35	0,415	- 5	-0,1023	25	625	+0,512	- 2,557
45	0,453	+ 5	-0,0643	25	625	-0,322	- 1,608
45	0,447	+ 5	-0,0703	25	625	-0,351	- 1,758
45	0,443	+ 5	-0,0743	25	625	-0,372	- 1,857
45	0,435	+ 5	-0,0823	25	625	-0,411	- 2,057
55	0,500	+15	-0,0173	225	50625	-0,259	- 3,893
55	0,482	+15	-0,0353	225	50625	-0,260	- 7,943
55	0,480	+15	-0,0373	225	50625	-0,560	- 8,392
55	0,472	+15	-0,0453	225	50625	-0,679	-10,192
65	0,570	+25	+0,0527	625	390625	+1,317	+32,938
65	0,565	+25	+0,0476	625	390625	+1,188	+29,750
65	0,562	+25	+0,0447	625	390625	+1,117	+27,977
65	0,557	+25	+0,0396	625	390625	+0,990	+24,750
$\bar{X}$	$\bar{Y}$			$\Sigma x^2$	$\Sigma x^4$	$\Sigma xy$	$\Sigma x^2 y$
40	0,517			7000	3535000	9,567	303,37

- fig. 39 -

Il s'agit d'une fonction du deuxième degré du type :  $y = a x^2 + b + c$ .

Les constantes calculées sont :

$a = 0,000257$  ;  $b = - 0,00173$  ;  $c = 0,07485$ .

L'équation de cette parabole s'écrit (fig. 40) :

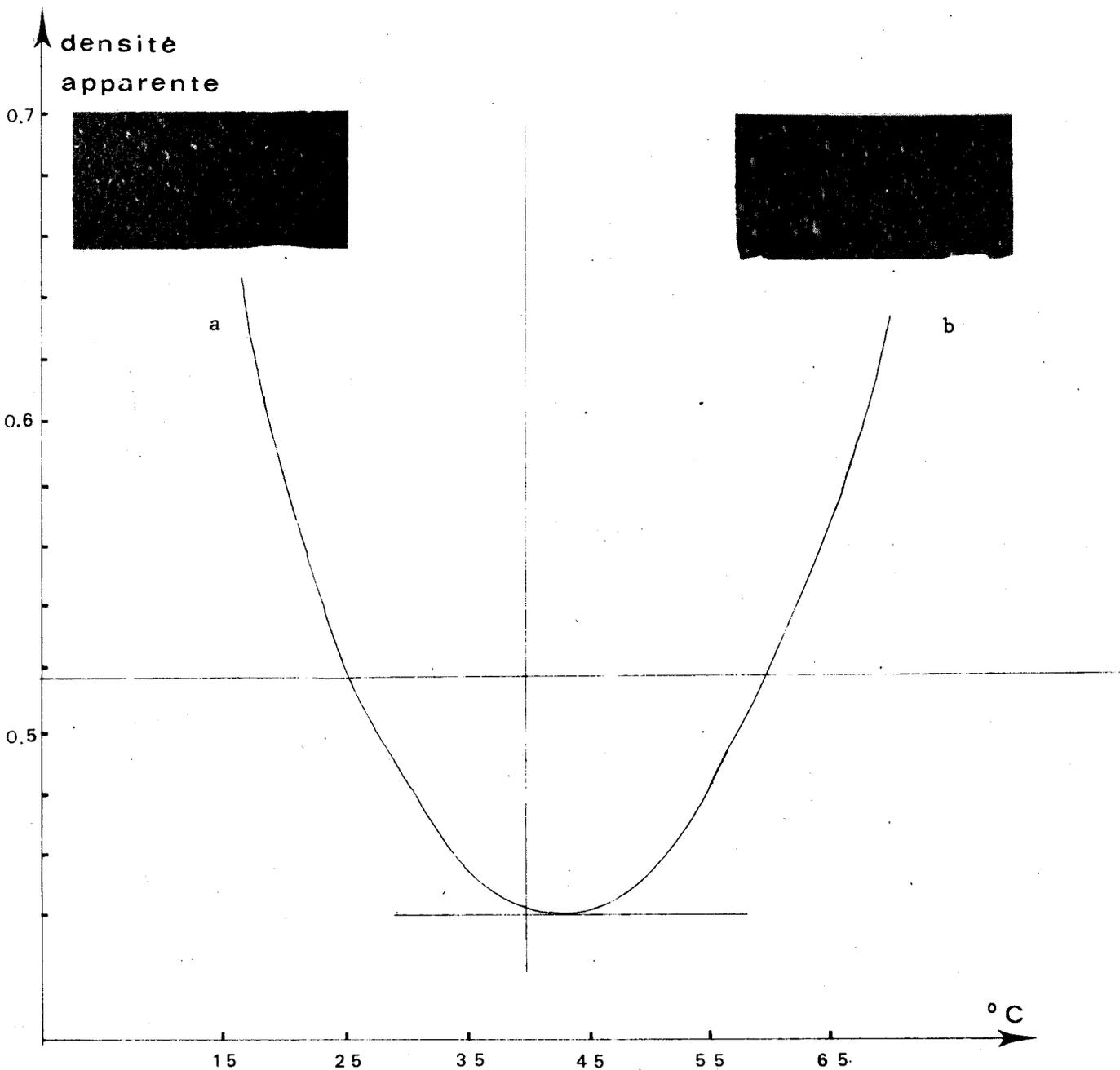
$$y = 0,000257 x^2 - 0,00137 x - 0,07485$$

Les racines sont :  $x' = 19,97$  ;  $x'' = - 14,59$ .

La dérivée s'annule pour  $x = 2,66$ .



Variation de la densité en  
fonction de la température  
de coulee



- fig. 40 -



La densité la plus faible obtenue en ne faisant varier que la température de coulée des mortiers est :

$$\theta = \bar{X} + 2,66 = 40 + 2,66 \approx 43^{\circ}\text{C}.$$

La grande différence de densité pour des écarts de température de part et d'autre de cette valeur peut être expliquée par l'observation des coupes d'échantillons.

Pour une température de coulée de l'ordre de  $18^{\circ}\text{C}$ , les bulles sont de petites tailles (fig. 40, ph. a).

Pour des températures de  $65^{\circ}\text{C}$ , les cellules sont sphériques. Quelques unes sont de grande dimension (fig. 40, ph. b), mais la plupart ont un faible diamètre.

Dans le premier cas, la température trop faible n'a pas permis le développement des alvéoles en dilatant les gaz produits. Le poids de la colonne de béton étant supérieur à la pression exercée par l'hydrogène, les cellules sont aplaties selon une direction perpendiculaire à cette contrainte.

Inversement, pour des températures supérieures à  $60^{\circ}\text{C}$ , la dilatation du gaz est importante, la poussée d'Archimède exercée sur des cellules de grande taille est très supérieure à la pression de la colonne de mortier : les alvéoles d'hydrogène montent très rapidement à la surface et viennent y éclore. Seules quelques cellules résiduelles restent emprisonnées dans la pâte.

### 3) Influence de l'étuvage

L'étuvage consiste à maintenir le béton lors de la prise dans une atmosphère saturée en vapeur d'eau à des températures fixes. Pour éviter la dessiccation du mortier, la pression régnant à l'intérieur de l'enceinte est constante ; elle est égale à la pression atmosphérique.

La durée du traitement thermique d'un béton courant varie de 2 à 10 heures, avec parfois un traitement de pré-prise de 1 à 4 heures pour éviter les chocs thermiques.

Le risque le plus important est cependant le dessèchement des pièces étuvées dû à la non-saturation en vapeur d'eau du local.

La dessiccation est d'autant plus à craindre que la température soit élevée, que l'humidité relative ne soit pas à 100 % ou que le béton soit poreux.

En ce qui concerne nos bétons cellulaires réalisés dans de telles conditions, il semble que la température d'étuvage, offrant le plus d'avantages quant à la rapidité de la prise et à la diminution des chocs thermiques, soit de 45°C pour un gâchage à 40°C. Ces températures évitent la dessiccation du mortier contenant le CPAC, particulièrement sensible aux variations hygroscopiques.

#### 4) Conclusion

Les soins apportés à la confection du mortier et lors de sa coulée déterminent une grande part des qualités des bétons cellulaires.

La qualité recherchée pour ce type de matériau est une faible conductivité thermique. Elle est obtenue en diminuant fortement la masse volumique.

Pour des bétons dont la densité varie entre 0,4 et 0,8, la seule méthode efficace consiste à provoquer un dégagement d'hydrogène à l'intérieur de la pâte.

Cette phase gazeuse est particulièrement sensible aux variations de la teneur en eau et de la température de mise en oeuvre.

La plasticité de la pâte obtenue lors du gâchage doit être suffisante pour permettre le développement des cellules mais également en interdire la coalescence. La poussée d'Archimède, exercée sur des sphères de très faible densité et de diamètre important, est alors supérieure aux contraintes que peut absorber le mortier sans se briser, dans le cas d'un défaut d'élasticité.

Dans le cas d'une pâte trop fluide, les composants de densité différente ont tendance à se stratifier. Les éléments les plus légers, en l'occurrence les bulles de gaz, remontent ; une partie éclôt à la surface.

Ce phénomène est également constaté lorsque les températures de coulée ou d'étuvage sont trop élevées. Celles-ci accélèrent en effet la production d'hydrogène et par la dilatation de ce gaz, elles favorisent l'expansion des cellules.

En fait, tous ces paramètres sont interdépendants, c'est la détermination de leur influence qui autorise la réalisation d'un béton cellulaire de faible densité mais de résistance à la compression suffisante.

Il s'avère que les meilleurs rendements soient obtenus pour des mortiers composés de 30 % de chaux, 70 % de loess auxquels on peut ajouter du ciment portland pour assurer la manutention avant l'autoclavage.

Une teneur en eau à une température de 40°C représentant 72 % de la masse des produits secs semble la mieux appropriée. Un étuvage à 45°C assure une prise relativement rapide du mortier.

L'autre propriété qui est intimement liée à la densité est la résistance à la compression simple. Elle est avant tout tributaire de la composition du mélange.

Les proportions relatives au poids de 30 % de chaux et 70 % de loess (à condition que l'homogénéité de l'ensemble assure une relative proximité des réactifs) assurent les conditions les plus favorables à la synthèse des silicates de calcium hydratés.

Un excès d'hydroxyde de calcium inhibe la réaction. Cette chaux hydratée jointe à un déficit du composé silico-calcaire rend les bétons plus fragiles, tout au moins tant que celle-ci n'est pas carbonatée. (On admet en général que cette carbonatation est complète après 6 mois).

C'est le traitement hydrothermal qui confère au mortier induré l'augmentation très importante des résistances à la compression simple.

Ce gain est dû à la synthèse de divers silicates de calcium hydratés.

#### IV. DURCISSEMENT DU BETON

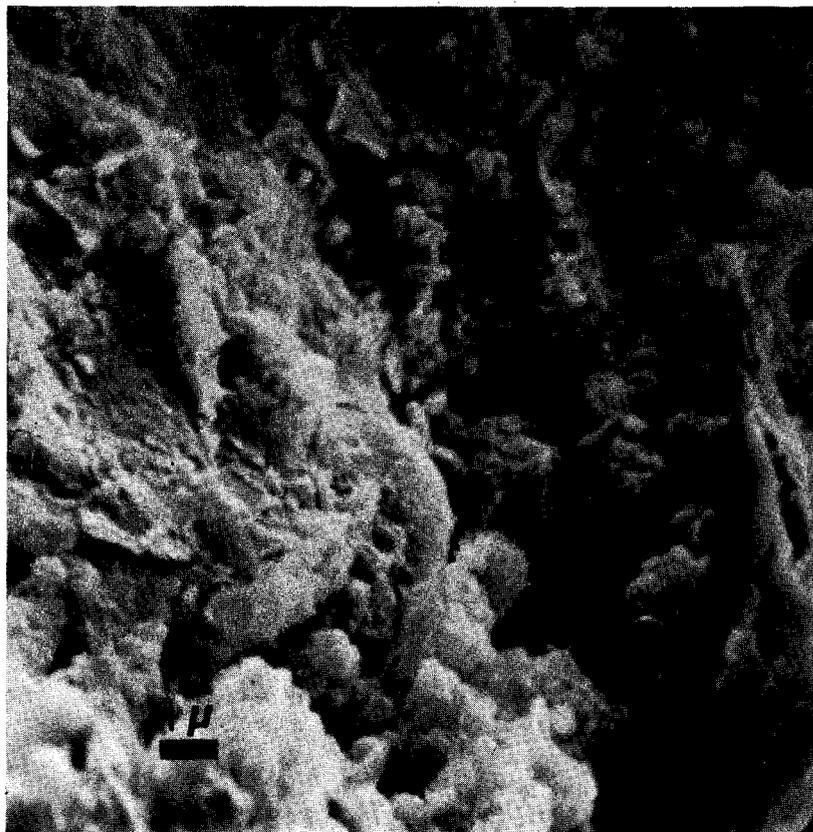
##### 1) Morphologie révélée par la microscopie électronique à balayage

###### a) Béton cellulaire avant l'autoclavage

Un mortier de chaux et de loess est gâché à l'eau ; une fraction du béton induré non autoclavé est fixée sur le porte échantillon.

Un grossissement moyen pour ce type d'appareil permet d'observer l'agencement des différents constituants.

La mise au point a été faite dans une infractuosité au grandissement 7 500. (ph. 11)



ph. 11

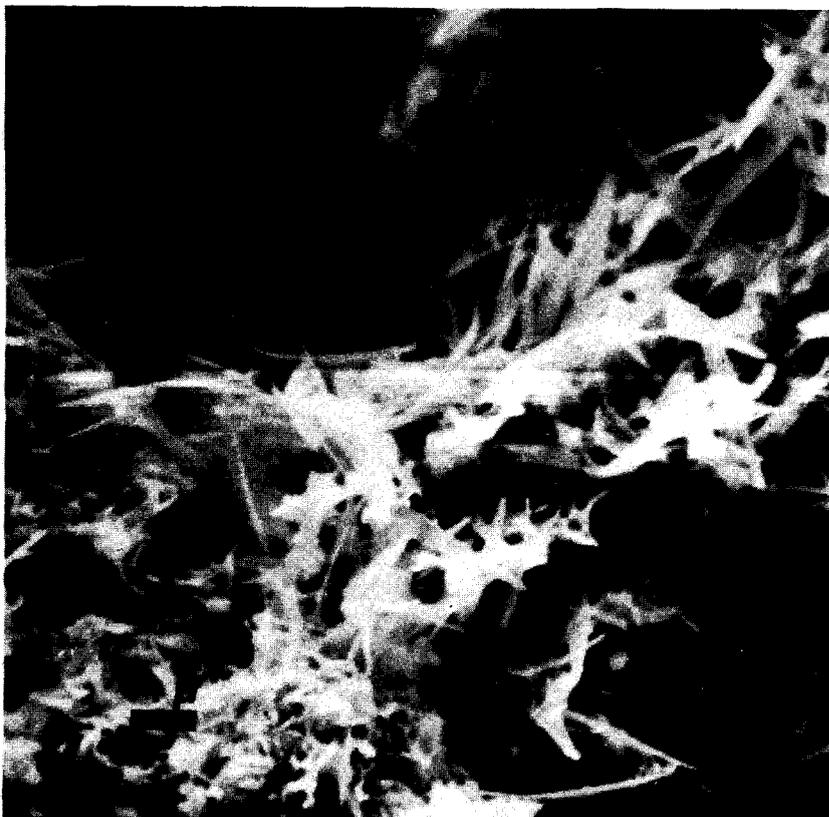
Les particules grossières sont "emballées" dans une pâte relativement homogène. Celle-ci est constituée de la chaux amalgamée aux fines. Elle forme une pellicule aux reliefs émoussés.

Les éléments grossiers sont simplement enchassés dans cette matrice.

#### b) Béton cellulaire autoclavé

Après le traitement de 10 heures à 180°C et après un séchage à l'air, une fraction du béton est montée sur le porte échantillon du microscope électronique.

La mise au point au même grandissement que précédemment est faite également dans une infractuosit. (ph. 12)



ph. 12

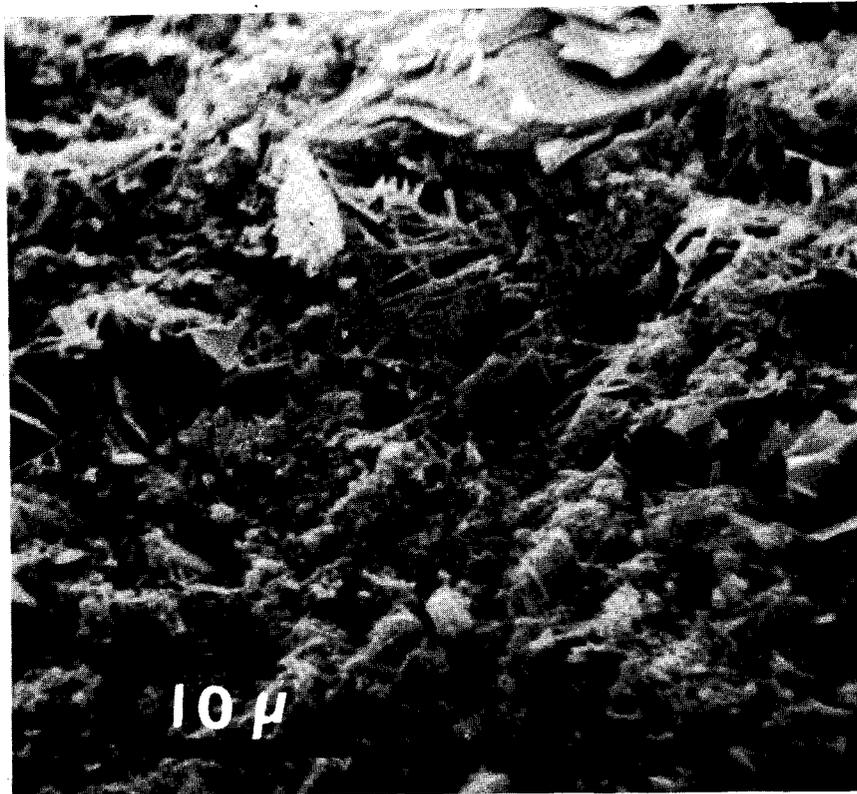
Le traitement hydrothermal a profondément modifié la structure du mortier. (p. 1)

La pellicule mamelonnée a fait place à un réseau extrêmement ténu de fines lamelles. Les bords de la fracture ont disparu recouverts et reliés par les aiguilles.

Les vides plus ou moins importants créés par cette nouvelle organisation semblable à une dentelle, sont responsables pour une grande part de la faible densité des bétons ne contenant pas de poudre d'aluminium, la microporosité liée à ce type de cristallisation étant relativement importante. Il faut rappeler que la densité des composants varie entre 2 et 3 et que, même comprimé avant l'autoclavage à 300 bars, le produit final possède une masse volumique apparente très inférieure à 2, la quantité d'eau de gâchage ne dépassant pas 10 %.

c) Les structures du béton autoclavé révélées par le grandissement 3 000

Après avoir observé le composé silico-calcaire responsable de la très importante augmentation de résistance et de l'abaissement de densité, un grandissement plus faible nous permet de connaître les modes de liaison des particules grossières par l'intermédiaire du silicate de calcium hydraté. (ph. 13)



ph. 13

La pâte mamelonnée qui enrobait les grains de quartz a disparu même à cette échelle. Toutes les fissures sont masquées par de fines aiguilles. La trame ainsi formée relie les grains entre eux et les assujettit de cette manière.

De même, elles passent sans discontinuité à une pellicule recouvrant toutes les surfaces. Celle-ci est cependant d'une structure différente de la matrice observée avant l'autoclavage. Cette nouvelle phase possède des reliefs plus prononcés, la gangue est discontinue, apparemment très poreuse, creusée de vallées, de rides et de profonds sillons. On peut estimer à premier abord qu'il s'agit également d'un produit de la réaction silico-calcaire dont les cristaux sont moins bien exprimés.

Des cristaux de quartz caractérisés par leur cassure en marche d'escalier sont visibles ici et là. Ce minéral n'est donc pas entièrement détruit lors de la réaction ainsi que l'avait montré les analyses par la diffraction X et les méthodes thermiques.

Les faces sont cependant modifiées, les fleurs de silice dues à un dépôt de matériau amorphe dans le loess utilisé et qui empâtaient les reliefs des grains de quartz ont disparu. Les particules sous jacentes ont retrouvé leur aspect de formation éolienne en présentant de nouveau des angles vifs et des traces de choc.

## 2) Identification des phases

### a) Analyse thermique différentielle

Les variations d'énergie détectées par l'analyse thermique différentielle apportent des informations très utiles sur la nature du composé silico-calcaire.

Cette méthode nous fournit des renseignements d'ordre quantitatif ; elle est très sensible aux variations de cristallinité d'un même minéral.

La comparaison de deux enregistrements pour une même quantité de matière avant et après l'autoclavage d'un mélange originel contenant 33 % d'hydroxyde de calcium et 67 % de loess se révèle particulièrement intéressant en montrant les transformations qu'a subi le mortier.

La modification la plus importante entre ces deux échantillons est la disparition quasi totale du pic de la chaux vers 500°C (fig.41).

Il en est de même du décrochement endothermique à 100°C qui caractérisait le départ d'eau des feuillets de certains phyllosilicates.

Ceux-ci, ainsi que la chaux, ont donc disparu lors du traitement hydrothermal. La courbe a également subi des modifications dans son allure générale, la dérive exothermique très importante pour l'échantillon non autoclavé a été compensée par une absorption de calories entre 100 et 500°C sans qu'aucun pic bien défini n'apparaisse.

La déviation la plus nette montrant l'apparition d'une nouvelle phase se situe à une température supérieure à 820°C ; ce décrochement exothermique fait suite au pic endothermique dû à la dissociation de la calcite.

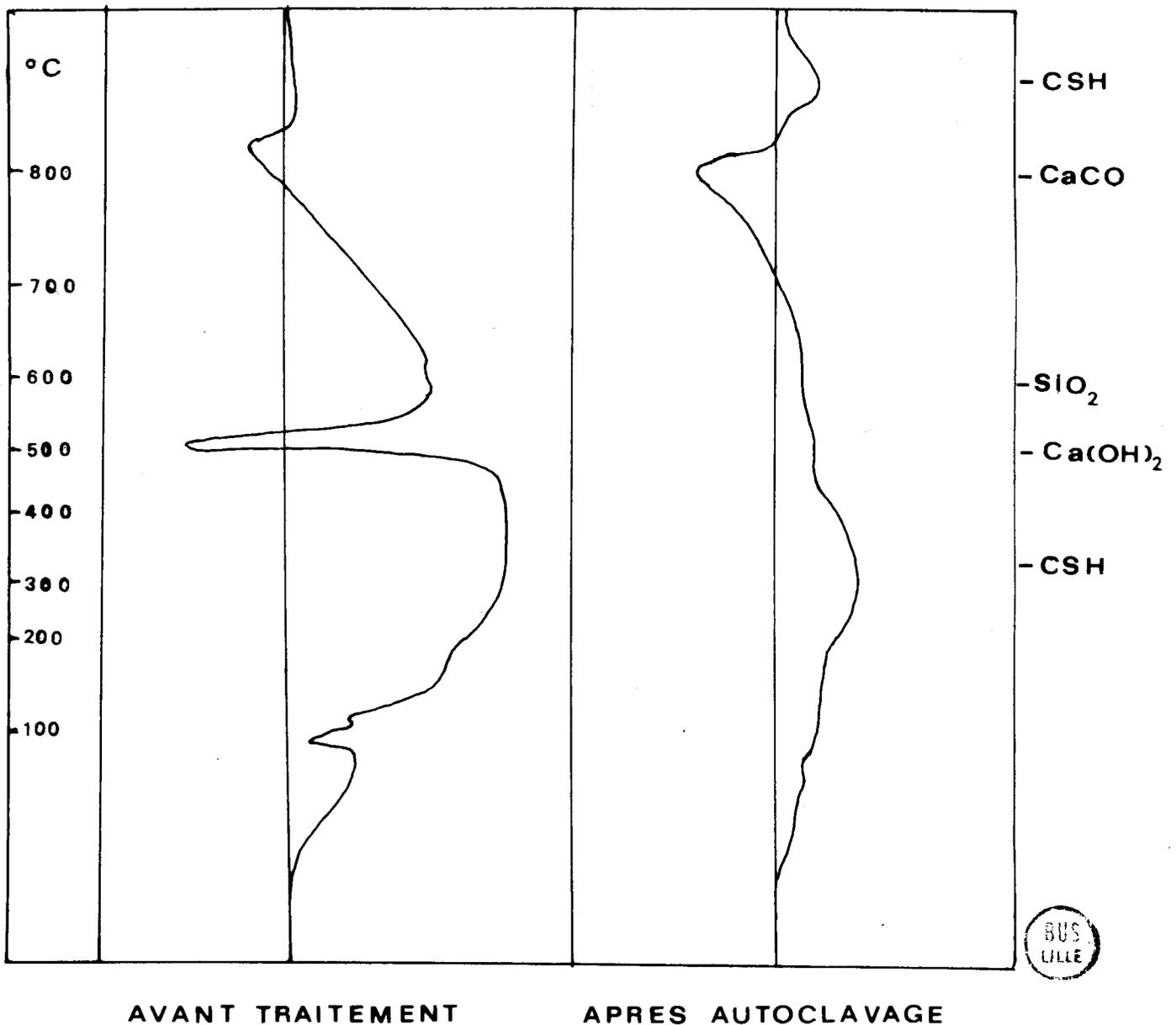
Si la forme de celui-ci est fortement modifié, son aire reste pratiquement inchangée, ce qui montre la constance de ce minéral malgré le traitement à l'autoclave.

De même, le pic du quartz n'a subi qu'une faible variation de surface.

Les travaux de Mackenzie (1970) ont montré que la forme très évasée de la sigmoïde apparaissant entre 820 et 850°C était due à la transformation en wollastonite ( $\text{Ca}_3 [\text{Si}_3\text{O}_9]$ ) d'un silicate de calcium hydraté nommé CSH(1) par Taylor. Le pic plus aigu qui peut se trouver dans cette zone ainsi que la compensation de la dérive exothermique est l'indice de la présence d'une tobermorite: Ce minéral est la forme la mieux cristallisée du CSH (1).

Il semble que ces deux phases soient apparues lors de l'autoclavage au dépens de l'hydroxyde de calcium, des argiles et d'une partie du quartz.

### ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE



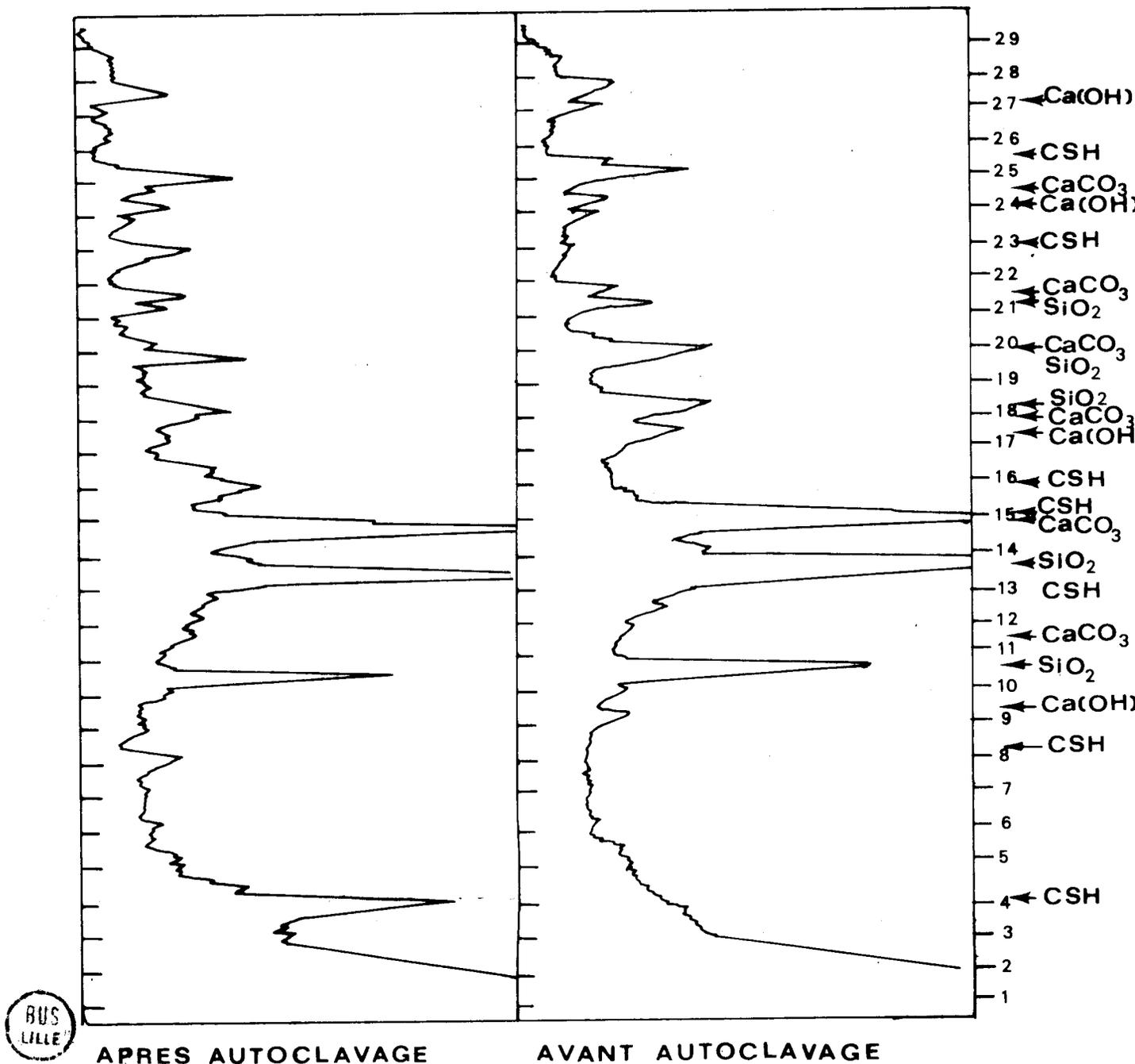
La diffractométrie X apporte des précisions supplémentaires sur ces minéraux néoformés.

b) Diffraction X

Des fractions des deux échantillons avant et après l'autoclavage ont été déposés sur des lames de verre.

Chacune d'elles a été analysé par la diffraction X en employant une anticathode de cuivre.

$l = 5$        $s = 10^2 \text{ cps/s}$



- fig. 42 -

Les diffractogrammes du mortier et du béton présentent une certaine analogie : de nombreux pics sont communs. Certains ont gardé la même intensité : leur indexation révèle qu'il s'agit des raies de la calcite (fig. 42).

Celles du quartz, bien que d'intensité plus faible après l'autoclavage, demeurent facilement identifiables.

La chaux dont les pics étaient présents sur le diffractogramme du mortier a totalement disparu, les quelques raies qui pourraient encore révéler sa présence ne peuvent être différenciées du fond continu. Il en est de même en ce qui concerne les distances interréticulaires des quelques minéraux phylliteux qui pouvaient être difficilement identifiées sur le diffractogramme du mortier.

De nouveaux pics sont apparus, quoique peu nombreux, leur indexation est possible. Les distances interréticulaires calculées sont très proches de celles d'un silicate de calcium hydraté : la tobermorite (fig. 28, p. 119).

Ce minéral très rare dans la nature (il a été reconnu dans quatre à cinq gisements dans le monde, très souvent associé à des zéolites) est l'un des plus fréquents dans les produits d'hydratation des ciments Portland. Un seul auteur pense l'avoir reconnu sous cette forme bien cristallisée, en général les minéraux observés et étudiés dans ces matériaux sont cryptocristallins, et c'est uniquement par analogie qu'on les a assimilés à la tobermorite. Seules quelques raies caractéristiques de ce minéral apparaissent sur les diffractogrammes.

Ce modèle est étudié ultérieurement.

Les raies qui apparaissent sur le diagramme de diffraction de notre béton correspondent aux erreurs de mesure près, à celles de la variété de tobermorite synthétisée par Takahashi (1967) qui a servi de référence aux fiches A. S. T. M. (voir annexe IV)

L'intensité des pics n'est cependant pas toujours respectée. D'autre part, la distance interréticulaire calculée pour le premier pic est légèrement différente, de l'ordre de 11,5 Å au lieu de 11,3 Å.

Cependant, si on tient compte du pouvoir de résolution de l'appareil, qui ne permet pas de séparer deux pics relativement proches, le pic observé peut être considéré comme résultant de la combinaison de deux autres : ceux correspondant aux distances interréticulaires de 11,3 et 11,8 Å. Cette dernière appartient à une tobermorite alumineuse également synthétisée par Takahashi (1967) et les travaux de Diamond (1963) ont montré que des remplacements du silicium par de l'aluminium au coeur des tétraèdres pouvaient

se produire lors de l'autoclavage d'un mélange de silicate d'alumine et d'hydroxyde de calcium (quelle que soit la nature des argiles utilisées pour fournir cette alumine au mortier).

Le minéral résultant de cette substitution présente encore les caractères de la tobermorite. Seuls quelques désordres apparaissant le long de l'axe c permettent de les différencier : la distance interéticulaire augmente légèrement.

Selon les auteurs, pour des teneurs en aluminium supérieures à 10 ou 15 %, tous les sites dans lesquels pouvait se substituer l'aluminium sont occupés : un nouveau composé silico-calcaire est synthétisé : l'hydrogrossulaire.

Diamond (1963) a mis en évidence la coexistence de ces silicates de calcium en chauffant à une température de 1 000°C pendant plusieurs heures un échantillon réalisé en autoclavant un mélange de chaux et d'argiles.

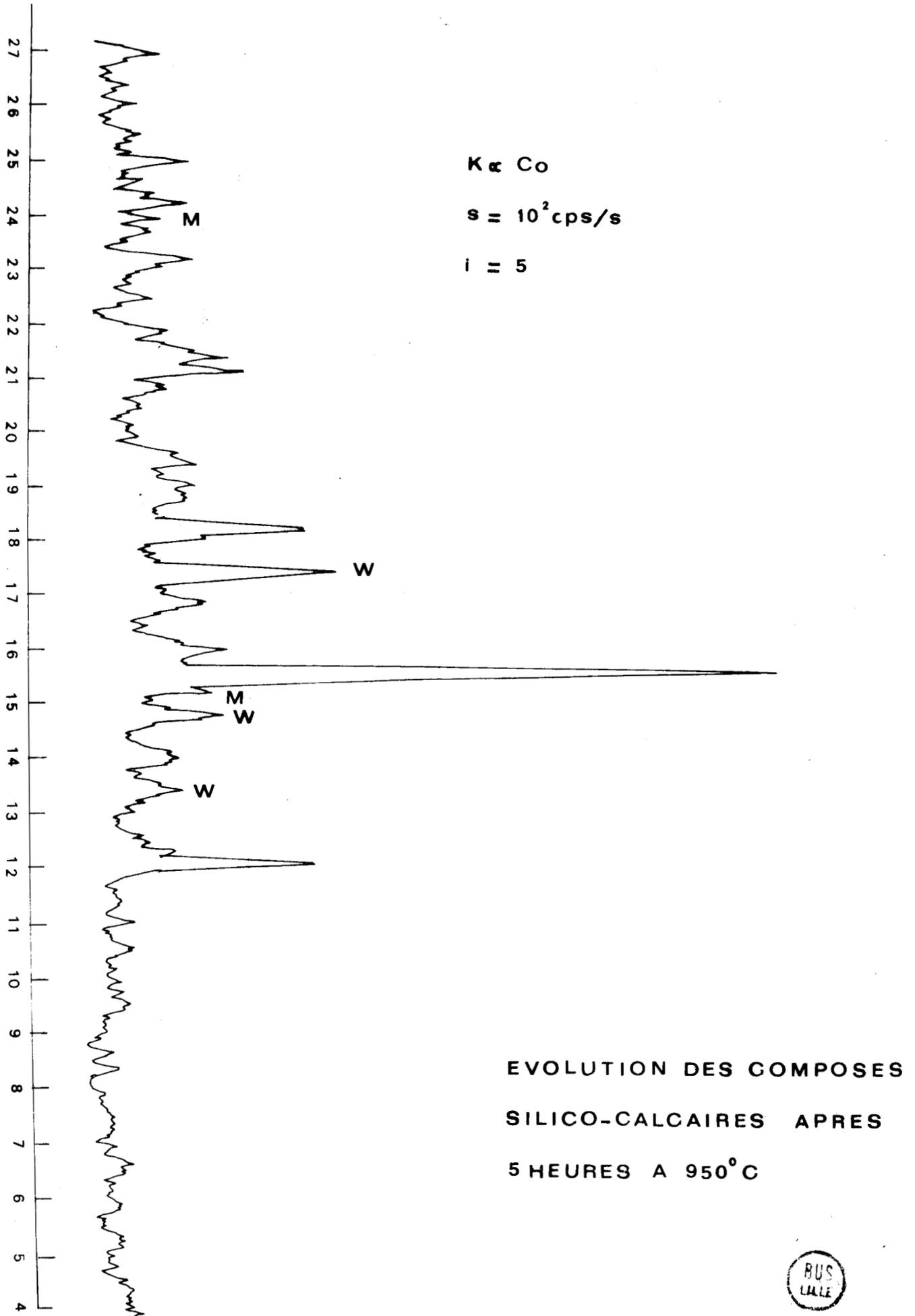
Leur destruction conduit à la formation de deux minéraux distincts. Pour la tobermorite "pure", la dissociation se traduit par la séparation des chaînes  $\text{Si}_3\text{O}_9$ , des feuilletts de calcium, les raies de la wollastonite apparaissent alors nettement sur les diffractogrammes.

La tobermorite alumineuse a un comportement différent, les modifications de structure engendrées par la cuisson se traduisent par l'apparition de la mullite.

Le loess employé pour la confection du béton contient une proportion non négligeable d'argiles riches en oxyde d'alumine (11 % selon l'analyse chimique). Les diffractogrammes n'ont jamais montré clairement l'existence du grenat qu'est l'hydrogrossulaire, ce qui est conforme aux résultats de Diamond, la présence des deux types de tobermorite n'a pu qu'être soupçonnée, le pouvoir de résolution de l'appareil ne permettant pas de mise en évidence des deux pics.

Cependant, en chauffant un échantillon de béton pendant 7 heures à 1 000°C et en analysant le produit de cuisson, les pics de la wollastonite et de la mullite sont apparus (fig. 43).

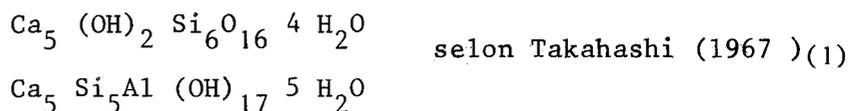
Il est donc probable que ces deux minéraux se soient formés lors de l'autoclavage.



- fig. 43 -

La diffraction X est une méthode essentiellement qualitative, elle renseigne moins sur la quantité d'un minéral que sur son état de cristallisation.

L'analyse de notre béton a mis en évidence l'existence de deux tobermorites bien cristallisées de composition :



D'autres phases moins bien cristallisées peuvent être quantitativement plus importantes et n'être pas révélées par cette méthode.

L'étude des phases hydratées des ciments Portland artificiels par Taylor (1950) les a classées en trois catégories principales :

- le CSH (gel) dans lequel il n'y a qu'un début d'organisation d'un gel (quelques tétraèdres réunis donnant un début de chaînes) ;

- dès que l'organisation est suffisante pour donner quelques pics sur les diffractogrammes, le silicate de calcium hydraté est appelé CSH (1) ;

- la tobermorite est la mieux cristallisée, c'est la phase ultime de la cristallisation. Elle n'est que très rarement observée dans les préparations des produits d'hydratation de la alite et de la bélite qui sont les deux composants fondamentaux des C. P. A. Seuls la synthèse par voie hydrothermale ou les rares cristaux naturels ont permis d'obtenir des échantillons dont l'analyse a pu préciser les paramètres exacts. (Il faut cependant ajouter que si le degré de cristallinité est un facteur primordial pour séparer les différentes phases, d'autres peuvent intervenir et avoir plus ou moins d'importance selon les auteurs : il peut s'agir par exemple de la teneur en eau de structure).

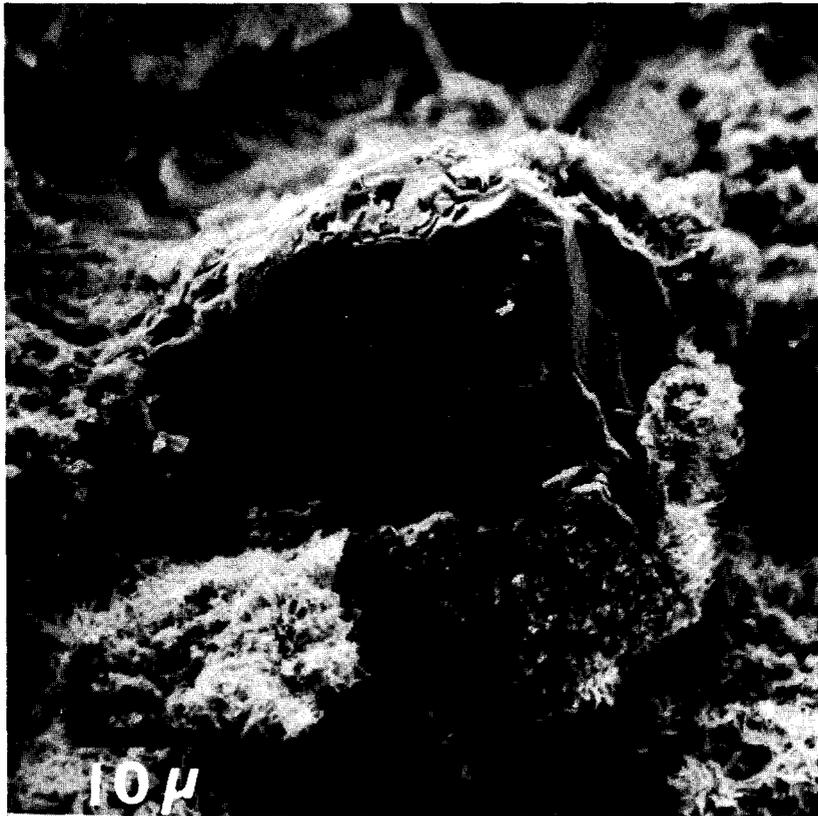
Dans nos bétons, la tobermorite est synthétisée, les autres silicates de calcium présentant quelques unes de ces raies caractéristiques d'intensité plus faible ne pourront être distingués sur les diffractogrammes, leurs pics étant confondus avec ceux de la phase la mieux cristallisée. Cela peut également se traduire par le renforcement des raies correspondant aux réflexions basales qui existent le plus souvent pour les trois phases.

C'est ce qui semble se passer pour nos échantillons autoclavés où la raie (002) a l'intensité notée 100 alors que le plan (220) a une intensité de 40. Pour un cristal de tobermorite, ces intensités sont respectivement 80 et 100.

L'analyse thermique différentielle a montré que le CSH (I) était le composant le plus abondant, la microscopie électronique par transmission et par balayage apporte des compléments sur la morphologie des divers silicates de calcium hydratés.

c) Informations fournies par la microscopie électronique à balayage

L'impression de vision tridimensionnelle que donne cette méthode ainsi que le mode de présentation de l'échantillon permet de distinguer au grossissement 1 500 deux phases de cristallisation différentes.



ph. 14

A la périphérie des grains de quartz, notamment à la partie supérieure, on voit (ph. 14) une pellicule uniforme intimement plaquée sur la surface de la particule.

A partir de cette enveloppe que l'on peut considérer comme une base se développent, notamment dans les infractuosités visibles au bas du cliché, des touffes extrêmement ramifiées. Elles sont composées de filaments enchevêtrés prenant naissance sur cette enveloppe, elles constituent des amas de

cristaux bien exprimés. Il s'agit vraisemblablement des plaquettes de tobermorite.

Les pores entre les particules étant suffisamment importants, la croissance des minéraux n'a en aucune façon été contrariée. L'organisation cristalline a pu s'y développer et atteindre ~~des formes automorphes~~

Le revêtement couvrant le grain de quartz serait alors composé de CSH (1) cryptocristallin à partir duquel naîtraient les lamelles de tobermorite.

Il semble que ce soit lui qui assure la liaison entre les particules de quartz en les englobant dans une gangue.

d) Informations fournies par la microscopie par transmission

La diffraction électronique possible avec ce type d'appareil autorise, à l'inverse de la diffraction X, une analyse ponctuelle des minéraux de petite taille.

Une fraction du béton cellulaire autoclavé est broyée sous l'eau. Ce mode de préparation permet d'obtenir la séparation des cristaux en les désolidarisant de leur substrat et de détacher une partie de la pellicule de CSH (1) des grains de quartz.

La grille porte-échantillon est chargée de cette suspension par nébulisation. Les particules aplaties sédimentent sur celle-ci de la même manière que les particules argileuses, perpendiculairement au faisceau incident.

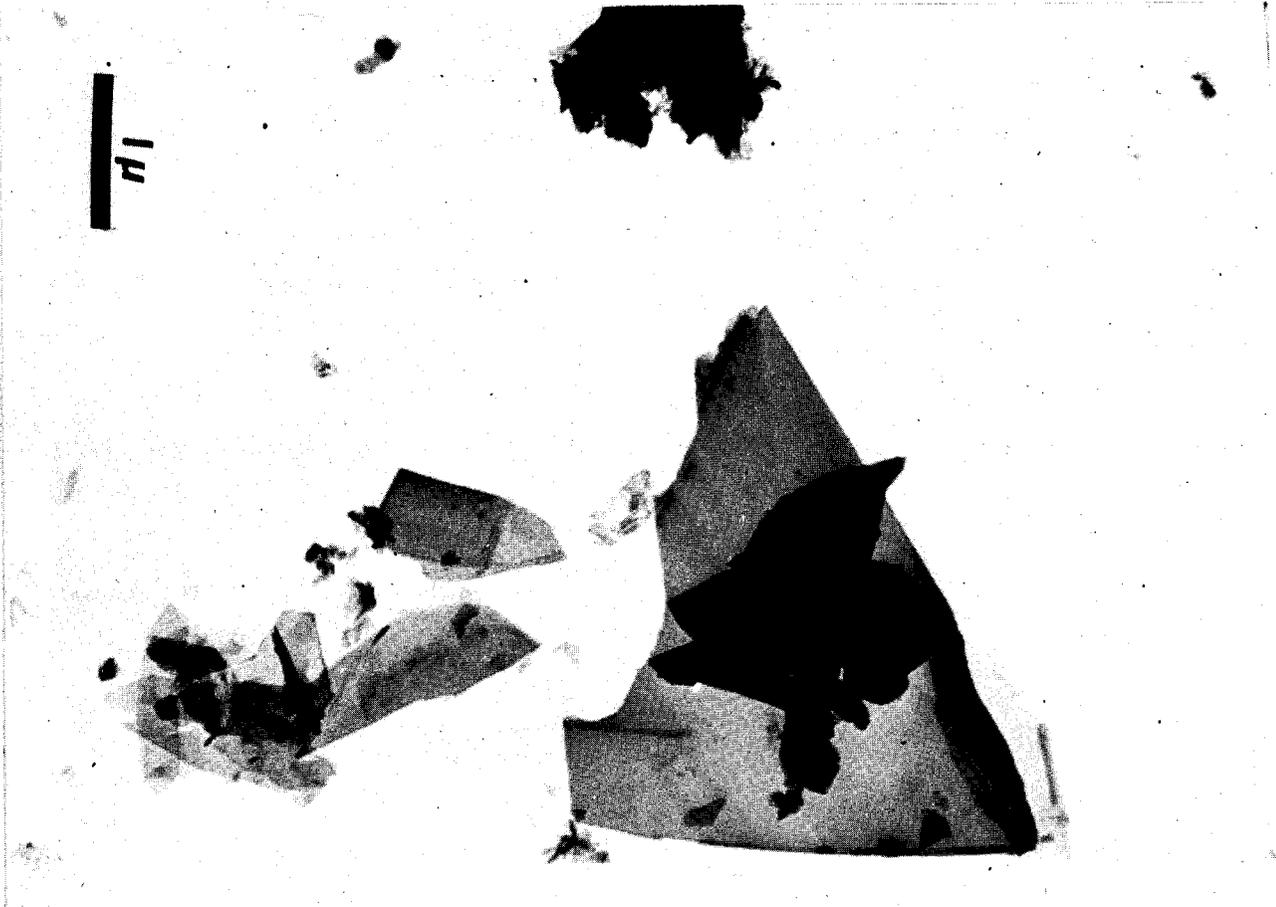
Au grandissement 20 000, apparaît la structure tout à fait particulière des composés silico-calcaires (ph. 15).

Les fragments de cristaux sont de grande taille, ils sont plats et surtout très fins. Cette faible épaisseur est accentuée par la vision très nette des contours des plaquettes sous jacentes.

On estime l'épaisseur de chacune d'entre elles à quelques centaines d'Angstroms.

Les lamelles ne sont pas cependant uniformes, elles sont parcourues par des stries très fines et très serrées, parallèles à l'allongement.

Sur le cliché, on observe également des amas de particules de dimensions réduites agglomérées et recroquevillées ; sur certains clichés, ces amas semblent enrober des éléments plus grossiers.



ph. 15

Les diagrammes de diffraction électronique effectués sur les grandes lamelles accentuent ces stries.

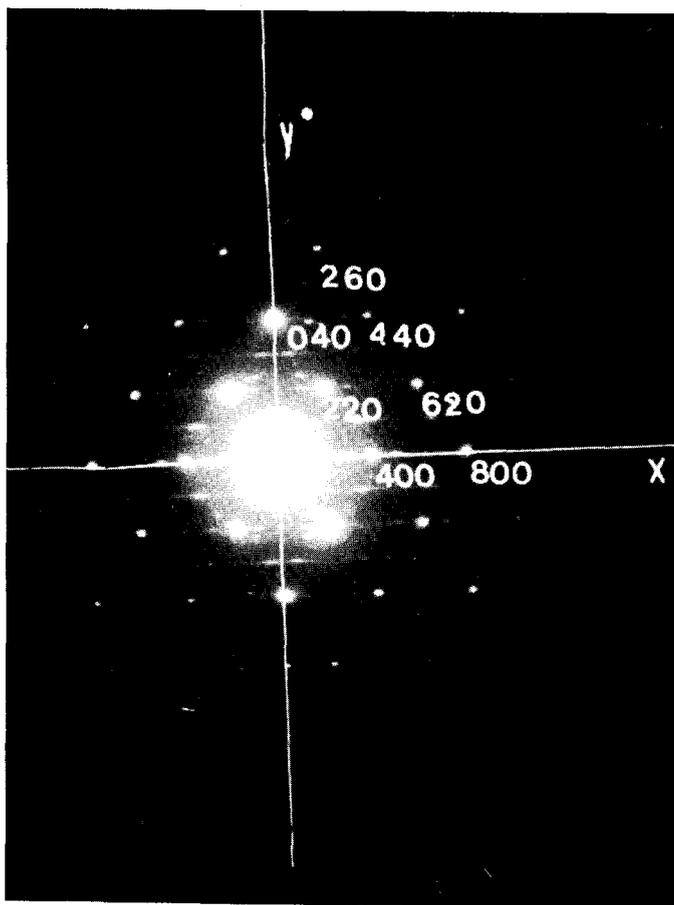
Eberhart (1976) assimile ce type de diagramme à celui fourni par l'accolement de lamelles ; il peut également s'agir de la représentation de crête ou de sillons parcourant la surface d'un individu monocristallin.

Le calcul montre que l'équidistance de ces lignes est de 7,3 Å, ce qui correspond exactement au paramètre  $b$  de la tobermorite. Il pourrait donc s'agir de la trace des chaînes du type wollastonite ( $\text{Si}_3\text{O}_9$ ) qui composent la trame de cet inosilicate (d'après Megaw et Kelsey, 1956).

Connaissant ainsi  $b$ , on a pu reporter sur le cliché les axes cristallographiques réciproques et indexer les taches (ph. 16).

Seules les taches  $(hk0)$  apparaissent lorsque les feuillets sont perpendiculaires au faisceau incident.

Puisque la tobermorite appartient au groupe  $222_1$  (Kubo, 1967), seules les taches ( $h + k = 2n$ ) sont présentes.



ph. 16

L'indexation obtenue permet de calculer les distances interréticulaires. Leur détermination prouve que le minéral étudié est bien la tobermorite.

Cependant, seules quelques particules présentent ce type de diffractogrammes où l'étalement de certaines taches forme des strates, les autres ne présentent qu'un aspect ponctuel. Les distances interréticulaires sont pourtant toujours celles de la tobermorite.

Une étude systématique des fines particules et de leurs diffractogrammes montre une évolution cristalline en fonction du vieillissement du béton. Pour des échantillons fraîchement autoclavés, les diffractogrammes présentant des strates sont peu nombreux. D'autre part, les lamelles ayant toujours la même morphologie au microscope électronique, de nombreux diagrammes offrent l'aspect de "Debye et Scherrer" : ils sont constitués de

cercles concentriques.

En superposant les deux types de diffractogrammes, on constate que toutes les taches de diffraction appartiennent aux anneaux. Il s'agit donc de minéraux ayant les mêmes raies caractéristiques dont l'un est monocristallin et l'autre composé de nombreux microcristaux coplanaires.

Ce type de diffractogramme devient de plus en plus rare au cours du vieillissement. Après quelques mois, il ne subsiste plus que les diagrammes de points dont beaucoup présentent des strates.

Les phénomènes de cristallisation ne se terminent donc pas avec l'autoclavage, l'évolution vers des stades mieux cristallisés se poursuit encore durant quelques temps.

Les particules apparemment semblables aux autres sont polycristallines, il peut s'agir de la forme métastable identifiée par Assarson (1958). Selon cet auteur, elle subit une évolution vers la forme B.

Les clichés photographiques pris au microscope électronique par transmission ne montrent qu'un seul type de particules très grandes et très fines. On ne retrouve pas la distinction observée sur les clichés en microscopie par balayage où coexistaient les minéraux fibreux et la pellicule de CSH (1).

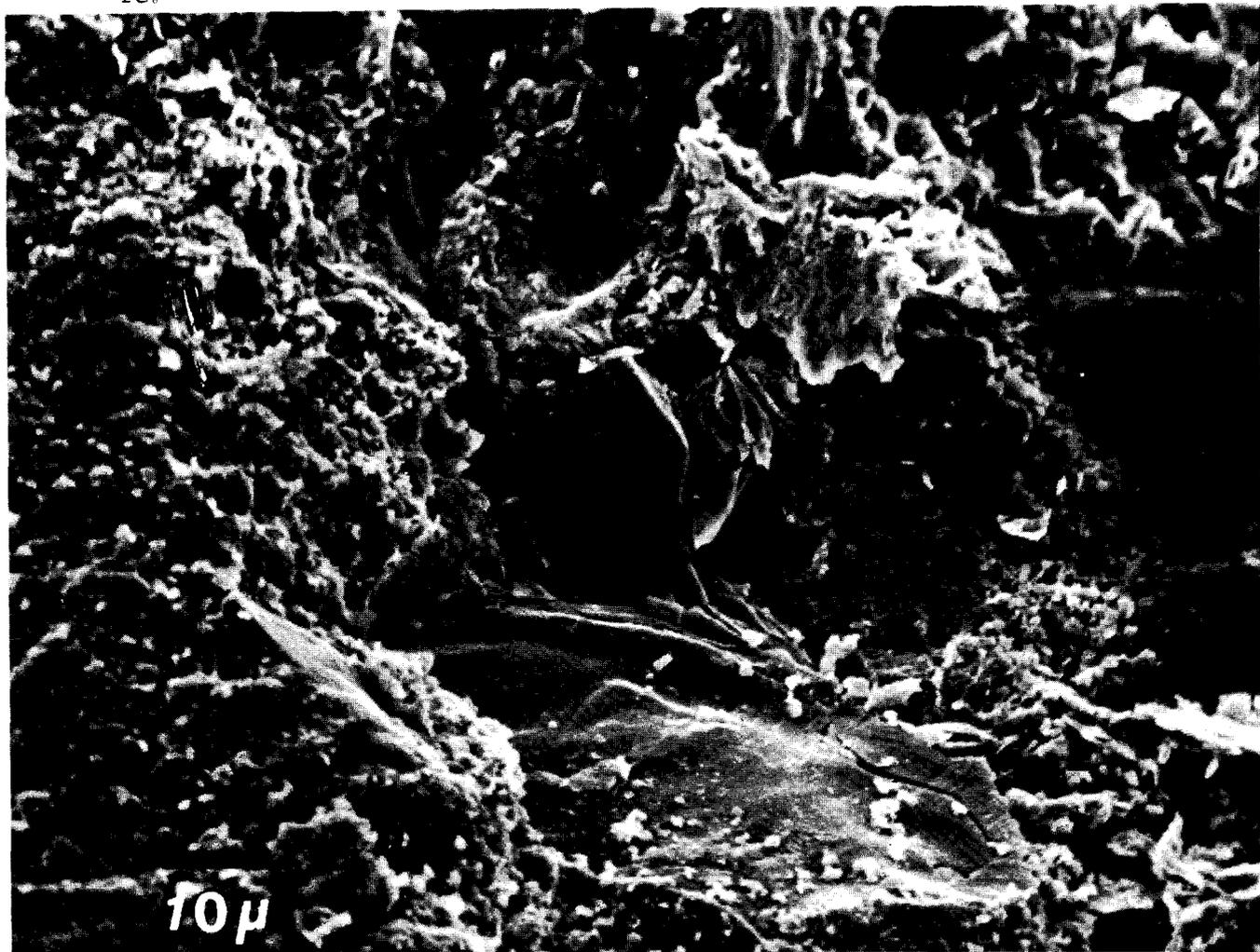
Celle-ci, désorganisée lors du broyage de l'échantillon, fournit certainement les éléments dont les diagrammes sont les "Debye et Scherrer". Il s'agit enfin de cryptocristaux déposés à la surface des grains de quartz sous forme de feutrage. Comme il s'agit de très fines lamelles, elles sont disposées parallèlement entre elles, ce qui leur confère une morphologie comparable aux cristaux bien exprimés de tobermorite. Leur évolution vers la phase stable se fait par un accollement de ces lamelles selon la direction b et la coalescence de celles-ci.

e) Comparaison avec les minéraux néoformés dans le béton comprimé autoclavé

La photographie n° 13 représentée précédemment montre des grains de quartz cimentés dans une gangue intimement appliquée sur leurs surfaces. Dans les fractures permettant la croissance de minéraux, des cristaux de tobermorite se sont développés à partir de cette pellicule.

Lorsque ces espaces libres sont fortement diminués, ce qui est le cas du béton confectionné à la presse par Pollet et autoclavé par la suite, l'analyse thermique différentielle ne révèle la présence que du CSH (1).

Des clichés photographiques pris au microscope électronique à balayage (ph. 17) montrent l'aspect que prend alors le composé silico-calcaire.



ph. 17

La texture mise en évidence par ce grandissement 1 500 est comparable à celle de la photographie n° 14. Les grains de quartz sont en partie recouverts par une pellicule silico-calcaire. Elle affecte la forme d'écailles ou de coulée superposées enveloppant les particules grossières.

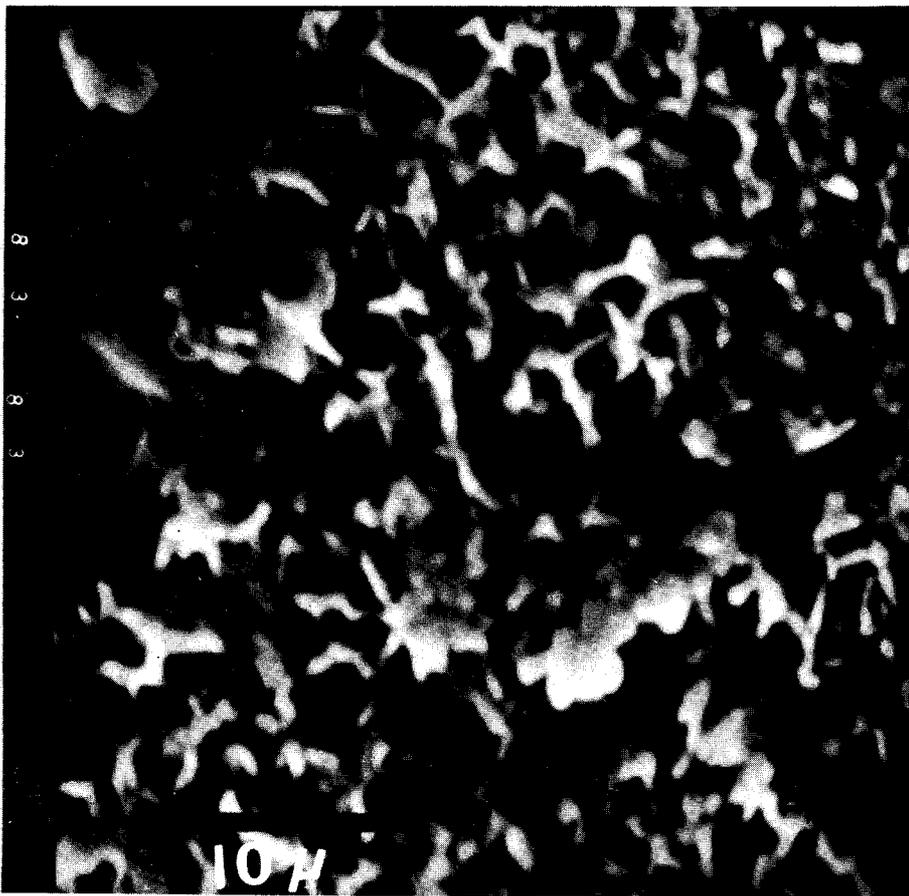
Au premier plan, les détails de cette matrice sont plus visibles, elle n'est pas homogène mais formée de la coalescence de granules, entre eux, subsistent des pores de petite taille.

Ce revêtement présente une morphologie analogue à celle apparaissant lors de l'autoclavage de notre béton.

Cependant, les cristaux fibreux bien exprimés ne sont pas apparus.

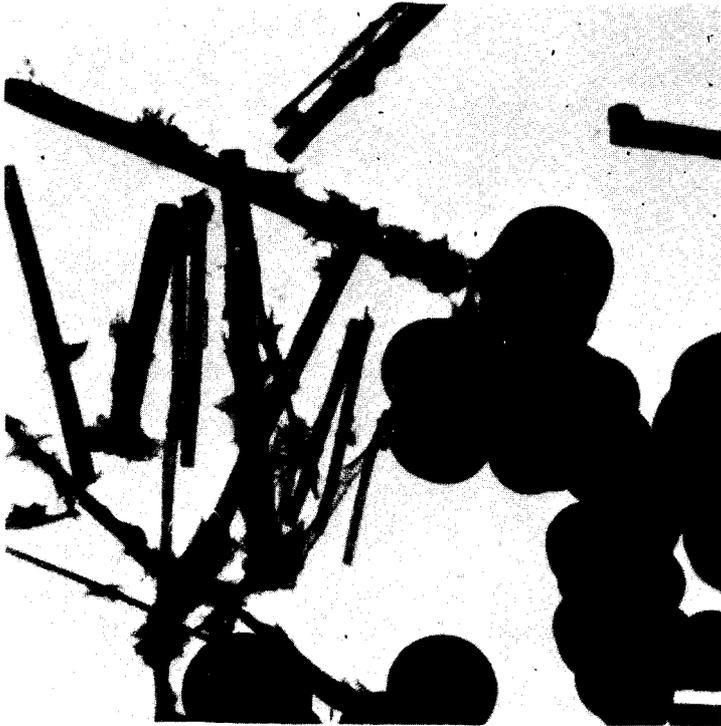
Puisque le CSH (1) de Taylor a été seul identifié par l'ATD, c'est lui qui constitue la gangue enrobant les grosses particules. Les fibrilles allongées sont de la tobermorite. Un grandissement plus fort (ph. 18) révèle la texture de ce CSH (1).

Il est très poreux formé par l'union de microcristaux laissant place entre eux à des micropores, des vallées et des vides importants, ce qui explique la densité relativement faible des produits de la réaction silico-calcaire même lorsque le mortier a été précédemment comprimé à la presse à des pressions de l'ordre de  $300 \text{ kg/cm}^2$ .



ph. 18

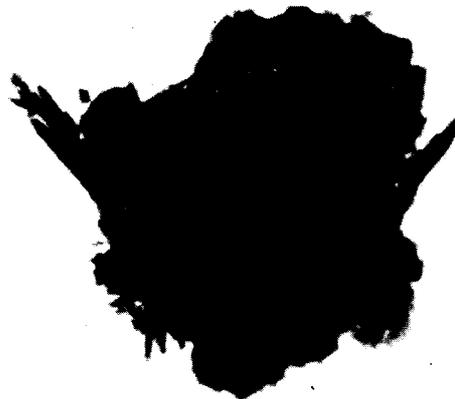
La comparaison avec des microphotographies de préparation de silicates hydratés (ph. 19 et 20 extraites du bull. des laboratoires routiers, n° 0, 1970) réalisées à partir de la alite et de la belite nous permet de déceler un troisième composé silico-calcaire présent dans nos bétons (ph. 21). Son identification par la seule microscopie électronique par transmission est subjective.



ph. 19



ph. 20



1  $\mu$



ph. 21

Les photographies 19 et 20 représentent une préparation de CPA âgée de trois jours à des grandissements différents.

Les particules de gel tobermoritique (CSH gel) ont tendance à se grouper pour former des touffes fixées sur un support ; dans ce cas, il s'agit de cristaux aciculaires d'ettringite (Bull. des laboratoires routiers, 1970).

Le détail de ces touffes montrent qu'elles sont composées de microfibrilles plissées, recroquevillées, plus ou moins agglomérées.

Des fragments de notre béton autoclavé présentent parfois cet aspect (ph. 21). Le support est constitué de particules de quartz de petites tailles. Elles sont masquées par un foisonnement de fibrilles dont les cristaux sont également plissés, enroulés sur eux-mêmes et enchevêtrés.

Le CSH (gel) semble également prendre naissance lors du traitement hydrothermal du mélange de chaux et de loess.

#### f) Conclusion

Les diverses méthodes d'étude que sont la microscopie électronique, la diffraction électronique, l'analyse thermique différentielle et la diffraction X mettent en évidence les différents aspects sous lesquels se présente le silicate de calcium hydraté. Le traitement à l'autoclave d'un mélange de chaux et de loess aboutit à la formation de toute une gamme de minéraux aux degrés de cristallisation différents.

La tobermorite en constitue la phase la mieux cristallisée, elle se présente sous forme de fines lamelles allongées nettement différenciées de leur support. Celui-ci se présente sous la forme d'un revêtement hétérogène intimement appliqué sur les particules grossières.

Il est formé d'un feutrage de microlamelles imparfaitement cristallisées ; elles correspondraient à ces cristaux dont les diagrammes de diffraction sont constitués de cercles concentriques semblables à des "Debye et Scherrer". Il s'agit du CSH (1) de Taylor.

La forte diminution du nombre de ces diagrammes au cours du vieillissement du béton semble montrer qu'il s'agit d'une phase métastable évoluant lentement par un réarrangement des cristallites vers la tobermorite. Elle correspond alors à la phase B d'Assarson (1958).

Après quelques mois, les agrégats grossiers seraient enchassés dans une gangue monominérale. On note d'ailleurs, parallèlement à cette évolution cristalline, une augmentation progressive de la résistance à l'écrasement du béton.

A ce sujet, une étude comparative du pourcentage de tobermorite cristallisée et de la résistance à la compression pourrait être envisagée ; elle montrerait l'influence du degré de cristallisation sur les propriétés du matériau fini.

La forme amorphe que peut prendre le silicate de calcium hydraté a également été reconnue. La teneur en CSH (gel) est cependant très faible ; elle ne peut être citée que d'une manière incertaine. Il peut également constituer une phase métastable évoluant dans le temps vers un degré de cristallisation supérieur.

Pour accélérer cette évolution des silicates métastables, certains procédés industriels comportent des temps d'autoclavage qui peuvent atteindre 20 heures. Les propriétés du matériau en sont nettement améliorées ; cette méthode favorise la formation de la tobermorite au dépend d'une grande partie du CSH (1).

Dans les échantillons étudiés, ces minéraux néoformés sont apparus au dépens de l'hydroxyde de calcium qui a totalement été consommé. Le quartz qui constituait à priori l'autre élément de la réaction subsiste encore en grande quantité. D'autres composants du mortier n'ont subi aucune modification appréciable : il s'agit notamment de la calcite qui joue le rôle de charge inerte. Le comportement des argiles est difficilement observé sur ces clichés, il est cependant primordial de le déterminer.

En effet, le traitement à une température relativement faible ne peut inhiber les propriétés gonflantes des smectites. On imagine aisément l'effet désastreux de ces argiles lors de l'exposition à l'humidité des éléments autoclavés.

Même si les montmorillonites subissent des modifications dans leur comportement, les autres phyllosilicates, si ils ne sont pas combinés lors de la réaction hydrothermale, constituent une charge inerte supplémentaire.

L'évolution de ces minéraux argileux présents dans le loess requiert une **attention** particulière.

### 3) Problème des argiles

Les diagrammes de diffraction X des échantillons autoclavés ainsi que de la fraction inférieure à 5 microns de ces bétons ne révèlent la présence d'aucune des trois argiles identifiées dans le loess. Il semble donc que celles-ci ont été détruites ou tout au moins qu'elles aient subi de profondes modifications (par exemple, une modification de leurs distances interfoliaires par absorption de calcium entre les feuillets).

L'observation d'une préparation au microscope électronique par transmission permet de trancher entre ces deux hypothèses.

Le silicate de calcium est détruit par certains acides, une fraction de béton est attaquée par une solution décimolaire d'acide chlorhydrique.

Lorsque la texture du béton est détruite, le reliquat est broyé dans l'eau et une goutte de cette préparation mise sur la grille porte-échantillon du microscope électronique par transmission.

L'observation à divers grossissements révèle qu'à l'exception de quelques particules de quartz, aucune forme cristallisée n'a subsisté. Il n'existe plus qu'une importante quantité de globules de très petites dimensions qui ne diffractent pas les rayons X, il s'agit donc de particules d'un gel amorphe, vraisemblablement de silice.

Celle-ci provient de la destruction des chaînes silicatées de la tobermorite et des autres composés silico-calcaires.

Seules quelques très rares formes géométriques rappellent les plaquettes d'argile mais elles sont nettement plus fines et ne montrent aucune trace d'organisation comparable (relief, franges de Newton, décollements de feuillets, trace de corrosion, etc...). Leur surface est visiblement constituée de l'assemblage de petits globules de silice amorphe. Il peut s'agir des premiers stades d'une réorganisation cristalline.

Les argiles contenues dans le loess utilisé sont donc loin de constituer une charge inerte ou néfaste dans les bétons autoclavés. Elles sont entièrement détruites et leurs composants principaux sont intégrés dans le minéral néoformé lors de ce traitement hydrothermal. La trame silicatée est désolidarisée et les tétraèdres  $(SiO_4)^-$  qui les composaient participent à la réalisation des silicates de calcium hydratés. L'aluminium est également mobilisé et une partie remplace la silice au coeur des tétraèdres (Diamond, 1963) pour donner la tobermorite alumineuse (Takahashi, 1967) plus résistante à l'action de la chaleur (Diamond, 1963).

D'autre part, l'oxyde de fer libéré par la destruction des argiles semble jouer le rôle de catalyseur de la réaction (Pollet, 1970 ; Taylor, 1956).

Une preuve indirecte de la destruction des argiles est fournie par les mesures des aires spécifiques des échantillons avant et après le traitement.

Nous avons dit que l'aire spécifique du loess (p. 76) était d'environ  $35 \text{ m}^2/\text{g}$  et qu'elle est due, pour la plus grande part, à la présence des argiles.

Le mortier contient 33 % de chaux dont l'aire est au minimum de  $4 \text{ m}^2/\text{g}$ . Si les argiles n'avaient subi aucune transformation, l'aire spécifique du béton devrait être au moins égale à celle de ces phyllites, soit environ  $24 \text{ m}^2/\text{g}$ . Or, les mesures effectuées par la méthode BET donne des valeurs de l'ordre de  $15 \text{ m}^2/\text{g}$ .

La valeur de l'aire imputable aux argiles n'est pas atteinte (même si l'on considère que la participation de la tobermorite est nulle, ce qui semble impossible étant donné la forme en plaquettes très fines qu'affecte ce minéral), la teneur en phyllite a donc pour le moins fortement régressé.

L'observation des micrographies a montré que les argiles étaient complètement détruites, leur participation à l'élaboration de la tobermorite s'effectue après dissolution. La connaissance du comportement du quartz soit par dissolution, soit par réaction topochemique permettra d'envisager les méthodes à employer pour favoriser la réaction.

#### 4) Mode de formation de la tobermorite aux dépens du quartz

- Mode de formation des silicates de calcium hydratés :

En ce qui concerne les produits hydratés des ciments Portland artificiels, deux théories s'affrontent depuis que l'on connaît la minéralogie de ses constituants.

L'une d'elles, défendue notamment par l'école russe, suppose la formation directe des hydrates (voie topochemique). Les silicates anhydres absorbent et intègrent directement l'eau dans leur structure déjà existante.

L'autre théorie est la plus ancienne. Elle a été proposée par Le Chatelier en 1887. Elle repose sur la solubilité des constituants hydratés plus faible que celle des composants anhydres, le durcissement s'explique par la cristallisation, sous forme de feutrage, de produits précipités. La formation des constituants hydratés s'effectue en plusieurs étapes. Les composés anhydres instables se dissolvent avant de précipiter sous la forme hydratée.

En s'appuyant sur les travaux de Terrier, Joissel préconise une solution intermédiaire (Bull. des Laboratoires routiers, n° 0, 1970). Il considère que les silicates s'hydratent topochemiquement alors que les aluminates calciques se forment en solution.

C'est la très faible cristallisation de tous ces minéraux qui en rend l'analyse difficile qui permet à ces théories de coexister depuis si longtemps.

Par le traitement à l'autoclave, les silicates hydratés sont obtenus directement à partir de la silice et de la chaux. Si une phase anhydre apparaît lors du processus de formation, elle ne peut guère subsister longtemps dans cette atmosphère saturée en eau.

Les éléments appartenant au béton cellulaire autoclavé ont des dimensions relativement importantes, leur étude au microscope électronique par balayage est plus aisée. Les clichés photographiques permettent d'appréhender le mode de formation en comparant la surface des grains de quartz avant et après le traitement.

Avant l'autoclavage, les grains de quartz (ph. 22) ne présentent aucune trace de choc fraîche. Des dépôts globuleux de silice sont disséminés sur les surfaces, leur coalescence provoque fréquemment la formation d'une pellicule écailleuse de silice très soluble.

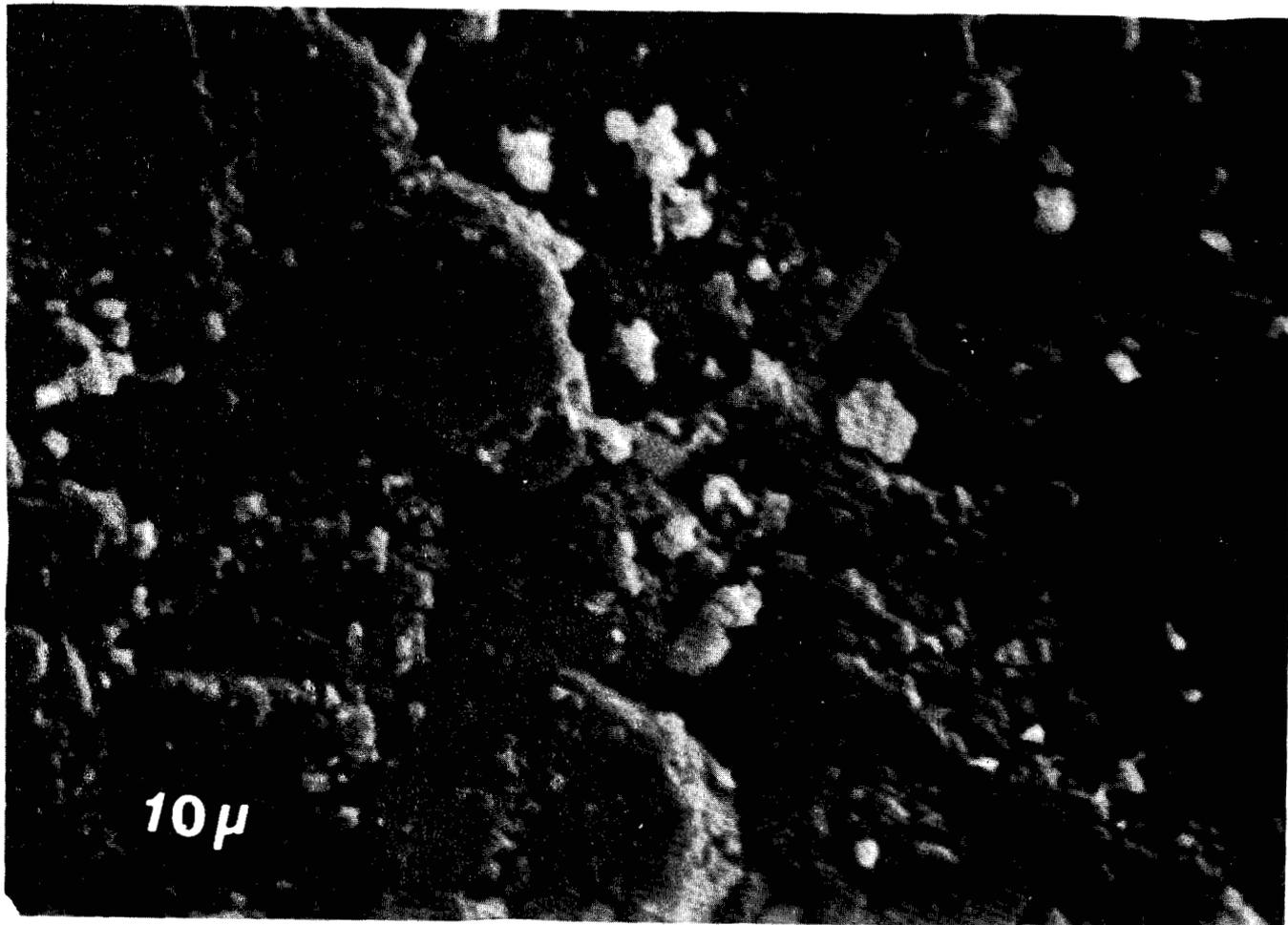
Elle forme en effet un simple plaçage moulant et émoussant toutes les formes du grain ou des coulées emplissant les dépressions.

Ces types de dépôts sont caractéristiques des horizons pédologiques où s'accumule la silice (Le Ribault, 1973).

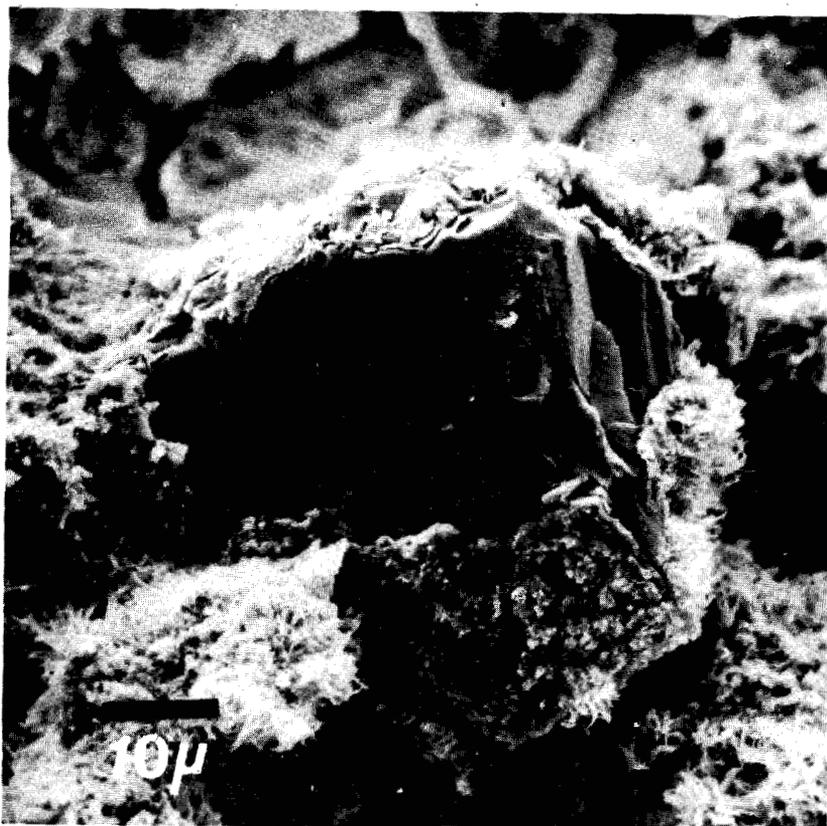
Après le traitement, la morphologie des grains est profondément modifiée (ph. 23). La pellicule de silice amorphe en plaçage ou en coulée a disparu. Les particules ont pratiquement retrouvé leur aspect originel de formation éolienne : les crêtes sont aigues, dépourvues de trace de polissage. Les fractures en escalier typique de l'éclatement des grains sous les chocs sont bien dégagées.

Le quartz présente un faciès typique d'un horizon où la silice a été dissoute.

Des marques de dissolution triangulaire à la surface même de l'individu monocristallin sont visibles. Elles peuvent être dues au traitement ou être très antérieures et avoir été dissimulées par les dépôts de silice secondaire. Cependant, en se référant à la figure n° 31 traitant des variations de la quantité de quartz subsistant dans les échantillons autoclavés qui contenaient des proportions variables de chaux dans le mortier, il apparaît que cette forme cristallisée a été partiellement dissoute. On peut alors supposer que ces traces de dissolution sont dues au traitement hydrothermal.



ph. 22



ph. 23

Il semble donc que l'intégration de la silice, qu'elle soit amorphe, sous forme de quartz ou dans les argiles, se fasse après une dissolution.

La silice passe en solution sous forme d'acide silicique (Pascal, 1963), en présence de la base qu'est l'hydroxyde de calcium dissout, elle précipite en donnant un sel hydraté insoluble. Cette notion de précipité est accentuée si l'on considère l'interface entre le composé silico-calcaire et le grain qu'il recouvre (ph. 23).

Le CSH (1) se présente sous forme d'un placage sans continuité avec la surface du grain de quartz. A certains endroits, il paraît même ne pas être en contact intime avec celui-ci, il passe au-dessus de fractures sans les combler laissant un vide.

Si le processus de la formation des silicates hydratés est contreversé, il en est de même de la nature de la tobermorite.

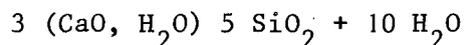
### 5) Structure de la tobermorite

Il s'agit d'un minéral très rare dans la nature, la similitude entre les composants hydratés des ciments et la tobermorite est la conséquence de longues démarches.

#### a) Historique

Le nom de ce minéral provient de celui de la localité où il fut pour la première fois identifié par Heddle en 1880 : au pied du phare de Tobermory dans l'île de Mull en Ecosse.

La formule qui en est alors donné est :



Elle est intermédiaire entre deux minéraux déjà identifiés : la xonotlite et l'okénite.

Il fallut attendre 1893 pour que le même Heddle découvre un nouveau gisement au Loch Eynort ; un autre est décrit en 1905 par Currie à Ardtornish.

Quelques travaux antérieurs l'avaient confondue avec la gyrolite. Eackle fut le premier à trouver ce minéral ailleurs qu'en Ecosse. Il montra, en 1917, que la crestmoréite de Californie était en fait un mélange de tobermorite et de wilkéite.

Le développement des méthodes d'analyse par la diffraction X permit à Mac Donnel de distinguer trois familles de tobermorite, différentes selon les distances interréticulaires (001). Des échantillons provenant de Ballycraigy en Irlande prélevés au niveau d'un contact dolérite-craie présentaient

une équidistance de  $11,3 \text{ \AA}$ , ils pouvaient cependant s'altérer pour donner des espèces à  $14,6 \text{ \AA}$  ou  $9,6 \text{ \AA}$  en ne faisant varier que le degré d'hydratation.

Les échantillons les plus abondamment étudiés proviennent de Ballycraigy ou de Crestmore, mais de nouveaux gisements sont découverts ; l'on en compte actuellement une dizaine dans le monde, surtout localisés en Ecosse, Irlande, Californie et dans la province de Trente en Italie. La tobermorite est fréquemment associée à d'autres silicates de calcium et à des zéolites.

Les silicates de calcium hydratés synthétisés et reconnus comme tels l'ont été en 1950 par Taylor par décomposition de la alite en milieux aqueux ou par la réaction à l'autoclave d'un mélange d'oxyde de calcium et d'un gel de silice.

Claringbull et Hey en 1952, en réexaminant la tobermorite, mirent en corrélation les minéraux naturels et les espèces synthétiques, ce qui allait permettre le développement de la minéralogie des ciments. De nombreux travaux en découlèrent, tant pour améliorer le degré de cristallinité des produits obtenus par ces méthodes, que la synthèse des silicates de calcium hydratés à partir de matériaux divers.

Assarson, Henning et al. ont montré que le quartz pouvait se combiner à la chaux éteinte entre  $120$  et  $220^\circ\text{C}$  en autoclave.

La tobermorite peut également être synthétisée à partir de silicates aussi différents que les argiles, certains feldspaths, des zéolites, de la muscovite, des cendres volantes, etc...

Les réactions à la pression atmosphérique ou en autoclave à des températures inférieures à  $120^\circ\text{C}$  conduisent à la formation de minéraux faiblement cristallisés dont les diffractogrammes ne montrent que quelques raies caractéristiques.

L'hydratation des silicates des ciments à la pression atmosphérique conduit à l'apparition de phases sensiblement identiques mais encore plus désorganisées : les diagrammes de diffraction sont moins nets.

#### b) Structure de la tobermorite d'après Megaw et Kelsey (1956)

C'est un échantillon de l'espèce à  $11,3 \text{ \AA}$  provenant de Ballycraigy qui sert de référence.

Approximativement orthorhombiques, les paramètres sont :

$$\begin{aligned} a &= 11,30 \text{ \AA} \\ b &= 7,33 \text{ \AA} \quad (\text{Megaw}) \\ c &= 22,60 \text{ \AA} \end{aligned}$$

La maille contient quatre fois la formule stœchiométrique.

Parallèlement à (001), elle contient deux couches identiques légèrement décalées l'une par rapport à l'autre. Chaque couche est composée de deux feuillets de composition  $4 \text{ CaO}_2$  disposés de telle sorte que chaque atome de calcium possède quatre atomes d'oxygène dans son propre feuillet et deux dans le niveau voisin. Les distances Ca - O ne sont pas constantes, elles varient de 2,54 à 3,24 Å (Lafuma, 1970).

Chaque paire d'oxygène du feuillet voisin qui ne sert pas à unir les deux couches de calcium constitue les sommets d'un tétraèdre contenant le silicium. Ce tétraèdre est uni à un voisin en mettant en commun un oxygène ; ils forment ainsi des chaînes parfois déformées par rapport à l'axe b. Cette couche de composition  $4 (\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9)$  constitue la charpente de la tobermorite.

Pour imaginer cette structure, Diamond (1963) l'a comparée à une plaque de carton ondulée sur les deux faces, c'est-à-dire une feuille centrale renforcée par des rides parallèles des deux côtés, ces renforts étant parfois plissotés. Chaque troisième tétraèdre de silice est décalé selon l'axe c par rapport à ses voisins (ph. 24). Il constitue un pont au dessus du feuillet : les oxygènes de ses sommets ne sont pas en commun avec les calcium.

Deux couches de ce type s'accolent, les chaînes de tétraèdres se trouvent superposées mais n'ont aucune liaison entre elles. Cette superposition détermine des canaux entre quatre chaînes, parallèlement à la direction b. Ces espaces, semblables à ceux des zéolites, peuvent contenir des atomes de calcium moins liés ou des groupements hydroxyles. La position relative de ces constituants n'est pas déterminée. De même, la proportion d'hydrogène liée sous forme de OH ou  $\text{H}_2\text{O}$  n'est pas définie.

Actuellement, l'identité structurale au degré de cristallisation près entre la tobermorite, le CSH (1) et le CSH (gel) est généralement admise par tous. L'hypothèse de Taylor selon laquelle les silicates de calcium hydratés des ciments seraient plus proches de la jennite n'a eu que peu

d'échos et a été rapidement abandonnée :

lorsque trois raies apparaissent seulement sur les diffractogrammes, on peut les attribuer à la tobermorite. Si ces minéraux ont été assimilés aux argiles notamment par Diamond (1963), cette hypothèse repose uniquement sur une analogie morphologique et une propriété comparable à celle des vermiculites<sup>(1)</sup>.

Cette ressemblance a amené certains auteurs, notamment ceux de l'école russe comme Mamelov et Belov (Pascal, 1961) à copier la structure de la tobermorite sur celle des vermiculites et y voir des feuillets de silice contenant les cations dans les cavités de ce réseau. Cette trame résulterait de la condensation des motifs du type wollastonite, c'est-à-dire de chaînes à période triple.

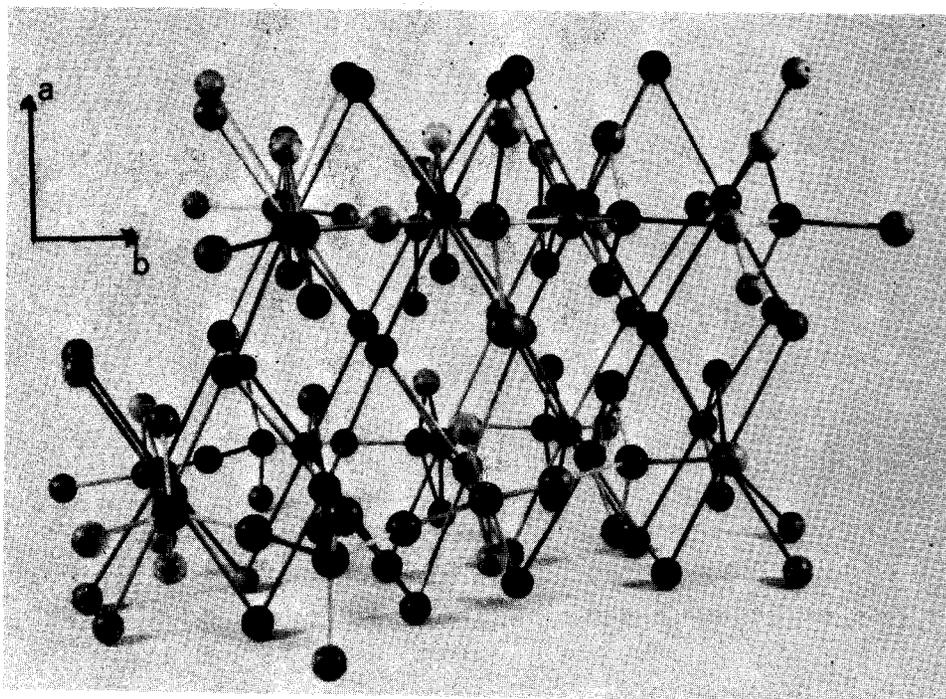
Cette hypothèse a été très controversée notamment par Wilker en 1968 (Snell, 1975) : se basant sur l'analyse d'un échantillon provenant de Crestmore, il a montré qu'une structure du type inosilicate était toujours présente et qu'aucun phyllosilicate n'apparaissaient, même après un chauffage à 680°C.

Nous avons essayé de construire un modèle d'une structure telle que la conçoit Mamelov, étant donnée l'orientation relative des tétraèdres et la nature des cavités qu'ils limitent, il a été impossible d'y inclure le nombre d'atomes de calcium contenu dans la maille. Seul le modèle proposé par Megaw et Kelsey (1956) offre la possibilité d'assembler correctement tous les éléments.

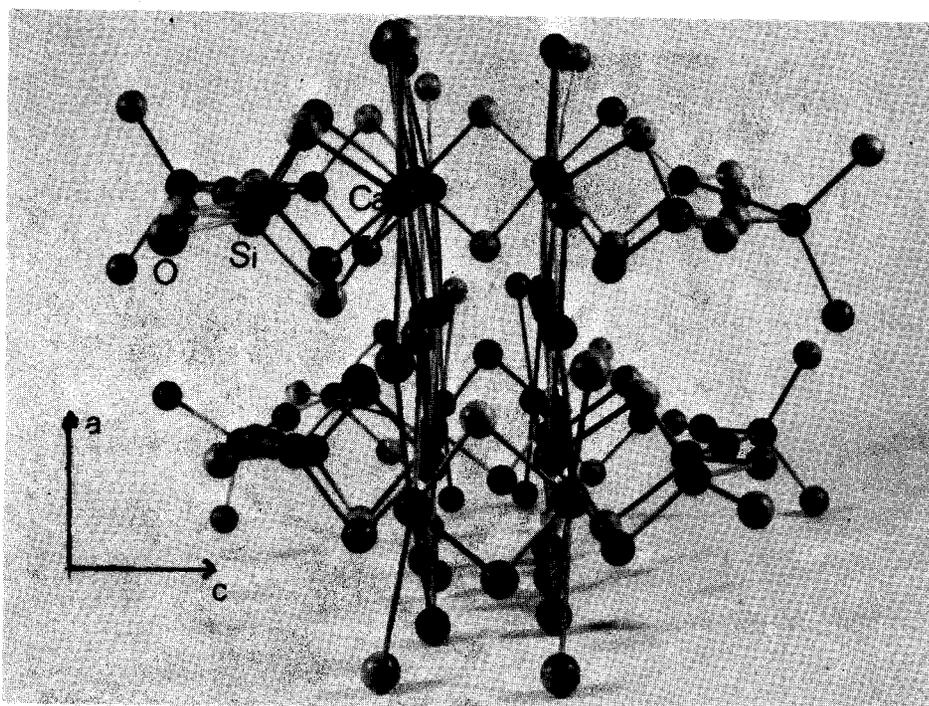
Cette structure (ph. 24, 25 et 26) rend compte de la forme aplatie et allongée des cristaux. Cette disposition des feuillets est compatible avec la possibilité de contraction constatée sur certains échantillons lors du chauffage. Le départ des groupements OH ou H<sub>2</sub>O, moins liés et n'ayant pas un rôle essentiel dans la structure car se trouvant dans les canaux, permet le rapprochement des feuillets. L'espace compris entre les rides est encore suffisant pour contenir des atomes de calcium.

---

(1) Certaines tobermorites présentent une expansion des feuillets lors du chauffage vers 350°C.

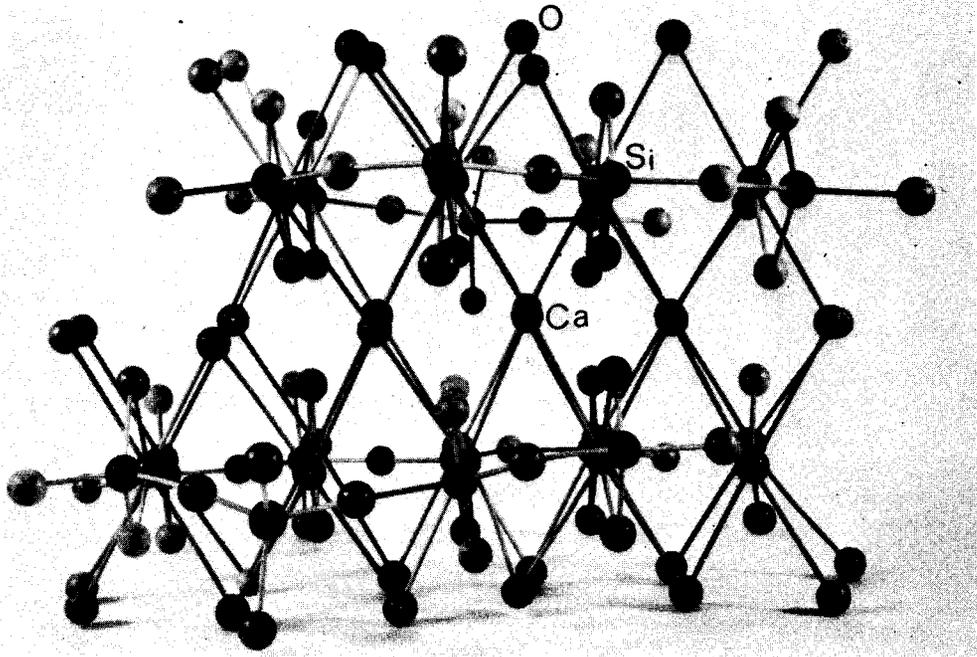


ph. 24



ph. 25





ph. 26

Cette tobermorite (ph. 27, x 7 500) est la phase la mieux cristallisée d'une série de composés silico-calcaires. Tous ont été synthétisés à partir des différents silicates contenus dans le loess.



Les études précédentes ont déterminé les facteurs favorisant la synthèse des silicates de calcium hydratés. Le quartz n'est jamais entièrement détruit et la calcite ne subit aucune transformation, ces deux éléments peuvent nuire aux qualités du béton. En effet, le calcaire qui ne participe en aucune façon à la réaction risque de constituer un élément fragilisant. Or, le béton à base de loess doit présenter des propriétés au moins égales à celles des produits actuellement manufacturés pour espérer être concurrentiel, même si son coût est inférieur.

#### V. PROPRIETES DU BETON A BASE DE LOESS

Ces matériaux ont des utilisations variées dans la construction ; leurs qualités se doivent d'être différentes, notamment en ce qui concerne l'isolation thermique. On sacrifie une partie de celles-ci au profit de la résistance à la compression pour les murs porteurs. Le coefficient de conductivité  $\lambda$  ne doit pas être le même pour des séparations et pour des contre-cloisons.

La conductivité est intimement liée à la densité des matériaux. Le contrôle de la fabrication et la connaissance de la quantité d'aluminium (p. 59) à ajouter au mortier avant l'autoclavage permet d'obtenir une gamme variée de béton répondant à ces diverses exigences.

##### 1) Variation de la densité en fonction de la masse d'aluminium métallique

Nous avons étudié les variations de densité que l'on pouvait obtenir en faisant varier la quantité de chaux et la température de coulée.

De telles méthodes ne permettent pas d'obtenir des matériaux de densité inférieure à 0,8. Les bétons dont la masse volumique est inférieure à cette valeur sont obtenus en incorporant au mortier de la poudre d'aluminium ; le dégagement d'hydrogène qui en résulte crée à l'intérieur de la pâte une multitude de cellules. Leur nombre est dû à la quantité et à la qualité de cette poudre.

Pour établir la relation unissant cette quantité de poudre d'aluminium ajoutée au gâchis et la masse volumique du béton, plusieurs mortiers sont coulés dans les mêmes conditions, les proportions relatives de chaux, de loess, de ciment et d'eau sont rigoureusement identiques. La coulée et l'étuvage se font à la même température. Toutes les éprouvettes sont autoclavées ensemble.

Après le traitement, les échantillons sont débités en éprouvettes, chacune d'elles est caractérisée par deux paramètres : sa masse volumique et sa teneur en aluminium avant l'autoclavage.

Chaque mortier ayant une teneur en aluminium déterminée a fourni plusieurs éprouvettes de densité différente. L'application des méthodes statistique montre le crédit que l'on peut attribuer à ces mesures.

A partir de la moyenne arithmétique et de la précision que l'on estime raisonnable, on évalue le nombre d'éprouvettes N au delà duquel les mesures sont en quantité suffisante pour être significatives (p. 18) donc reproductibles. De même, les statistiques permettent d'établir un seuil de densité : moins de 1 % des échantillons réalisés dans les mêmes conditions auront une masse volumique supérieure à cette valeur (p. 19).

Toutes ces valeurs mesurées et calculées sont reportées dans le tableau suivant (fig. 44).

X	Y			$\bar{Y}$	variance écart-type	N	précision	seuil de proba.1%
0,0005	0,671 0,664 0,658	0,671 0,663 0,656	0,668 0,661 0,654	0,663	$s^2=0,00004$ $s=0,0060$	17	0,005	0,677
0,0006	0,653 0,643 0,640 0,633 0,628 0,622	0,652 0,642 0,639 0,632 0,627 0,621	0,645 0,642 0,635 0,631 0,626 0,620	0,636	$s^2=0,00013$ $s=0,0115$	13	0,005	0,661
0,0007	0,622 0,617 0,609	0,622 0,613 0,605	0,620 0,610 0,597	0,613	$s^2=0,00007$ $s=0,0084$	8	0,007	0,632
0,0008	0,612 0,600 0,593 0,598 0,580 0,573 0,572	0,607 0,600 0,593 0,587 0,580 0,573	0,606 0,593 0,595 0,590 0,580 0,572	0,589	$s^2=0,00015$ $s=0,01244$	17	0,006	0,618
0,0009	0,586 0,582 0,579 0,570 0,569 0,561 0,557 0,543 0,531	0,585 0,581 0,576 0,570 0,567 0,560 0,548 0,538	0,582 0,580 0,573 0,570 0,564 0,557 0,546 0,535	0,564	$s^2=0,00026$ $s=0,016$	26	0,007	0,602

- fig. 44 -

Dès la confection du mortier, on peut apprécier avec une précision suffisante la densité moyenne et la masse volumique maximum qu'auront les bétons après le traitement.

Ces valeurs ne sont déterminées que pour des teneurs en poudre d'aluminium ponctuelles : 5, 6, 7, 8, 9/10 000.

Si la densité du béton est fixée avant l'autoclavage, la teneur en aluminium n'est pas obligatoirement l'une des valeurs discrètes précédentes, on doit donc établir la fonction mathématique continue qui permet de déduire l'une de ces deux variables en connaissant l'autre.

En appelant X la teneur en aluminium et Y la densité moyenne qui lui correspond, les paramètres de la fonction les mesurant sont déduites des valeurs suivantes :

X	0,0005	0,0006	0,0007	0,0008	0,0009
Y	0,663	0,635	0,613	0,589	0,564

$\bar{X} = 0,007$	$s_X^2 = 2,5 \cdot 10^{-8}$	$s_X = 0,5 \cdot 10^{-4}$
$\bar{Y} = 0,6128$	$s_Y^2 = 0,00149$	$s_Y = 0,039$
$\bar{X} \bar{Y} = 0,00043$	$\frac{XY}{N} = 0,00053$	

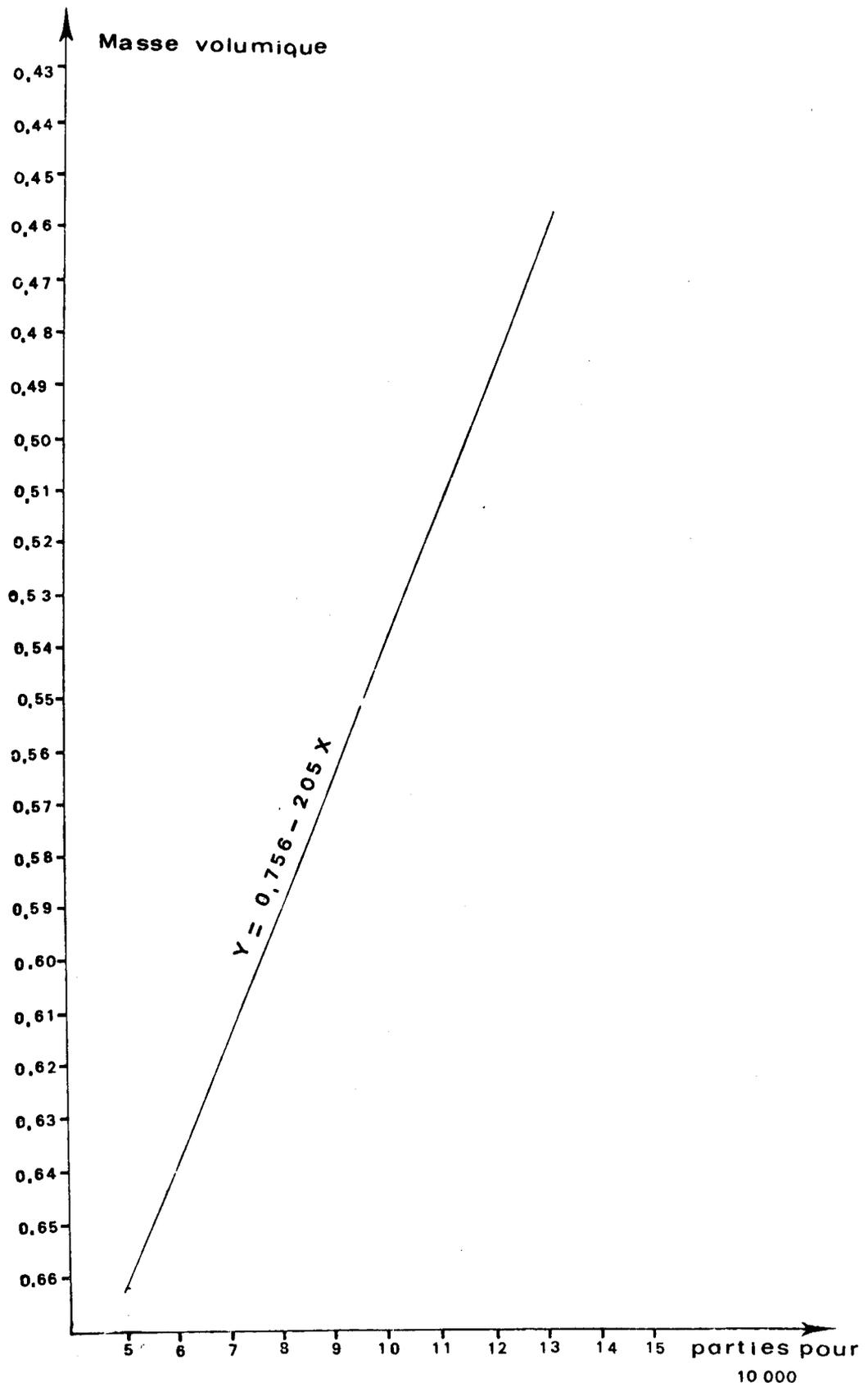
Le coefficient de corrélation  $r = 0,83$  est fort.

Les deux variables sont, on le voit, déduites l'une de l'autre grâce à une équation du 1er degré du type  $Y = a - bX$  dont les paramètres sont :

$$b = r \frac{s_Y}{s_X} = 205 \text{ et } a = 0,756$$

L'équation de la droite est donc (fig. 45) :

$$Y = 0,756 - 205 X$$



Variation de la densité en fonction de la teneur en aluminium

Il est possible d'obtenir une gamme continue de béton cellulaire en ne faisant varier que la quantité d'aluminium des mortiers.

Cependant, la conductivité thermique n'est pas uniquement déterminée par la densité, elle dépend aussi de la porosité du béton.

Cette dernière est intimement liée à la nature des composants (Missonard, 1965). Seule la détermination du coefficient  $\lambda$  peut nous assurer de la conformité de notre béton par rapport aux normes requises.

## 2) Conductivité thermique

L'aptitude qu'ont ces matériaux à s'opposer aux échanges thermiques réside dans leur faible densité obtenue en augmentant le volume du mortier par la création dans la pâte d'une structure cellulaire.

Les très nombreux micropores qui apparaissent lors de l'autoclavage entre les fibrilles de tobermorite ou les microcanaux du CSH ne représentent qu'un volume négligeable par rapport à l'ensemble du béton.

Comme pour tous les bétons légers de ce type, la porosité obtenue par l'emploi de poudres d'aluminium n'est pas complètement fermée. Selon les conditions d'utilisation, diverses quantités d'eau sont absorbées ; les ponts thermiques ainsi créés modifient très sensiblement le coefficient de transmission G (p. 4).

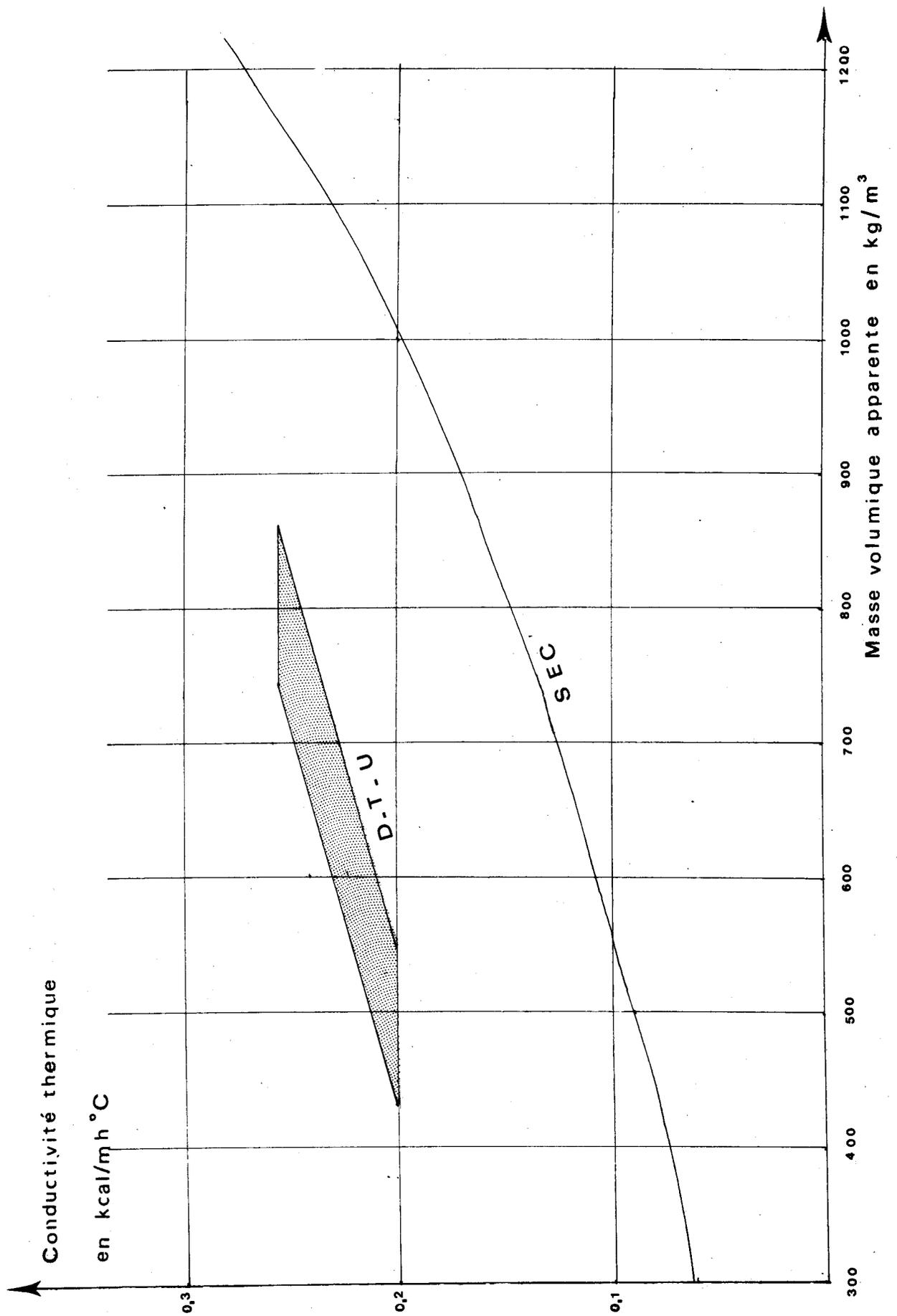
Les travaux de Jespersen (Cormon, 1973) ont montré que les bétons cellulaires autoclavés ont des teneurs en eau d'équilibre variant de 4 à 6 % de leur volume. Vu leur grande porosité (de 40 à 90 %), ces matériaux peuvent, dans certaines conditions extrêmes, contenir de 30 à 50 % d'eau en volume.

Les mesures de Schultz (Betonwerk) effectuées dans des murs de bâtiments habités montrent que cette humidité est en étroite relation avec l'âge des constructions, l'orientation des murs, l'exposition aux vents et l'utilisation des pièces (salle de bain, chambres, cuisine, etc...).

L'humidité d'équilibre, dont dépend la conductivité thermique, est très variable selon les conditions de mesure et l'état du béton.

Ceci explique la grande variété des valeurs fournies par différents auteurs pour un même matériau.

Afin de tenir compte de tous ces facteurs, les normes françaises recommandées par les cahiers du C. S. T. B. (livraison 62, cahier 513, juin 1963 et les trois mises à jour successives jusqu'en 1971) donnent des valeurs comprises dans un domaine relativement étendu (fig. 46).



- fig. 46 -

La très grande majorité des mesures effectuées sur notre béton<sup>(1)</sup> est contenue dans le polygone établi par le "document technique unifié". Les propriétés d'isolation des bétons à base de loess, quelle qu'en soit la densité, sont donc compatibles avec les règlements officiels.

Nous avons dit que des bétons cellulaires, étudiés dans les mêmes conditions, ont une conductivité thermique qui varie selon la nature des agrégats employés pour la confection des mortiers. Pour un gâchis à base de pierre ponce broyée ou de scories, la conductivité thermique est plus faible que pour le béton réalisé dans les mêmes conditions avec du sable quartzeux.

Des différences sont également appréciables si le sable employé est composé d'éléments cristallisés ou de silice amorphe (Missenard, 1965).

En rapprochant les valeurs de notre béton à base de loess à celles de ces deux réalisations industrielles, il est possible d'envisager le comportement du loess lors de la réaction silico-calcaire.

Poids spécifique	Coefficient de conductivité thermique $\lambda$ des bétons cellulaires (Kcal/m h °C)		
	à base de sable quartzeux	à base de silice amorphe	à base de loess
600	0,26	0,21	0,20
700	-	-	0,25
800	0,38	0,30	0,31
900	-	-	0,35
1 000	0,52	0,38	-
1 200	0,69	0,49	-
1 400	0,85	0,61	-

Les coefficients  $\lambda$  du béton cellulaire dont le mortier a été confectionné avec du loess sont proches de ceux des bétons à base de silice amorphe. Il semble donc que le loess utilisé dans un béton cellulaire ait le comportement de la silice amorphe. L'autre propriété qui fait souvent rechercher cette forme de silice est que la réaction étant beaucoup plus

(1) Les mesures par conductimétrie ont été réalisées sur des pastilles de béton cellulaire séchées à l'air. Leur masse volumique varie de 0,5 à 0,9 Kg/cm<sup>3</sup>.

complète, les résistances à l'écrasement sont plus importantes.

Une étude systématique de la résistance à la compression des bétons à base de loess peut nous montrer si la similitude entre ces deux agrégats existe également dans ce domaine.

### 3) Variation de la résistance mécanique en fonction de la densité

La norme française NF P 14306 relative aux "blocs en bétons cellulaires autoclavés pour un mur" établit les critères d'habilitation de ces matériaux. Les essais doivent être réalisés sur des éprouvettes cubiques.

Les travaux de Berthier (1963) dans le cadre des Ponts et Chaussées sur "l'essai de compression simple pour les roches" ont montré que les valeurs obtenues pour des éprouvettes cubiques sont entachées d'une erreur importante.

En désignant l'élanement comme étant le rapport de la hauteur de l'éprouvette sur son diamètre pour des carottes ou, pour des échantillons quadratiques, le rapport de la hauteur sur l'arête de la base, "la résistance à la compression diminue généralement d'une façon importante quand celui-ci augmente. Les variations s'atténuent à partir de l'élanement 2 et disparaissent au delà de 3. Un élanement de 2 donne des résultats peu différents de la valeur asymptotique".

En ce qui concerne les bétons, les conclusions de l'enquête RILEM en 1957 recommandent l'abandon de l'essai AFNOR. En effet, pour un même béton les valeurs fournies par l'écrasement d'un cube peuvent être supérieures de 60 % à celles de l'éprouvette quadratique : "Les valeurs obtenues sur cube normalisé par l'AFNOR ne peuvent être considérées que comme valeurs repères, ne donnant aucune indication précise sur le comportement du matériau dans l'ouvrage" (Berthier, 1963).

Les dimensions de l'autoclave ne permettant pas de confectionner des éprouvettes quadratiques de plusieurs dizaines de cm, les essais de résistance en compression de notre béton ont été faits sur des échantillons prismatiques de hauteur variant entre 4 et 5 cm, leur base carrée ayant en général 1,5 cm de côté. L'élanement est donc voisin de 3.

Ces dimensions sont loin d'être idéales : en effet, pour des échantillons de même densité fabriqués dans les mêmes conditions, la résistance à l'écrasement ramenée à l'unité varie selon la surface des bases.

X = S cm <sup>2</sup>	Y = Rc Kg/cm <sup>2</sup>	(X - $\bar{X}$ )	(Y - $\bar{Y}$ )	XY
3,22	70	0,50	140,59	225,40
3,00	66	0,24	61,73	148,00
2,47	57	0	1,30	140,79
2,47	54	0	17,60	133,38
2,29	57	0,05	1,30	130,53
2,14	55	0,14	9,90	117,70
1,98	48	0,28	102,87	95,04

$\bar{X}$	$\bar{Y}$	$\bar{X} \bar{Y}$
2,51	58,14	145,93
$s_X$	$s_Y$	$s_X \cdot s_Y$
0,449	7,475	3,356

$$\frac{XY}{N} = 48,59$$

Le coefficient de corrélation  $r = 0,82$  montre que ces variables sont déductibles l'une de l'autre dans une équation linéaire.

Pour des échantillons de telles dimensions, les essais sont peu significatifs. Les résistances mesurées sont pour une grande part tributaire non pas des propriétés du matériau mais du comportement de la surface des éprouvettes.

Les bétons cellulaires sont particulièrement sujets aux "épaufures". Lors de la descente du plateau de la presse, certaines parties situées sur la périphérie de l'éprouvette cassent sans que les contraintes affectent l'ensemble de l'échantillon. Lorsque celui-ci est soumis à la pression du plateau, la surface exposée est diminuée.

A titre indicatif, on peut étudier le comportement d'une éprouvette dont la base carrée a 1,5 cm de côté. Si une surface triangulaire de 1 cm de côté cède sur un coin alors que le reste de l'échantillon n'a pas subi de contraintes, l'aire ainsi disparue représente :

$$\frac{1 \times 1}{2} = 0,5 \text{ cm}^2 \text{ soit } 22 \% \text{ de la surface originelle.}$$

La résistance à la compression en  $\text{Kg/cm}^2$  de l'échantillon est dans ce cas inférieure de 22 % à la valeur réelle.

Pour une cassure de la même nature ( $0,5 \text{ cm}^2$ ) sur une éprouvette dont la base est de  $25 \text{ cm}^2$ , elle ne représente que :

$$\frac{0,5 \times 100}{25} = 2 \%$$

L'erreur sur la résistance calculée est faible.

La comparaison des résultats de notre étude réalisée avec des échantillons prismatiques de petites tailles avec ceux préconisés par les normes concernant des éprouvettes cubiques de 5 cm d'arête est aléatoire. Nos résultats n'ont qu'une valeur relative.

Ceux-ci concernent deux types de matériaux.

Nous avons vu précédemment que l'on peut faire varier la densité des bétons sans créer une structure cellulaire par l'emploi de poudre métallique. En faisant varier le volume d'eau de gâchage des mortiers, on obtient des produits autoclavés dont la densité varie de 0,75 à 0,90.

Les variations de la compacité de ces mortiers plus ou moins "serrés" ne sont pas modifiées par le traitement. Les travaux de Pollet (1970) reposent sur ce principe : il comprime fortement un mélange de chaux et de loess gâché avec très peu d'eau. Après l'autoclavage, le béton présente une masse volumique de  $1,8 \text{ Kg/dm}^3$ . Les résistances à la compression sont très élevées pour ce type de fabrication, elles atteignent 1 000 bars par  $\text{cm}^2$ .

Sans avoir recours à de tels procédés, on obtient, en faisant varier la teneur en eau, des mortiers relativement compacts. Les résistances à la compression obtenues pour ces échantillons sont, à densité égale, nettement supérieures à celles de bétons cellulaires.

La relation mathématique qui unit la densité des matériaux ne contenant pas d'aluminium à la résistance mécanique est déduite des valeurs suivantes (fig. 47).

X densité	Y Rc	$(X - \bar{X})^2$	$(Y - \bar{Y})^2$	XY
0,87	128	0,0014	520,67	111,36
0,87	122	0,0014	282,85	106,14
0,87	104	0,0014	1,39	90,48
0,87	102	0,0014	10,12	88,74
0,85	108	0,0003	7,94	91,80
0,85	108	0,0003	7,94	91,80
0,84	109	0	14,58	91,56
0,79	89	0,0018	261,85	70,31
0,79	84	0,0018	448,67	66,36
0,78	104	0,0028	1,39	81,12
0,78	99	0,0028	38,21	77,22

- fig. 47 -

$$\bar{X} = 0,832 \quad \bar{Y} = 105,18 \quad s_X^2 = 0,00154 \quad s_Y^2 = 159,56$$

$$s_X = 0,0392 \quad s_Y = 12,63$$

Le coefficient  $r = 0,79$  indique que la corrélation est forte. Les variables aléatoires X et Y sont déduites d'une relation linéaire dont l'équation est (fig. 49, B) :

$$Y = - 106,15 + 254 X$$

Les couples X densité et Y résistance à la compression des éprouvettes d'environ  $2 \text{ cm}^2$  de base de béton cellulaire (dont le mortier contenait de l'aluminium) sont reportés dans le tableau suivant (fig. 48) :

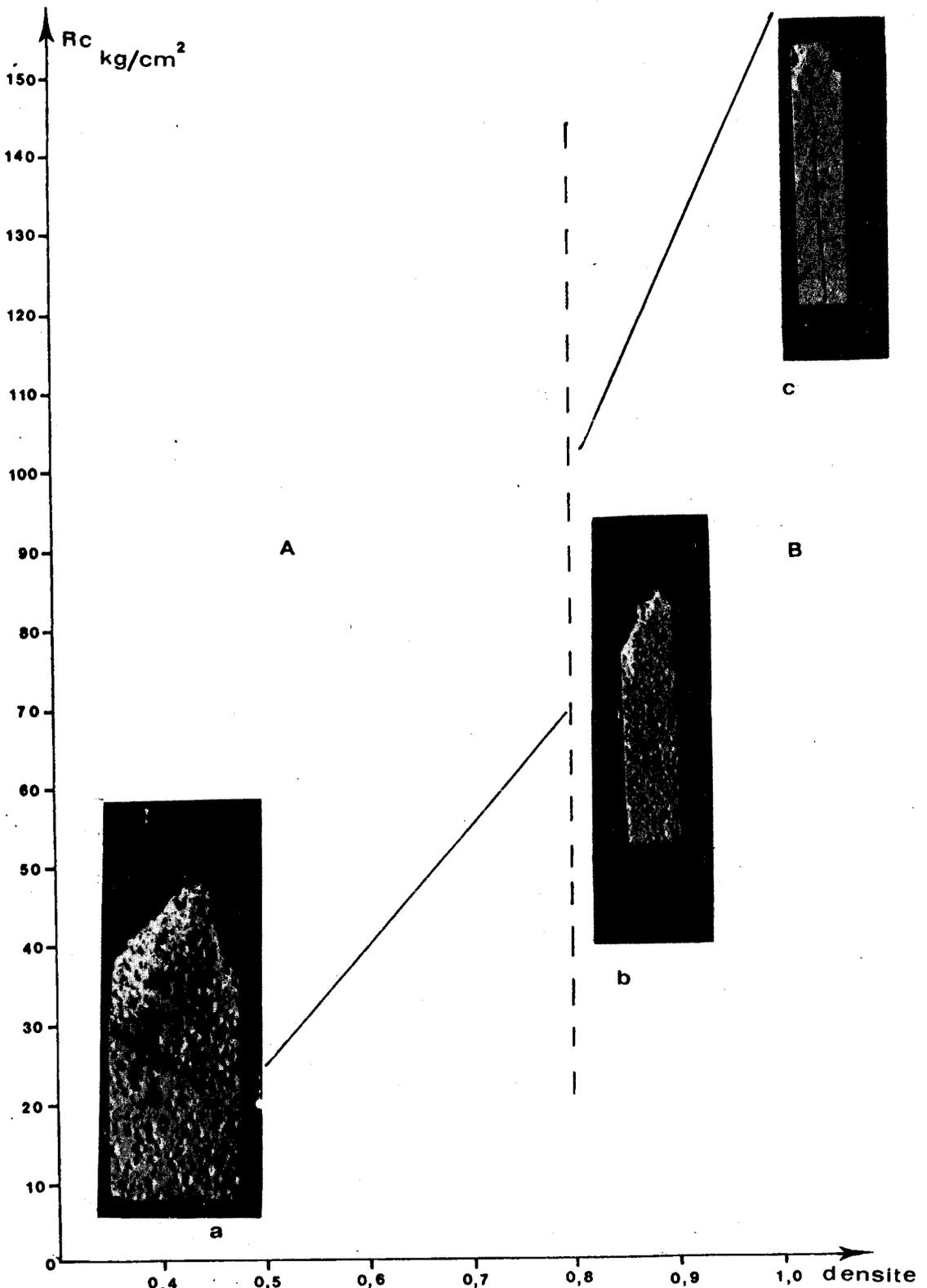
X	Y	$(X - \bar{X})^2$	$(Y - \bar{Y})^2$	XY
0,79	62	0,023	316,33	48,98
0,67	43	0,001	1,47	28,81
0,66	49	0	22,90	32,34
0,66	49	0	22,90	32,34
0,65	53	0	77,19	34,45
0,64	49	0	22,90	31,36
0,64	44	0	22,90	31,36
0,64	45	0	0,61	28,8
0,63	49	0	22,90	30,87
0,63	38	0	38,61	23,94
0,62	40	0	17,76	24,8
0,61	35	0,001	84,90	21,35
0,56	28	0,006	262,90	15,68
0,55	30	0,008	202,04	16,5

- fig. 48 -

$$\begin{aligned} \bar{X} &= 0,639 & s_X^2 &= 0,0029 & s_X &= 0,0547 \\ \bar{Y} &= 44,21 & s_Y^2 &= 85,87 & s_Y &= 9,266 \end{aligned}$$

Le coefficient de corrélation  $r = 0,86$  est fort, la fonction que relie les deux variables est linéaire. Son équation est (fig. 49, A) :

$$Y = 145,1 X - 48,51$$



VARIATION DE LA RESISTANCE A LA COMPRESSION EN FONCTION DE LA DENSITE

La grande différence de résistance mécanique pour des éprouvettes dont la densité est peu différente, mais située de part et d'autre de la valeur 0,82, peut être attribuée à la texture des matériaux.

Pour des masses volumiques supérieures à cette valeur (fig. 49, c), les éprouvettes ne contiennent pas de pores de grande dimension mais des micropores difficilement visibles. Soumis à la presse, les contraintes sont uniformément réparties dans toute la masse de béton. La rupture est parallèle à la direction de la contrainte. Les épaufrures sont rares.

La texture des échantillons de densité inférieure à 0,8 est différente. La multitude de pores de grandes dimensions confère à l'ensemble un comportement hétérogène. Les contraintes ne sont pas transmises à la totalité de l'éprouvette, les discontinuités engendrées par les cellules provoquent des déviations de la direction de contrainte. Cela se traduit par des fractures obliques (fig. 49, b). L'erreur sur les résistances à la compression peut atteindre 30 % de la valeur réelle.

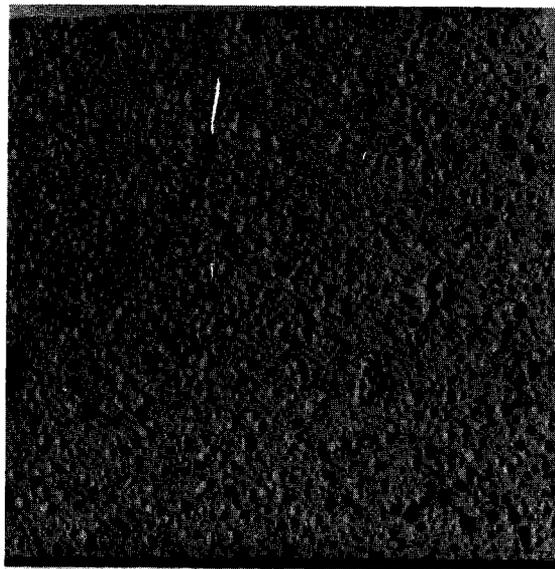
Plus les cellules sont grandes, plus cette tendance est accentuée (fig. 49, a).

La pente de la droite doit être en réalité plus faible. On peut supposer dans ces conditions que la fonction qui relie la résistance à la compression et la densité n'est pas discontinue, le graphique étant divisé en plusieurs domaines à l'intérieur desquels ces deux variables sont déduites l'une de l'autre par une fonction linéaire. Mais il semble que toutes les coordonnées de ces points appartiennent à une demi-parabole.

Les valeurs extrêmes établies par Pollet appartiennent alors à cette parabole.

*C H A P I T R E Q U A T R I E M E*

CONCLUSIONS



Ph\_28\_



La sensibilisation de l'opinion publique à la notion d'économie d'énergie a considérablement influencé le développement des matériaux de construction isolants.

Le législateur a fixé des normes de construction strictes (annexe I) dès 1974. Les nouvelles méthodes de détermination de l'isolation d'un bâtiment reposent sur le calcul d'un coefficient G (p. 4). La comparaison de pavillons de même type dont les matériaux de construction sont de nature différente (p. 8 à 12) montre que l'une des meilleures isolations thermiques est assurée par des murs réalisés avec des blocs de béton cellulaire autoclavé.

#### A - BETONS CELLULAIRES AUTOCLAVES

Ils sont industriellement fabriqués par l'autoclavage, de 16 à 20 heures, à des températures comprises entre 180 et 220°C, d'un mortier de chaux et de silice (chap. III, p. 55 à 63) auquel on a ajouté de la poudre d'aluminium destinée à obtenir une structure cellulaire.

Comme il s'agit de réactions entre un liquide, sa vapeur et un solide, elles sont favorisées par un état de dispersion très important de la silice. Les unités de production utilisent essentiellement des sables quartzeux très purs ; une aire spécifique élevée de ce constituant est obtenue après un broyage très fin : cette opération constitue un des postes les plus onéreux dans la réalisation des produits silico-calcaires. (p. 56)

Nous avons montré dans cette étude que les composants du loess, par leurs natures et leurs dimensions, sont susceptibles d'être combinés à la chaux lors d'un traitement hydrothermal pour donner naissance à des silicates de calcium hydratés.

Que cette propriété soit utilisée pour la confection d'un béton macrocellulaire, par la formation d'alvéoles dans la pâte, ou microcellulaire, en autoclavant le mortier de chaux et de loess sans élément générateur de gaz (p.58), les produits obtenus présentent des qualités comparables à celles des fabrications industrielles : la majorité de la centaine de mesures de conductivité thermique concorde avec les règlements officiels (chap. III, p. 183).

Cependant la droite de régression de la densité par rapport à la résistance mécanique est pratiquement confondue avec celle recommandée par les cahiers du C. S. T. B. (chap. III, p. 188).

Or, si l'on tient compte du fait que la faible surface des échantillons soumis à la presse donne des valeurs inférieures à la réalité et que, d'autre part, les résultats enregistrés pour des éprouvettes parallélépipédiques sont inférieurs à ceux obtenus pour des échantillons de même nature cubiques<sup>(1)</sup>, cette droite est certainement au-dessus du niveau qu'elle occupe dans nos conditions d'étude.

Si le béton à base de loess présente des propriétés semblables à ces produits, son coût devrait leur être inférieur. Il est inutile de réduire en farine un sable puisque le loess est un matériau prêt à l'emploi ; ses conditions d'exploitation sont plus favorables.

### I. LE LOESS : ETUDE PROSPECTIVE

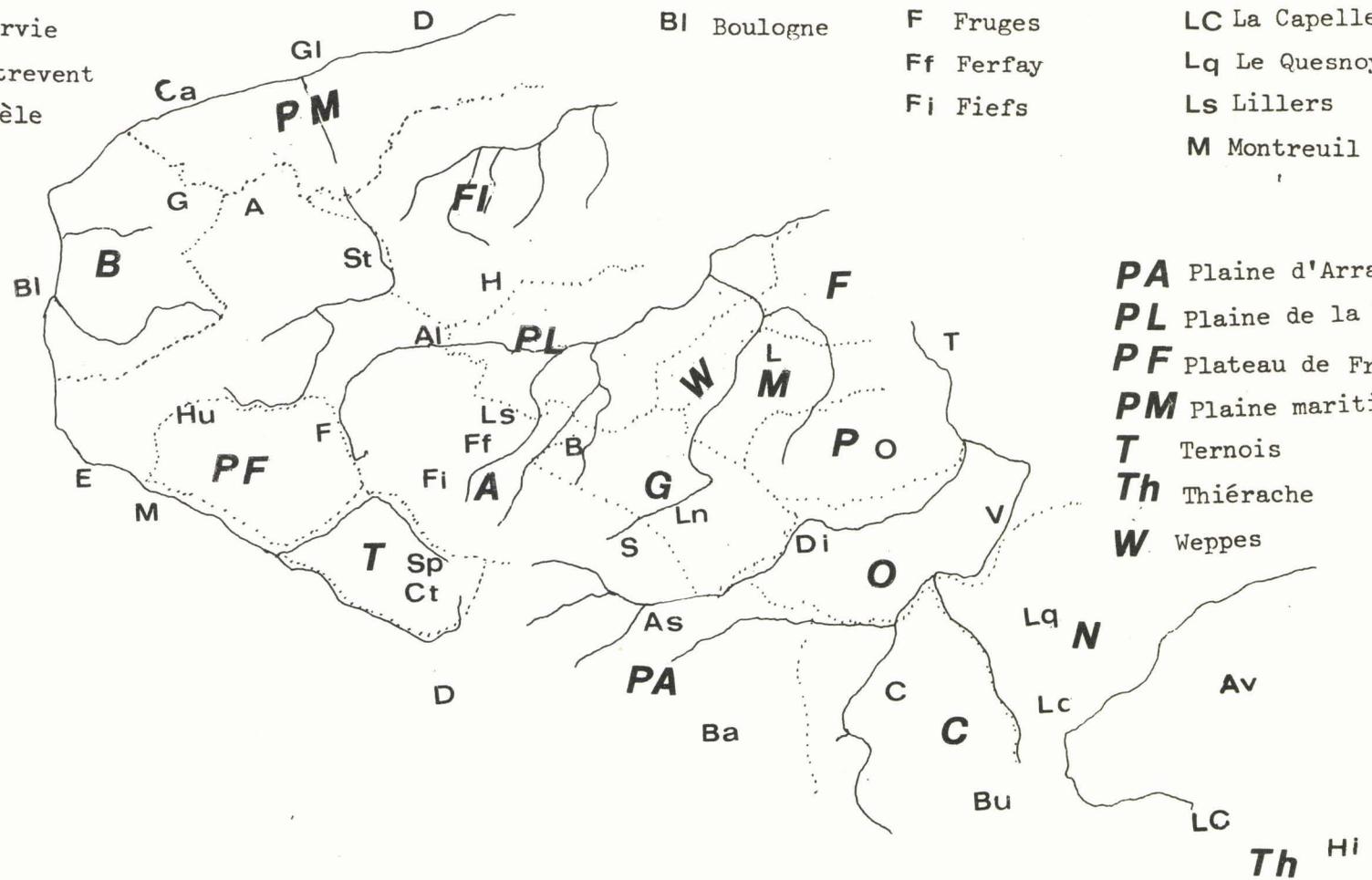
Cette formation éolienne très riche en quartz présente l'inconvénient de contenir des proportions variables d'argile. Au cours de cette étude, nous avons montré (chap. III, p. 166) que ces minéraux étaient détruits lors du traitement hydrothermal et que leurs composants étaient intégrés dans les silicates de calcium hydratés. Pour des teneurs supérieures à 15 %, elles contribuent à la formation d'un minéral plus riche en aluminium : l'hydrogrossulaire. Seule la calcite du loess constitue une charge inerte.

Que ce soit dans le Nord ou dans toute la France, les gisements de loess sont très nombreux et facilement exploitables<sup>(2)</sup>, comme le montre les cartes établies par Sommé (1975) (fig. 50 et 51).

Le loess recouvre pratiquement tout le Nord de la France, cette couverture n'est pas uniforme. Les formations les plus épaisses sont localisées dans la plaine de la Lys, une partie du Weppe, la Nervie et la zone méridionale du Cambrésis.

- 
- (1) Les quelques essais comparatifs effectués sur des éprouvettes parallélépipédiques et cubiques taillées dans le même échantillon, bien qu'en nombre insuffisant pour appliquer les méthodes statistiques, montrent que le gain de résistance pour les cubes est de l'ordre de 25 %.
- (2) De nombreuses carrières sont d'ailleurs ouvertes ; elles ont servi ou sont encore utilisées pour la fabrication des briques. Leur remise en exploitation ne nécessiterait qu'un investissement restreint.

- |   |                    |                     |                       |                       |
|---|--------------------|---------------------|-----------------------|-----------------------|
| <b>A</b> Artois (pl. de Fiefs, de Souchez, de Ferfay) | <b>A</b> Ardres    | <b>Bu</b> Busigny   | <b>G</b> Guines       | <b>O</b> Orchies      |
| <b>B</b> Boulonnais                                   | <b>As</b> Arras    | <b>C</b> Cambrai    | <b>Gl</b> Gravelines  | <b>S</b> Souchez      |
| <b>C</b> Cambrésis                                    | <b>Al</b> Aire/lys | <b>Ca</b> Calais    | <b>H</b> Hazebrouck   | <b>St</b> Saint Omer  |
| <b>F</b> Ferrain                                      | <b>Av</b> Avesnes  | <b>Ct</b> Croisette | <b>Hu</b> Hucqueliers | <b>Sp</b> Saint Pol   |
| <b>FI</b> Flandre intérieure                          | <b>B</b> Béthune   | <b>D</b> Dunkerque  | <b>L</b> Lille        | <b>T</b> Tournai      |
| <b>G</b> Gohelle                                      | <b>Ba</b> Bapaume  | <b>Di</b> Douai     | <b>Ln</b> Lens        | <b>V</b> Valenciennes |
| <b>M</b> Mélantois                                    | <b>Bav</b> Bavai   | <b>E</b> Etaples    | <b>Lc</b> Le Cateau   | <b>Hi</b> Hirson      |
| <b>N</b> Nervie                                       | <b>Bl</b> Boulogne | <b>F</b> Fruges     | <b>LC</b> La Capelle  |                       |
| <b>O</b> Ostrevent                                    |                    | <b>Ff</b> Ferfay    | <b>Lq</b> Le Quesnoy  |                       |
| <b>P</b> Pévèle                                       |                    | <b>Fi</b> Fiefs     | <b>Ls</b> Lillers     |                       |
|   |                    |                     | <b>M</b> Montreuil    |                       |



- |                             |
|-----------------------------|
| <b>PA</b> Plaine d'Arras    |
| <b>PL</b> Plaine de la Lys  |
| <b>PF</b> Plateau de Fruges |
| <b>PM</b> Plaine maritime   |
| <b>T</b> Ternois            |
| <b>Th</b> Thiérache         |
| <b>W</b> Weppes             |

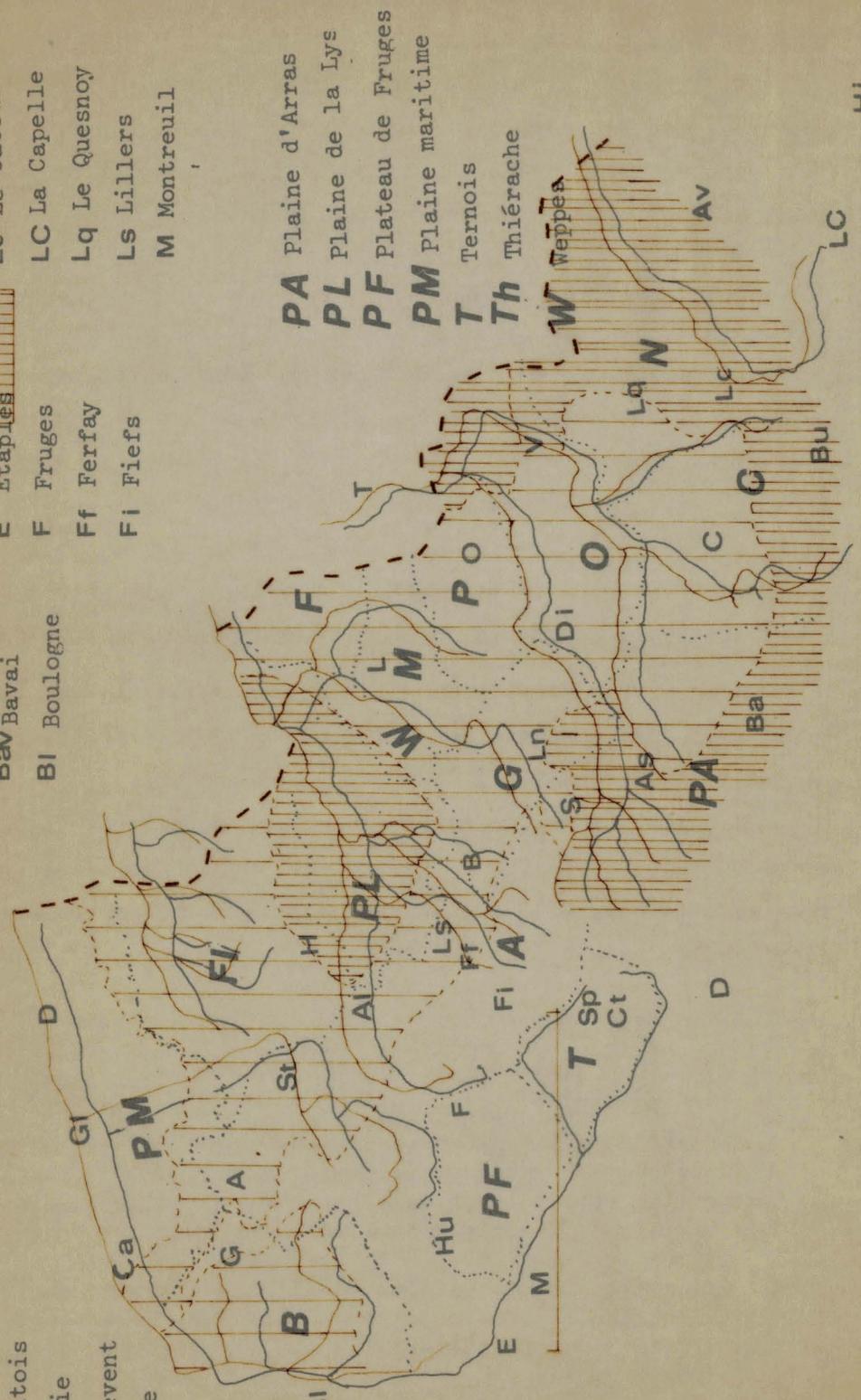
-fig.51-

CONCLUSIONS

Régions physiques du Nord d'après J.Gosselet

11 192 11

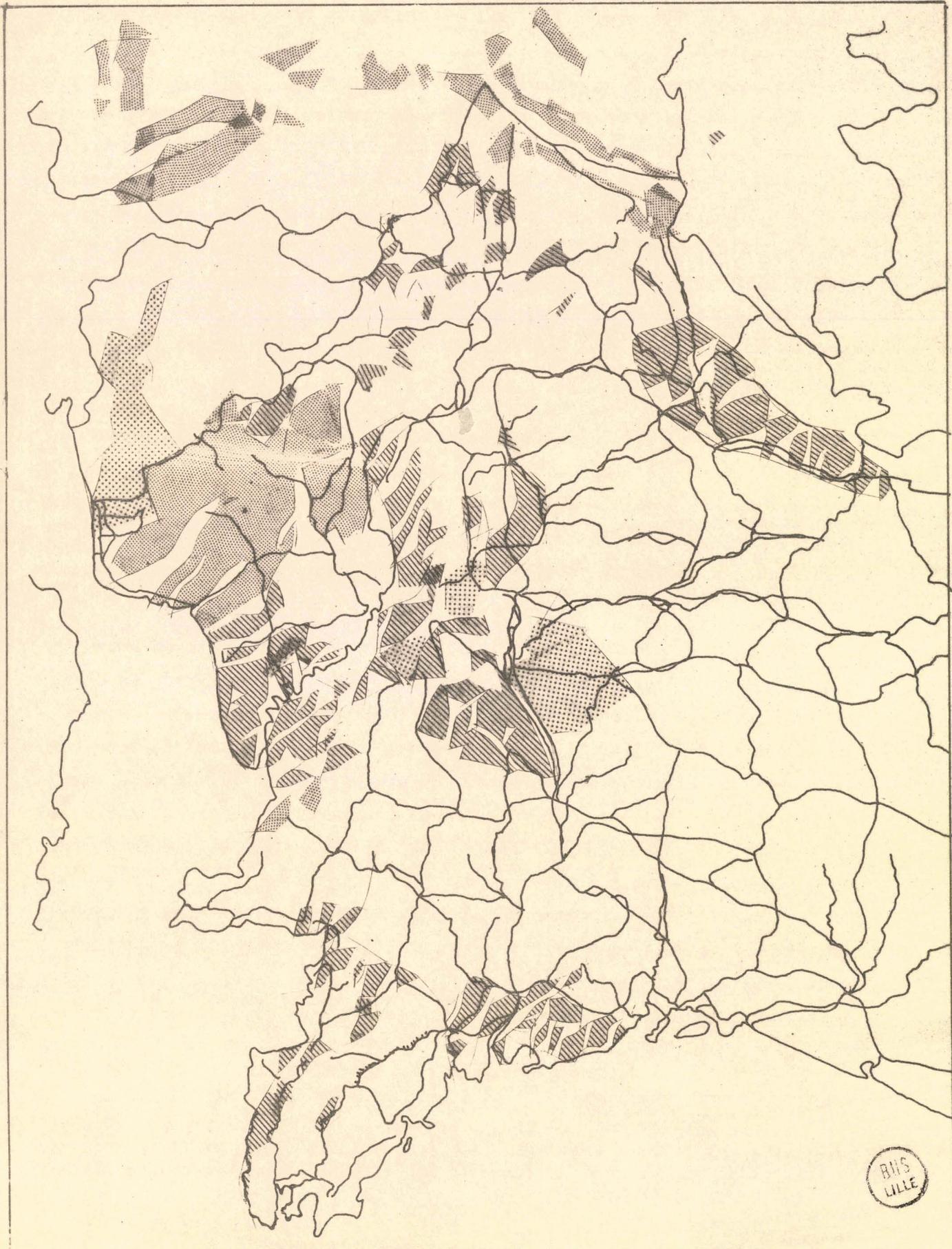
- A Artois (pl. de Fiefs, de Souchez, de Ferfay)
- B Boulonnais
- C Cambrésis
- F Ferrain
- FI Flandre intérieure
- G Gohelle
- M Mélantois
- N Nervie
- O Ostrevent
- P Pévèle
- A Ardres
- AS Arras
- AI Aire/lys
- AV Avesnes
- B Béthune
- Ba Bapaume
- Bav Bavai
- BI Boulogne
- Bu Busigny
- C Cambrai
- Ca Calais
- Ct Croisette
- D Dunkerque
- Di Douai
- E Etaples
- F Fruges
- Ff Ferfay
- Fi Fiefs
- G Guines
- G1 Gravelines
- H Hazebrouck
- Hu Hucqueliers
- Lp Lillois inférieure
- Ln Lens
- Lc La Capelle
- Lq Le Quesnoy
- Ls Lillers
- M Montreuil
- O Orchies
- S Souchez
- St Saint Omer
- Sp Saint Pol
- T Ternois
- Th Thiérache
- V Valenciennes



- fig. 50 -

Esquisse régionale de la couverture limoneuse dans le Nord de la France  
Régions physiques du Nord d'après J.Gosselet

 Loess typique     Loess en affl. discontinu     Loess lité



- fig. 52 -

A l'échelle nationale, la composition des loess varie en fonction des provinces d'alimentation. Cependant, il ne s'agit que de modifications mineures, l'ensemble des formations loessiques présentant une remarquable homogénéité (fig. 52). Seuls des phénomènes locaux influent sur cette composition, des modifications des teneurs en calcite ou en argile résultent d'altérations liées à la percolation météorique.

Tous les loess ne sont donc pas susceptibles d'être utilisés indifféremment. Nous avons montré (chap. III, p. 63 à 102) que leur composition doit satisfaire à certaines conditions : ils doivent être relativement pauvres en calcite et en argile ; ceci est respecté dans les formations n'ayant pas subi d'importantes pédogenèses génératrices de colloïdes argileux. Il s'agit donc de dépôts récents particulièrement protégés : c'est le cas des accumulations sur les versants sous le vent.

## II. LA CHAUX

Nous avons montré que la chaux tech. présente le meilleur rendement lorsqu'elle est employée dans des proportions voisines de 30 % (chap. III, p. 125 à 137). Compte tenu des impuretés qu'elle contient (principalement des calcaires incuits ou des grappiers constitués d'éléments surcuits), il semble que sa teneur en hydroxyde de calcium soit de 26 % du poids de mortier sec.

Dans notre procédé de fabrication, l'hydroxyde de calcium participant à la réaction silico-calcaire provient de l'ajout au mortier de la chaux tech. D'autres méthodes peuvent être envisagées qui pourraient conduire à une fabrication industrielle : de nombreux loess contiennent de la calcite en proportion variable. La cuisson de certains d'entre eux fournit, par dissociation du calcaire, la quantité de chaux vive nécessaire. Après son extinction, tous les éléments participant à la réaction se trouvent réunis<sup>(1)</sup> en l'absence de charge inerte.

Dans de telles conditions, le matériau obtenu serait pratiquement identique à la matière première préparée industriellement à grand frais. Nous avons montré, tout au long de cette étude que le loess, lors d' l'autoclavage, avait un comportement proche de celui du sable broyé très fin ;

---

(1) Il faut ajouter que la dissociation de la calcite en chaux vive s'effectue à des températures très inférieures à 900°C en présence de quartz. Elles peuvent être de l'ordre de 500 à 600°C selon les concentrations du quartz (Pascal, 1963).

l'adaptation des divers procédés de fabrication à ce matériau pour réaliser des bétons cellulaires autoclavés doit être possible. C'est notamment le cas des mortiers confectionnés sans chaux : celle-ci est remplacée par un ciment Portland très riche en silicate double et triple de calcium. La prise de ce liant s'effectue en libérant de la chaux éteinte (p. 108) susceptible de se combiner à la silice pour former les silicates de calcium hydraté des bétons autoclavés (p. 150 à 166). Le CPA 400, très riche en  $C_2S$  et  $C_3S$  semble le mieux approprié.

Compte tenu du coût relativement bas des ciments Portland par rapport à la chaux, l'emploi de ce liant permettrait d'obtenir à la fois : la chaux destinée à composer les silicates de calcium hydratés et la tenue nécessaire à la manutention des mortiers indurés.

Cette résistance initiale est intimement liée à la structure du mortier. Plus la densité sera faible plus les risques de fractures seront importants. Nous avons déterminé les proportions relatives des constituants, la température de coulée et la teneur en eau assurant les meilleures résistances (p. 127 à 145) dans des conditions déterminées de traitement. La nature de celui-ci est également un facteur prépondérant.

## B - DURCISSEMENT DU BETON

Celui-ci est en relation étroite avec la durée du traitement.

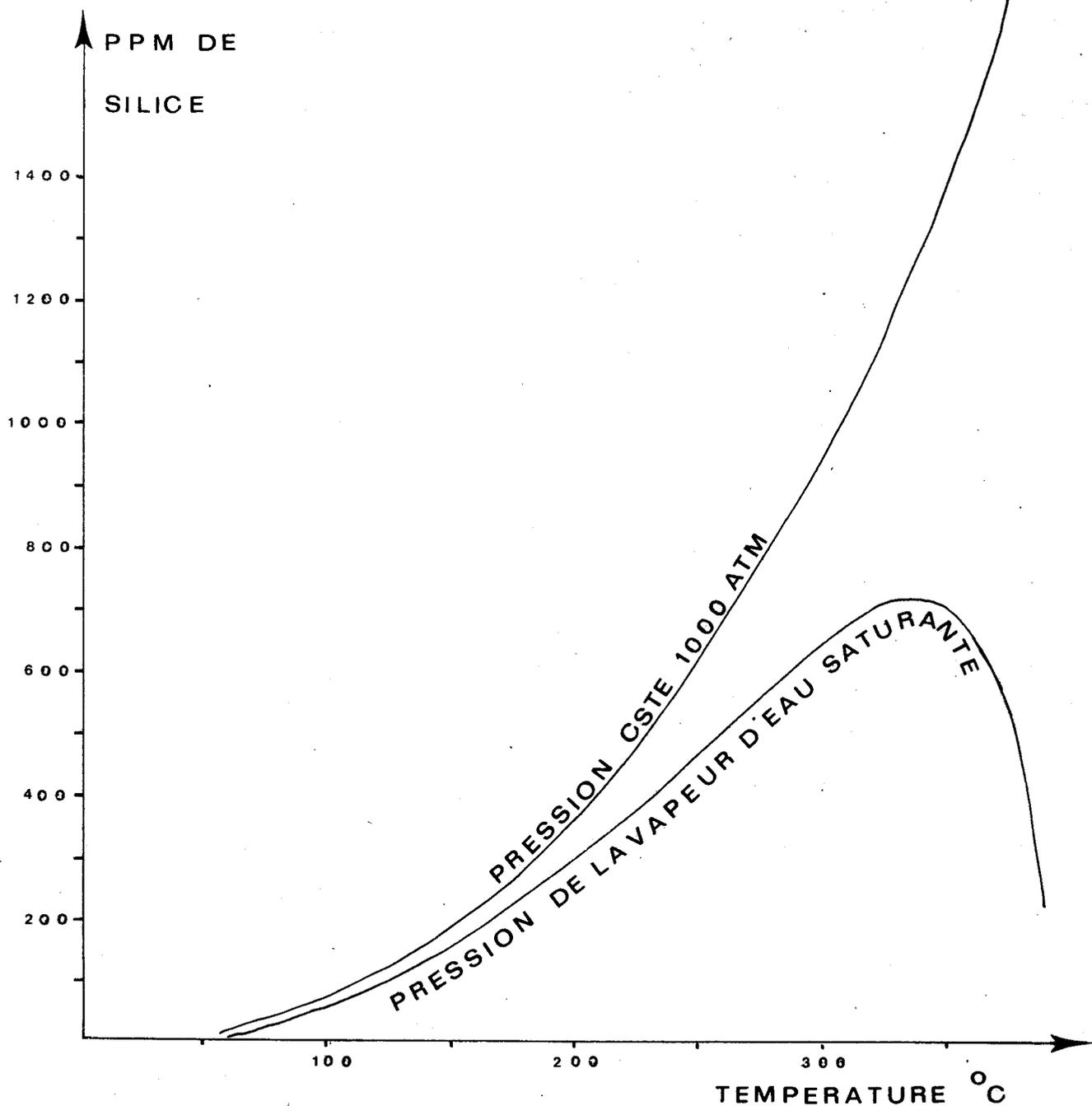
Nous avons montré (p. 188) qu'en traitant le mélange de chaux et de loess dans des conditions considérées comme limite (10 bars pendant 10 heures), le béton obtenu présente des propriétés tout à fait compatibles avec les normes actuellement en vigueur.

Les procédés industriels ont cependant recours à des traitements plus énergiques : l'application de ces méthodes au mortier de loess devrait conduire à des bétons plus résistants.

La détermination des processus de formation des silicates de calcium hydratés nous permet de connaître les facteurs influençant la réaction silico-calcaire.

Nous avons vu que la formation de la tobermorite et du CSH peut être considérée comme le résultat de la précipitation d'un sel d'acide faible et d'une base forte en solution (p. 168). La solubilité de la chaux étant très supérieure à celle du quartz, c'est la mise en solution de la silice qu'il faut favoriser.

Les travaux de Morey (1962) montrent que, pour des températures de 200°C, la pression n'influe pas sur la solubilité du quartz (fig. 53).



SOLUBILITE DE LA SILICE EN FONCTION  
DE LA TEMPERATURE ET DE LA PRESSION  
(D'APRES G.W. MOREY, R.O. FOURNIER, J.J ROWE)



Ce n'est qu'à partir d'une température supérieure à 250°C que les courbes se différencient nettement : à la pression de vapeur d'eau saturante, la solubilité du quartz est maximale aux environs de la température critique de l'eau ; au delà, le passage en solution est fortement diminué.

A des pressions de l'ordre de 1 000 bars, ce maximum est loin d'être atteint, la mise en solution de la silice continue de croître.

L'un des procédés facilitant le passage en solution du quartz et donc favorisant la précipitation en plus grande quantité des composés silico-calcaires consiste à augmenter la température de l'autoclavage.

Cette méthode est cependant très coûteuse en énergie et en matériel aux environs de 300°C.

Le procédé le mieux approprié semble donc résider en une faible élévation de la température compatible avec la qualité du matériel de fabrication et une augmentation de la durée du traitement : comme nous l'avons supposé (p. 166), cette méthode accélèrera la transformation du CSH en tobermorite, et dans le cas d'un surdosage en chaux, mettra à contribution une plus grande quantité de quartz (comme le montre les photos 17 et 23, toutes les surfaces du quartz ne sont pas recouvertes par le CSH : une quantité non négligeable demeure donc susceptible d'être mise en solution).

L'augmentation de la température entraîne la synthèse des silicates de calcium hydratés ; son action ne semble pas provoquer de bouleversements profonds dans la nature des produits silico-calcaires. Les travaux d'Assarson (1956) montrent que la phase de basse température (synthétisée à des températures < 220°C) : la tobermorite possède un rapport C/S de 0,67, le minéral synthétisé à haute température (supérieur à 220°C) est proche de la gyrolite dont le rapport C/S est de 0,66. L'augmentation des résistances à l'écrasement semble provenir d'une augmentation de la quantité du liant et non de la formation d'une phase plus riche en silice : le liant ainsi créé est plus important et plus homogène.

Ceci est conforme à la théorie de Le Chatelier selon laquelle les précipités hydratés sont peu solubles : il n'y a pas de remobilisation du minéral, dès que celui-ci est apparu, pour donner naissance à un autre composé.

A cette méthode physique, on peut adjoindre un procédé chimique destiné à faciliter la mise en solution de la silice : bien qu'aucun auteur n'ait pu préciser leurs actions, tous s'accordent à reconnaître l'effet catalyseur qu'ont les halogénures alcalins.

Ce sont essentiellement leurs propriétés d'isolants thermique et leur faible poids qui ont permis et permettront encore l'essor des bétons cellulaires autoclavés en France, notamment à cause des restrictions d'énergie. Ils constituent l'un des matériaux les plus isolants actuellement commercialisés pour la construction (20 cm de béton cellulaire autoclavé correspondent à 40 cm de briques creuses, 50 cm de blocs graviers isothermes, 75 cm de briques pleines ou encore 120 cm de béton ou de pierre de taille).

Cependant et bien que ces matériaux permettent d'obtenir des surfaces construites d'un coût inférieur à celles réalisées avec des éléments traditionnels (INFORMAT, n° 138, octobre 1978), certains postes de fabrication se révèlent encore trop onéreux : en effet les procédés actuels nécessitent presque exclusivement des sables quartzeux très purs. Les incidences économiques sont de deux ordres :

- les gisements très localisés confèrent aux unités de production une implantation déterminée ;
- ces sables ne peuvent être directement employés pour la confection des mortiers : ils doivent subir un broyage très long destiné à augmenter les surfaces exposées à l'action de la vapeur d'eau lors de l'autoclavage (le rendement des broyeurs à boulets utilisés varie selon les estimations de 2 à 20 %).

Nous avons montré, au cours de cette étude, que le loess présente toutes les conditions requises pour être employé directement dans la fabrication de bétons cellulaires autoclavés de ce type. Ils répondent pour une grande part aux exigences économiques et techniques :

- ces dépôts de couverture sont facilement exploitables et largement répartis sur l'ensemble du territoire. N'étant plus subordonnées à la proximité de gisements épars, des unités de production moyennes peuvent ainsi être implantées près des centres d'utilisation ;
- le loess se présente comme un matériau pulvérulent, essentiellement composé de fines particules de quartz : il ne nécessite pas de broyage, seule une installation légère destinée à homogénéiser le mortier est nécessaire ;
- nous avons également montré que les éléments argileux qu'il contient ne constituent pas une gêne : lors de l'autoclavage, ils sont entièrement détruits et leurs composants sont intégrés dans les minéraux synthétisés ;

- malgré la charge inerte que représente la calcite, la détermination des facteurs influençant la réaction silico-calcaire a permis de confectionner des bétons cellulaires dont les qualités sont comparables à celles des fabrications industrielles présentes ;
- le traitement qui a été appliqué est beaucoup moins sévère : il n'a duré que 10 heures à 180°C : toute prolongation de l'autoclavage permettrait d'améliorer encore la résistance à l'écrasement.

Par ailleurs, la calcite peut fournir l'apport de chaux indispensable à la formation des composés silico-calcaires par cuisson de loess contenant les teneurs en calcaire appropriées : la température de dissociation du carbonate est notablement abaissée par la présence de quartz, l'extinction de l'oxyde de calcium lors du gâchage amènera ce mortier de chaux et de silice à la température requise pour la coulée. Seule la poudre d'aluminium destinée à obtenir une structure cellulaire sera à ajouter.



**MINISTERE DE L'AMENAGEMENT DU TERRITOIRE,  
DE L'EQUIPEMENT ET DES TRANSPORTS**

**Décret n° 74-306 du 10 avril 1974 modifiant le décret n° 69-596 du 14 juin 1969 fixant les règles générales de construction des bâtiments d'habitation.**

Le Premier ministre.

Sur le rapport du ministre d'Etat, ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports, du ministre de l'intérieur, du ministre des affaires culturelles et de l'environnement, du ministre de l'industrie, du commerce et de l'artisanat et du ministre de la santé publique et de la sécurité sociale,

Vu le code de l'urbanisme et de l'habitation, et notamment son article 92 ;

Vu le code de l'urbanisme, notamment son livre IV ;

Vu l'avis du comité consultatif de l'utilisation de l'énergie du 3 février 1974 ;

Le Conseil d'Etat (section des travaux publics) entendu,

Décète :

Art. 1<sup>er</sup>. — L'article 6 du décret n° 69-596 du 14 juin 1969 est abrogé et remplacé par les dispositions suivantes :

**Article 6.**

Les équipements et caractéristiques des bâtiments d'habitation doivent permettre de maintenir au-dessus de 18 °C la température intérieure résultante au centre des pièces.

Cette température doit pouvoir être obtenue moyennant une dépense d'énergie aussi réduite que possible ; à cet effet :

Le coefficient volumique de déperditions thermiques doit être égal ou inférieur à une valeur fixée par l'arrêté visé ci-dessous ;

Les équipements de chauffage de tous les bâtiments, à l'exception de certains appareils individuels dont la conception l'interdit, doivent comporter un dispositif de réglage automatique de température.

Un arrêté conjoint du ministre d'Etat, ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports, du ministre de l'intérieur, du ministre des affaires culturelles et de l'environnement, du ministre de l'industrie, du commerce et de l'artisanat et du ministre de la santé publique et de la sécurité sociale précisera les modalités d'application du présent article.

Art. 2. — Les dispositions du présent décret ne sont pas applicables aux départements d'outre-mer.

Art. 3. — Les dispositions du présent décret sont applicables aux projets de construction ayant fait l'objet, soit d'une demande de permis de construire ou de prorogation de permis de construire, soit d'une déclaration préalable de travaux au sens de l'article L. 470-3 du code de l'urbanisme, après la publication de l'arrêté visé à l'article 1<sup>er</sup>.

Les constructions qui feront l'objet d'une déclaration d'achèvement de travaux postérieure à la date du 31 décembre 1978 devront être conformes aux prescriptions du présent décret et ce, quelle que soit la date de la demande de permis de construire ou de la déclaration préalable de travaux.

Art. 4. — Le ministre d'Etat, ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports, le ministre de l'intérieur, le ministre des affaires culturelles et de l'environnement, le ministre de l'industrie, du commerce et de l'artisanat, le ministre de la santé publique et de la sécurité sociale, le secrétaire d'Etat auprès du Premier ministre, chargé des départements et territoires d'outre-mer, le secrétaire d'Etat auprès du ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports, chargé du logement, et le secrétaire d'Etat auprès du ministre des affaires culturelles et de l'environnement, chargé de l'environnement, sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent décret, qui sera publié au Journal officiel de la République française.

Fait à Paris, le 10 avril 1974.

PIERRE MESSMER.

Par le Premier ministre :

*Le ministre d'Etat, ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports,*  
OLIVIER GUICHARD.

*Le ministre de l'intérieur,*  
JACQUES CHIRAC.

*Le ministre des affaires culturelles et de l'environnement,*  
ALAIN PEYREFITTE.

*Le ministre de l'industrie, du commerce et de l'artisanat,*  
YVES GUÉNA.

*Le ministre de la santé publique et de la sécurité sociale,*  
MICHEL PONIATOWSKI.

*Le secrétaire d'Etat auprès du Premier ministre, chargé des départements et territoires d'outre-mer,*  
JOSEPH COMITI.

*Le secrétaire d'Etat auprès du ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports, chargé du logement,*  
CHRISTIAN BONNET.

*Le secrétaire d'Etat auprès du ministre des affaires culturelles et de l'environnement, chargé de l'environnement,*  
PAUL DIJOU.

**Isolation thermique et réglage automatique des installations de chauffage dans les bâtiments d'habitation.**

Le ministre d'Etat, ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports, le ministre de l'intérieur, le ministre de l'industrie, du commerce et de l'artisanat, le ministre de la santé publique et de la sécurité sociale, le secrétaire d'Etat auprès du ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports, chargé du logement, et le secrétaire d'Etat auprès du ministre des affaires culturelles et de l'environnement, chargé de l'environnement,

Vu le code de l'urbanisme, notamment le titre III du livre IV ;

Vu le décret n° 69-596 du 14 juin 1969 fixant les règles générales de construction des bâtiments d'habitation visés à l'article 92 du code de l'urbanisme et de l'habitation, et notamment son article 6,

Arrêtent :

Art. 1<sup>er</sup>. — La caractéristique d'isolation des locaux d'habitation prise en considération dans le présent arrêté est le coefficient volumique de déperditions thermiques, appelé coefficient G ainsi défini :

Le coefficient G d'un logement est égal aux déperditions thermiques de ce logement pour un degré d'écart de température entre l'intérieur et l'extérieur, divisées par son volume habitable, tel qu'il est défini à l'article 2 du décret susvisé. Il est exprimé en watts par mètre cube et par degré celsius.

Les locaux destinés à la vie professionnelle, lorsque celle-ci s'exerce au moins partiellement dans le même ensemble de pièces que la vie familiale, sont considérés comme partie intégrante du logement.

En ce qui concerne les locaux d'habitation autres que les logements, chaque local, s'il s'agit d'un local isolé tel qu'un local collectif résidentiel, ou chaque ensemble de locaux, s'il s'agit de locaux formant une entité telle qu'un foyer de jeunes travailleurs ou un foyer pour personnes âgées, est assimilé à un logement auquel s'applique la définition du coefficient G donnée ci-dessus. Dans la suite du présent arrêté le terme « logement » désigne indifféremment soit un logement, soit un local isolé ou un ensemble de locaux assimilés à un logement.

Le calcul du coefficient G d'un logement se fait en comptant d'une part les déperditions par transmission à travers les parois en contact avec l'extérieur, les vides sanitaires, le sol et les locaux non chauffés, d'autre part les déperditions par renouvellement d'air, les conventions suivantes étant adoptées :

1° La température est uniforme dans toutes les pièces constituant le volume habitable du logement ainsi que dans celles des logements adjacents. En ce qui concerne les autres locaux adjacents :

Ceux qui, d'après leur destination, sont normalement chauffés dans des conditions analogues ou supérieures à celles des logements, sont considérés comme étant à la température des logements ;

Les autres sont considérés comme non chauffés.

2° Les déperditions par transmission à travers les parois sont calculées à partir des caractéristiques thermiques moyennes des matériaux en œuvre et en tenant compte des ponts thermiques, de la protection des vitrages, de l'exposition au vent et de la présence d'éléments chauffants en parois.

3° Les déperditions par renouvellement d'air sont calculées à partir du renouvellement moyen dû à l'équipement de ventilation, complété par le renouvellement supplémentaire éventuel lié à la perméabilité des façades et à l'exposition au vent. Si le renouvellement moyen dû à l'équipement de ventilation est inférieur à une fois par heure le volume habitable des pièces principales, c'est cette dernière valeur qui est prise en considération dans le calcul.

4° Il est tenu compte de la chaleur récupérée ou transférée par des équipements tels qu'échangeurs de chaleur et pompes à chaleur.

Art. 2. — L'ensemble du territoire métropolitain est divisé en trois zones climatiques, A, B et C, conformément au tableau annexé au présent arrêté.

Les logements sont répartis en sept classes d'après les critères suivants :

1° Le fait qu'ils sont indépendants ou non. Un logement est dit indépendant s'il n'est lié à aucun autre logement si ce n'est par un ou des locaux non chauffés ou considérés comme tels (compte tenu de la convention définie à l'article 1<sup>er</sup> ci-dessus), ou par une ou des parois mitoyennes, c'est-à-dire dont les deux faces donnent sur des pièces entrant dans le volume habitable, de moins de quinze mètres carrés ;

2° Le rapport à la surface habitable de la surface des parois horizontales ou en pente, en contact avec l'extérieur, un vide sanitaire, le sol ou un local non chauffé (ou considéré comme tel, compte tenu de la convention définie à l'article 1<sup>er</sup> ci-dessus). La surface de ces parois est calculée comme la surface habitable définie à l'article 2 du décret n° 69-596 du 14 juin 1969, les parois en pente n'étant comptées que pour leur projection horizontale ;

3° Leur volume habitable.

Cette répartition reste valable pour les locaux ou ensemble des locaux assimilés à des logements au sens donné à l'article 1<sup>er</sup> du présent arrêté. Le logement auquel est assimilé un ensemble de locaux est toujours considéré comme non indépendant.

Les sept classes de logement sont ainsi définies :

CLASSES	TYPE de logement.	VALEUR DU RAPPORT défini au paragraphe 2° ci-dessus.	VOLUME HABITABLE
I	Indépendant.	Indifférente.	Inférieur à 150 m <sup>3</sup> .
II	Indépendant.	Indifférente.	Supérieur ou égal à 150 m <sup>3</sup> .
	Non indépendant	Supérieure à 1,75.	Inférieur à 300 m <sup>3</sup> . Inférieur à 150 m <sup>3</sup> .
III	Indépendant.	Indifférente.	Supérieur ou égal à 300 m <sup>3</sup> .
	Non indépendant	Supérieure à 1,75.	Supérieur ou égal à 150 m <sup>3</sup> .
IV	Non indépendant	Supérieure à 1,25 et inférieure ou égale à 1,75.	Indifférent.
V	Non indépendant	Supérieure à 0,75 et inférieure ou égale à 1,25.	Indifférent.
VI	Non indépendant	Supérieure à 0,25 et inférieure ou égale à 0,75.	Indifférent.
VII	Non indépendant	Inférieure ou égale à 0,25.	Indifférent.

Art. 3. — Le coefficient G d'un logement ne doit pas dépasser la valeur indiquée dans le tableau ci-dessous pour sa classe et la zone climatique où il est construit :

CLASSES	DANS UNE PREMIÈRE PHASE			DANS UNE DEUXIÈME PHASE		
	Zone A.	Zone B.	Zone C.	Zone A.	Zone B.	Zone C.
I	2,30	2,85	2,90	1,60	1,75	2,00
II	2,15	2,50	2,75	1,45	1,60	1,90
III	2,00	2,30	2,55	1,30	1,45	1,75
IV	1,80	2,05	2,30	1,20	1,35	1,60
V	1,60	1,85	2,05	1,10	1,20	1,45
VI	1,40	1,65	1,80	0,95	1,05	1,25
VII	1,25	1,45	1,60	0,85	0,95	1,10

La définition des phases est donnée à l'article 6 ci-après.

Art. 4. — Dans une première phase les installations de chauffage doivent comporter au moins les dispositifs de réglage automatique suivants :

En cas de chauffage collectif, un dispositif par bâtiment, réglant la fourniture de chaleur en fonction de la température extérieure ;

En cas de chauffage individuel, un dispositif par logement ou par pièce, réglant la fourniture de chaleur en fonction soit de la température extérieure, soit de la température intérieure. Ces prescriptions ne sont pas applicables aux générateurs individuels dont le principe de fonctionnement n'autorise que le réglage manuel ;

En cas de chauffage mixte, pour la partie collective, un dispositif tel que défini ci-dessus pour le chauffage collectif et, pour la partie individuelle, un dispositif par logement ou par pièce, réglant la fourniture de chaleur en fonction de la température intérieure.

Dans une deuxième phase, les prescriptions précédentes restent valables, mais dans le cas de chauffage exclusivement collectif, l'installation doit comporter des dispositifs complémentaires par pièce, par logement ou par partie de bâtiment ayant pour objet d'éviter automatiquement que la fourniture de chaleur n'excède les besoins, compte tenu en particulier des influences autres que celle de la température extérieure.

La définition des phases est donnée à l'article 6 ci-après.

Art. 5. — Dans le cas de surélévations ou d'additions à des bâtiments existants, seules les dispositions concernant le coefficient G définies aux articles 1<sup>er</sup> à 3 du présent arrêté sont applicables et elles ne le sont qu'à ces additions ou surélévations.

Art. 6. — Les dispositions du présent arrêté sont applicables à toutes les constructions ayant fait l'objet d'une demande de permis de construire, d'une demande de prorogation de permis de construire, ou d'une déclaration préalable de travaux au sens de l'article L. 470-3 du code de l'urbanisme, à compter des dates suivantes :

Le 1<sup>er</sup> mai 1974 en ce qui concerne les prescriptions fixées pour la première phase aux articles 3 et 4 ci-dessus ;

Le 1<sup>er</sup> juillet 1975 en ce qui concerne les prescriptions fixées pour la deuxième phase aux articles 3 et 4 ci-dessus.

De plus, toutes les constructions qui feront l'objet d'une déclaration d'achèvement de travaux au sens de l'article R. 460-1 du code de l'urbanisme postérieure à la date du 31 décembre 1978 devront être conformes aux prescriptions fixées pour la deuxième phase aux articles 3 et 4 ci-dessus, et ce, quelle que soit la date de la demande de permis de construire ou de la déclaration préalable de travaux.

Art. 7. — Le directeur de la construction est chargé de l'exécution du présent arrêté, qui sera publié au Journal officiel de la République française.

Fait à Paris, le 10 avril 1974.

*Le ministre d'Etat, ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports,*  
OLIVIER GUICHARD.

*Le ministre de l'intérieur,*  
JACQUES CHIRAC.

*Le ministre de l'industrie, du commerce et de l'artisanat,*  
YVES GUÉNA.

*Le ministre de la santé publique et de la sécurité sociale,*  
MICHEL PONIATOWSKI.

*Le secrétaire d'Etat auprès du ministre de l'aménagement du territoire, de l'équipement et des transports, chargé du logement,*  
CHRISTIAN BONNET.

*Le secrétaire d'Etat auprès du ministre des affaires culturelles et de l'environnement, chargé de l'environnement,*  
PAUL DIJOU.

ANNÉES	U.R.S.S.		SUÈDE		R.F.A.		GRANDE-BRETAGNE		HOLLANDE		BELGIQUE		FRANCE	
	nombre usines	millions m <sup>3</sup> /an	nombre usines	millions m <sup>3</sup> /an	nombre usines	millions m <sup>3</sup> /an	nombre usines	millions m <sup>3</sup> /an	nombre usines	millions m <sup>3</sup> /an	nombre usines	millions m <sup>3</sup> /an	nombre usines	millions m <sup>3</sup> /an
1947	—	—	9	0,6	1	0,02	—	—	—	—	—	—	—	—
1961	—	—	13	1,25	6	0,6	7	0,4	2	0,1	—	—	—	—
1967	230	> 3	16	1,5 (1)	14	1,3 (2)	13	1,3 (3)	3	0,21 (4)	2	0,5	1	0,15

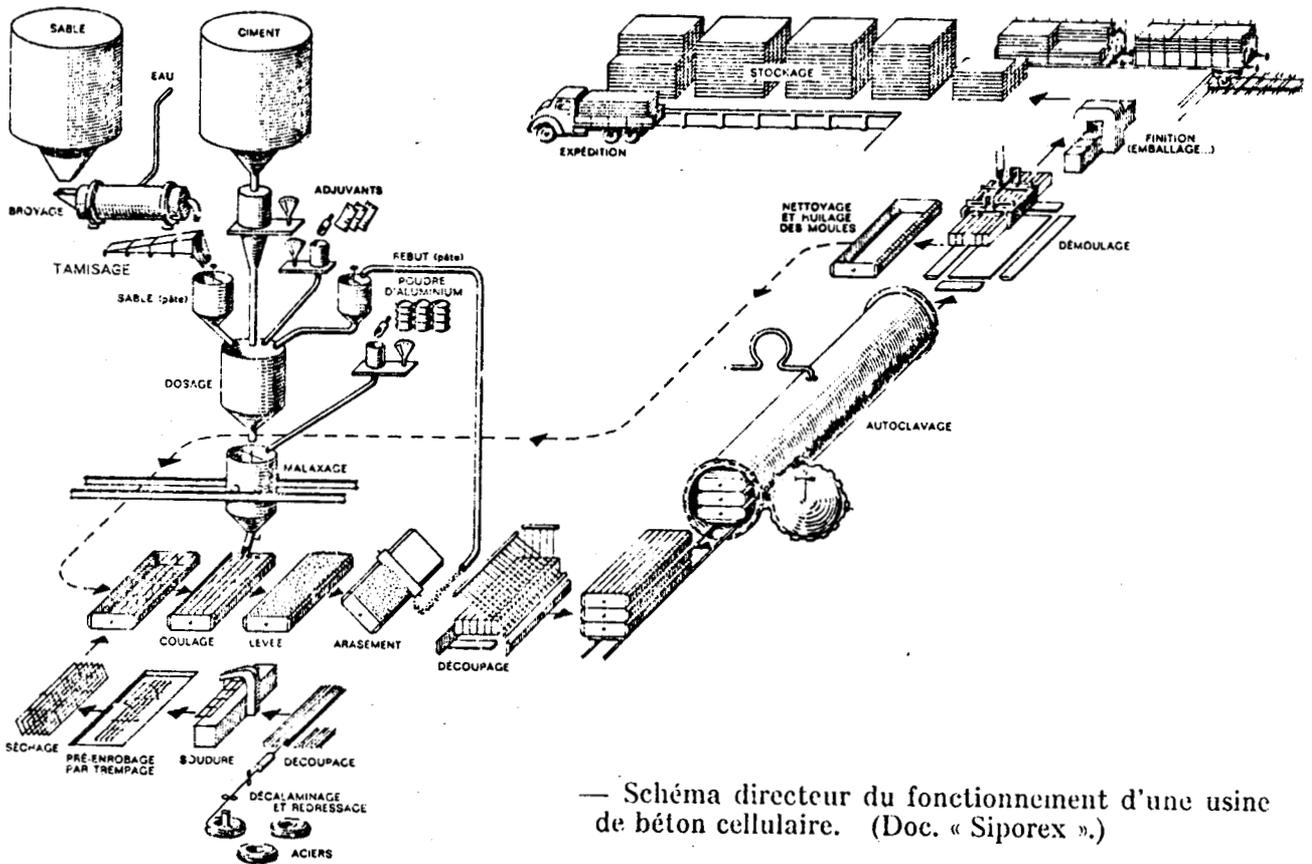
- (1) dont 50 % d'éléments armés.  
 (2) dont 35 % d'éléments armés.  
 (3) dont 15 % d'éléments armés.  
 (4) dont 17 % d'éléments armés.

**— Productions des principaux fabricants européens de bétons cellulaires autoclavés.**

Fabricants  Pays producteurs	SIPOREX (année 1971)		DUROX (année 1971)		Y-TONG (année 1970)		HEBEL (année 1971)		Total approximatifs	
	nombre usines	production m <sup>3</sup> /an	nombre usines	production m <sup>3</sup> /an	nombre usines	production m <sup>3</sup> /an	nombre usines	production m <sup>3</sup> /an	nombre usines	production m <sup>3</sup> /an
Algérie	1 (1)	120 000							1	120 000
Allemagne (R.D.A.)							1 (2)	320 000	1	320 000
Allemagne (R.F.A.)	3	400 000			10	1 240 000	4 + 1 (2)	716 000	13	2 356 000
Belgique	1	150 000			1	350 000			2	500 000
Canada	1	80 000							1	80 000
Chine	1	120 000							1	120 000
Cuba	1	40 000							1	40 000
Danemark	1	100 000							1	100 000
Espagne					4	200 000			4	200 000
Finlande	2	300 000							2	300 000
France	1 + 1 (1)	450 000	1 (1)	300 000					3	750 000
Grande-Bretagne	1	80 000			7	760 000			8	840 000
Hollande			3	1 000 000					3	1 000 000
Inde	1	80 000							1	80 000
Japon	2	300 000	1 + 1 (1)	600 000	1	80 000	2 (2) + 1 (1)	660 000	8	1 640 000
Mexique	1	50 000							1	50 000
Norvège					1	110 000			1	110 000
Pologne	3	400 000							3	400 000
Roumanie							2 (2) + 2 (1)	1 040 000	4	1 040 000
Suède	4	500 000			6	770 000			10	1 370 000
Suisse	1	60 000							1	60 000
Tchécoslovaquie	1	90 000							1	90 000
Turquie						90 000			1	90 000
U. S.-Africaine							1 (2)	120 000	1	120 000
Yugoslavie	2	200 000							2	200 000
<b>TOTAUX</b>	<b>29</b>	<b>3 620 000</b>	<b>6</b>	<b>1 900 000</b>	<b>31</b>	<b>3 600 000</b>	<b>14</b>	<b>2 856 000</b>	<b>80</b>	<b>11 976 000</b>

- (1) Usine en construction.  
 (2) Usine licenciée.





— Schéma directeur du fonctionnement d'une usine de béton cellulaire. (Doc. « Siporex ».)

19 - 1364

d	3.08	11.3	2.98	11.3	Ca <sub>5</sub> (OH) <sub>2</sub> Si <sub>6</sub> O <sub>16</sub> ·4H <sub>2</sub> O Calcium Hydroxide Silicate Hydrate (Tobermorite)
I/I <sub>1</sub>	100	80	65	80	
Rad. CuKα λ 1.5418 Filter Ni Dia. I/I <sub>1</sub> Diffractometer					
Cut off I/I <sub>1</sub> Diffractometer					
Ref. Private Communication, Takahashi, Governmental Industrial Research Inst., Ikeda, Osaka, Japan (1967)					
Sys. Orthorhombic* S.G. C222 <sub>1</sub> (20)					
a	11.27	b	7.35	c	22.74 A 1.533 C 3.094
α		β		γ	Z 4 Dx 2.576
Ref. Ibid.					
*The cell dimensions were obtained with a help of a single crystal electron diffraction pattern, Sn being used as a reference of the wave length.					
Prepared by K. Kubo, Osaka Packing Mfg Company, Osaka, by the autoclave method at 175°C. Chemical analysis: ignition loss 15.22%, SiO <sub>2</sub> 45.68%, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2.00%, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.11%, CaO 36.24%, MgO 0.53%.					
d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl	d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl
1.3	80	002	1.795	<2	0211
5.67	4	200	1.738	4	605
5.48	25	201	1.673	20	620,429
3.78	6	006	1.627	10	607,245
3.64	8	021	1.571	2	4012,0213
3.53	20	205	1.541	8	440,048
3.31	18	023	1.510	2	609
3.08	100	220	1.440	6	628,249
2.98	65	222	1.412	4	800
2.82	40	400,207	1.399	4	802
2.738	10	402	1.375	4	4213
2.526	12	404	1.286	2	207,6013
2.434	10	027	1.263	2	645
2.297	8	209	1.219	4	647,827
2.264	14	406	1.194	2	262
2.146	16	423	1.115	4	840
2.080	10	228,029			
2.001	20	425,408			
1.842	40	040,427			
1.822	6	603			

B

19 - 52

d	3.09	11.8	3.00	11.8	Ca <sub>5</sub> Si <sub>5</sub> Al(OH) <sub>0.17</sub> 5H <sub>2</sub> O Calcium Aluminum Silicate Hydrate (Aluminum Tobermorite)
I/I <sub>1</sub>	100	45	45	45	
Rad. CuKα λ 1.5418 Filter Ni Dia. I/I <sub>1</sub> Diffractometer					
Cut off I/I <sub>1</sub> Diffractometer					
Ref. Private Communications, Takahashi, Governmental Industrial Research Institute, Osaka, (1967)					
Sys. Monoclinic S.G.					
a <sub>0</sub>	11.25	b <sub>0</sub>	7.34	c <sub>0</sub>	23.5 A 1.533 C 3.202
α	90°	β	90°	γ	91.6° Z 4 Dx 2.497
Ref. Ibid.*					
ca		nωβ		εγ	Sign
2V		D		mp	Color
Ref.					
*The cell dimensions were obtained with the help of a single crystal electron diffraction pattern, Sn being used as a reference of the wave-length.					
Prepared by K. Kubo, Osaka Packing Mfg. Company, Ltd., Osaka, by the autoclave method at 175°C.					
d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl	d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl
11.8	45	002	1.459	2	0410
5.78	4b	200	1.445	6	628,4014
5.50	25	201	1.439	6	0215
3.65	6b	021	1.408	6	800
3.09	100	220,220	1.378	8	448,6210
2.995	45	222	1.291	2	0217
2.814	35	400	1.261	2	825
2.529	6	404			
2.442	4	027			
2.319	10	0010			
2.288	10	209,420+			
2.153	8	423,029			
2.102	10	228			
2.014	8	408,425			
1.848	30	040,0211			
1.825	6	603,042			
1.728	2				
1.675	20	620			
1.631	6	624,245			
1.546	16	440			

FORM T-2  
B



- LISTE DES ABBREVIATIONS -

Amer. Min.	: The American Mineralogist
Am. Soc. Bull.	: American Society Bulletin
Ann. S. G. N.	: Annales de la Société géologique du Nord
Bull. liais. labo. rout.	: Bulletin de liaison des laboratoires routiers
Cem. Concr. Res.	: Cement Concrete Research
Clay min. Bull.	: Clay minerals Bulletin
Geo. Cosmo. Acta	: Geochimica and Cosmochimica Acta
Highw. Res. Record	: Highweigh Research Record
J. Am. Cer. Soc.	: Journal of the American Ceramic Society
J. Amer. Chem. Soc.	: Journal of the American Chemistry Society
J. Am. Concr. Inst.	: Journal of the American Concrete Institute
J. Appl. Chem.	: Journal of Applied Chemistry
J. Chem. Soc.	: Journal of the Chemical Society
J. Colloid interface Sci.	: Journal of the Colloid interface Science
J. Geo.	: Journal of Geology
J. Phys. Chem.	: Journal of Physical Chemistry
Mag. Concr. Res.	: Magazine of the Concrete Research
Min. Abs.	: Mineralogical Abstract
Min. Mag.	: Mineralogical Magazine
Min. Soc.	: Mineralogical Society
Nat. Bur. Stan.	: National Bureau of Standard
Revue mat. const.	: Revue des matériaux de construction

- SIGLES -

A. F. NOR.	: Association française de normalisation
A. S. T. M.	: American Society for testing and materials
C. E. R. I. B.	: Centre d'étude et de recherche de l'industrie du béton manufacturé
C. S. T. B.	: Centre scientifique et technique du bâtiment
I. N. R. A.	: Institut national de recherche agronomique
I. T. B. T. P.	: Institut des techniques du bâtiment et des travaux publics

- BIBLIOGRAPHIE -

- AITKEN A., TAYLOR H.F.W. (1960).- Hydrothermal reaction in lime-quartz pastes. *J. Appl. Chem.*, London, 10, p. 7 à 15.
- ASSARSON G.O., RYDBERG E. (1956).- Hydrothermal reaction between calcium hydroxyde and amorphous silica. *J. Phys. Chem.*, t. 60, p. 397-404.
- ASSARSON G.O. (1956).- Hydrothermal reaction between calcium hydroxyde and amorphous silica in atmosphere of unsaturated steam. *J. Phys. Chem.*, t. 60, p. 1559-1564.
- ASSARSON G.O. (1957).- Hydrothermal reaction between calcium hydroxyde and amorphous silica : the reaction between 180 and 220°C. *J. Phys. Chem.*, t. 61, p. 473-479.
- ASSARSON G.O. (1958).- Hydrothermal reaction between calcium hydroxyde and amorphous silica : the reaction between 120 and 160°C. *J. Phys. Chem.*, t. 62, p. 223-228.
- AUBOUIN J., BROUSSE R., LEHMAN J.P. (1967).- Précis de géologie. Dunod Université, t. I, p. 128-139, 187-189, 300-303.
- BAIRD T., CAIRNS-SMITH A.G., SNELL D.S. (1975).- Morphology and CO<sub>2</sub>-uptake in tobermorite gel. *J. Colloid interface Sci.*, t. 50, fasc. 2, p. 387-391.
- BELLAR P., POMEROL C. (1968).- Eléments de géologie. A. Colin, pp. 143, 223, 224, 478, Paris.
- BERNARD M. (1968).- Chimie générale. A. Colin, t. II, p. 12, Paris.
- BERTHIER J., TOURENCQ Cl. (1966).- L'essai de compression simple pour les roches. *Bull. liais. labo. rout. Ponts et Chaussées*, n° 20, juillet-août, pp. 2-1 à 2-12, Paris.
- BIELER G. (1952).- Vingt ans de progrès en céramique. Dunod, p. 1 à 57, Paris.
- BLEUER P., RENAULT P. (1975).- Isolation thermique des méthodes de base à la pratique des calculs. Vial H. Dourdan.
- BONTE A. (1955).- Les formations superficielles à silex du Nord de la France, âges et origines. *Extraits des comptes-rendus des séances de l'académie des Sciences*, séance du 13/11/55, t. 24, pp. 1211-1213, 1318-1320.

- BONTE A. (1965).- Le sous-sol de la cité scientifique d'Annappes. *Ann. S. G. N.*, t. LXXXV, séance du 03/11/65, p. 357.
- BONTE A. (1966).- Le Quaternaire de la pointe aux oies entre Wimereux et Ambleteuse (P d C). *Ann. S. G. N.*, séance du 27/04/66, p. 183.
- BOS P., JAVEY C.- Inventaires d'argile à briques et à tuiles dans les départements du Nord et du Pas-de-Calais. *Doc. B. R. G. M. RB 240*.
- BROWN G. (1961).- The X ray identification and crystals structure of clay mineral. *Min. Soc. London*, pp. 51-125, 143-241.
- BRUNAUER S., COPELAND L.E., BRAGG R.H. (1956).- Stoichiometry of the hydration of tricalcium silicate at room temperature : I. *J. Phys. Chem.*, t. 60, p. 112-115.
- BRUNAUER S., COPELAND L.E., BRAGG R.H. (1956).- Stoichiometry of the Hydration of tricalcium silicate at room temperature : II. *J. Phys. Chem.*, t. 60, p. 116-120.
- BRUNAUER S., KANTRO D.L., COPELAND L.E. (1958).- Stoichiometry of the hydration of  $\beta$ -dicalcium silicate and tricalcium silicate at room temperature. *J. Amer. Chem. Soc.*, t. 80, p. 761-767.
- CAILLERE S., HENIN S. (1963).- Minéralogie des argiles. Masson, p. 64-109, 167-173, 198-204, 211-216, Paris.
- CARPENTER A.B., CHALMERS R.A., CARD J.A., SPEAKMAN S., TAYLOR H.F.W. (1966).- Jennite, a new mineral. *Amer. Min.*, t. 51, (1-2), p. 56-74.
- CARUZZI P. (1953).- Pétrographie des roches sédimentaires. Griffon éd., p. 75-89, Neufchatel.
- CHALINE J. (1974).- Le Quaternaire. Dunod, pp. 14-19, 29-34, 44-51, 68-84, Paris.
- CHARLOT G., BEZIER D. (1954).- Analyse quantitative minérale. Masson, chap. II, Paris.
- CLARINGBULL G.F., HEY M.H. (1952).- A re-examination of tobermorite. *Min. Mag.*, t. 29, p. 960-962.
- COLE W.F., KRONNE B. (1959).- Carbonate minerals in hydrated Portland cement. *Nature*, t. 184, p. 57, London.
- COLLEPARDI M., MASSIDA L., USATI G. (1971).- Kinetics and mechanism of aging of tobermorite gel. *Cemento*, t. 68, p. 3-8.

- COOMBS D.S., ELLIS A.J., FYFE W.S., TAYLOR A.M. (1959).- The zeolitic facies with comments on the interpretation of hydrothermal synthesis. *Geo. Cosmo. Acta*, vol. 17, p. 57-107.
- CORMON P. (1953).- Les bétons légers d'aujourd'hui. Eyrolles, Paris.
- DAMELSON A. (1950).- Das Calcit wollastonite gleichgewicht (the calcite wollastonite equilibrium). *Geo. Cosmo. Acta*, p. 55-69.
- DARRE J. et al. (1977).- La chaux. Publication du syndicat national des fabricants de ciments et de chaux. Septembre 1977.
- DEER, HOWIE, ZUSMAN (1963).- Rocks forming minerals. Longmore, Green and Co LTD, vol. V, Londres.
- DELATTRE C., MERIAUX E., WATERLOT M. (1973).- Guides géologiques régionaux : région du Nord, bassin de Mons. Masson, pp. 32-34, 155-164, Paris.
- DERRUAU M. (1962).- Précis de géomorphologie. Masson et cie, p. 157-173, Paris.
- DIAMOND S. (1963).- Tobermorite and tobermorite like calcium silicate hydrate : their properties and relationships to clay minerals. Thèse Purdue university.
- DIAMOND S., DOLCH W.L., WHITE J.L. (1965).- Tobermorite like Calcium silicate hydrates. *Highw. Res. Record*, t. 62, p. 62-79.
- DIAMOND S., WHITE J.L., DOLCH W.L. (1966).- Effects of isomorphous substitution in Hydrothermally synthesized tobermorite. *Amer. Min.*, p. 388-401.
- DUPLAIX J. (1946).- Contribution pétrologique à la classification des limons d'Oissel. *Ann. S. G. N.*, 5e série, t. XVI, p. 597-604.
- DURIEZ, ARRAMBIDE (1952).- Nouveau traité des matériaux de construction. Dunod, Paris.
- DURIEZ, ARRAMBIDE (1961).- Nouveau traité des matériaux de construction. Dunod, t. 1, p. 1064, Paris.
- DYCZEK J.R.L., TAYLOR H.F.W. (1971).- X-ray determination of tobermorite, quartz and  $\alpha\text{C}_2\text{S}$  Hydrate in Autoclaved C-S materials. *Cem. Concr. Res.*, p. 589-605.
- EBERHART J.P. (1976).- Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides. Doin, p. 167-376, Paris.

- EBERHART J.P., GANDAIS M., WILLAIME C. (1978).- Application de la microscopie électronique à la minéralogie. *Bulletin de minéralogie*. Masson, vol. 101, p. 263-284, Paris.
- EHLERS E.J. (1958).- The mechanism of highweigh aggregate formation. *Am. Soc. Bull.*, vol. XXVII, n° 2, p. 95-99.
- EITEL W. (1961).- Silicates sciences. Academic Press, vol. IV, pp. 197-213, 296-305, New-York and London.
- EITEL W. (1961).- Silicates sciences. Academic Press, vol. V, pp. 344-384, 418-428, 465-466, 492-493, 500-503.
- ESTEOULE J., ESTEOULE-CHOUX, PERRET P.- Constitution minéralogique et origine des limons de la cote Nord-Est de Bretagne. *C. R. A. S.*, t. 273, p. 1355-1358.
- FALCOZ-VIGNE J. (1973).- Une nouvelle usine SIPOREX pour la production de béton cellulaire autoclavé. *Revue Matériaux Entreprise*, n° 140, p. 14-15.
- FISCHER R.A. (1947).- Les méthodes statistiques appliquées à la recherche scientifique. Presses universitaires, Paris.
- GARD J.A., TAYLOR H.F.W. (1957).- Further investigation of tobermorite from Loch Eynort, Scotland. *Min. Mag.*, t. 31, p. 361-370.
- GAZE R., ROBERTSON R.H. (1956).- Calcium silicate hydrate : I. *Mag. Concr. Res.*, t. 8, p. 7-12.
- GAZE R., ROBERTSON R.H. (1957).- ~~Un~~ tobermorite crystals from hydrated Cement. *Mag. Concr. Res.*, t. 9, p. 25-26.
- GIGNOUX M. (1960).- Géologie stratigraphique. Masson, p. 648-667, Paris.
- GREENBERG S.A. (1957).- Chemical reactions of calcium hydroxyde, silica and water at 82°C. *J. Phys. Chem.*, t. 61, p. 373-374.
- GRUNNIER J. (1890).- Description géologique du canton de Trélon. *Ann. S. G. N.*, t. XVIII, p. 50-53.
- GUILLAUME L. (1973).- La poudre d'aluminium et les matériaux cellulaires. *Revue Aluminium : application*, n° 422, p. 555-565.
- HACKSPILL L., BESSON J., HEROLD A. (1968).- Chimie minérale. Presses universitaires de France, t. II, p. 963-966, Paris.
- HELLER L., TAYLOR H.F.W. (1951).- Hydrated calcium silicates : II. *J. Chem. Soc.*, p. 2397-2401.
- HELLER L., TAYLOR H.F.W. (1952).- Hydrated calcium silicates : IV. *J. Chem. Soc.*, p. 2535-2541.

- HOYEZ B., LERIBAUT L. (1976).- Caractères exoscopiques des quartz provenant de grès numidiens tyrrhéniens et de grès glauconieux de Sicile centro-occidentale. *Ann. S. G. N.*, t. XVI, p. 193-197.
- JEANROT P., REMOND G. (1978).- Application de la microscopie électronique à la minéralogie : MEB. *Bulletin de minéralogie*, Masson et cie, vol. 101, p. 287-304, Paris.
- JOYAL M. (1941).- Cours de physique. Masson et cie, vol. III, pp. 26-39, 184-190, Paris.
- KALOUSEK G.L. (1955).- Tobermorite and related phases in the system  $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ . *J. Am. Ceram. Inst.*, t. 26, p. 989-1011.
- KALOUSEK G.L. (1957).- Crystal chemistry of Hydrrous calcium silicate : I. *J. Am. Cer. Soc.*, t. 40, p. 74-80.
- KALOUSEK G.L., (PREBUS A.F. (1958).- Crystal chemistry of hydrrous calcium silicate : III. *J. Am. Cer. Soc.*, t. 41, p. 124-132.
- KLEMM A., BERGER R.L. (1972).- Calcination and cementing properties of  $\text{CaCO}_3\text{-SiO}_2$  mixtures. *J. Am. Cer. Soc.*, p. 485-487.
- KREE P. (1969).- Introduction aux mathématiques et à leur application fondamentale. Dunod, p. 442-517, Paris.
- LACROIX Y. (1973).- Analyse chimique, interprétation des résultats par le calcul statistique. Masson et cie, Paris.
- LAFFITE M. (1967).- Cours de chimie minérale. Gauthiers-Villard, p. 204, 205, 250.
- LAFUMA H. (1962).- Chimie appliquée aux matériaux de construction. Masson et cie, p. 97-99, Paris.
- LAURENT A.G.- La méthode statistique dans l'industrie. Marabout coll. "Que sais-je", n° 451.
- LAVAL G. (1959).- Formulaire de construction, bétons, bétons légers, maçonnerie. Dunod, Paris.
- LECLERCQ F. (1976).- Le Permien des friendly beaches, Tasmanie orientale, Australie : Exoscopie des grains de quartz, t. II, p. 267-298. Thèse de doctorat de 3e cycle, U. E. R. des Sciences de la Terre de Lille.
- LEICHT F.N. (1975).- (Siporex Ltd). Autoclaved cured concrete : Concrete (6B), t. 9, n° 6, p. 49-50.

- LEPLAT J. (1968).- Limons et loess. *Bull. labo. rout. Ponts et Chaussées*, n° 29, janvier-février, p. 2-27.
- LERIBAULT L. (1975).- L'exoscopie, méthodes et applications. Compagnie française des pétroles, Paris.
- LEVY J.P. (1965).- Les bétons légers. Eyrolles, p. 109-174, Paris.
- LEWICKI B. (1968).- Dalles et planchers en bétons légers armés ou précontraints. Eyrolles, Paris.
- MACKENZIE R.C. (1970).- Differential thermal analysis. Academic Press, pp. 31, 122, 303-341, 497-551, 592-594, London and New-York.
- McCONNEL J.D.C. (1954).- Hydrated calcium silicates Riversideite, tobermorite and plombierite. *Min. Mag.*, vol. 30, p. 293-305.
- MEGAW H.D., KELSEY C.H. (1956).- Crystal structure of tobermorite. *Nature*, vol. 177, p. 390-391, London.
- MIDGLEY H.G.; CHOPKRA S.K. (1960):- Hydrothermal reaction between lime and aggregate fines. *Mag. Concr. Res.*, vol. 12, p. 73-82.
- MILLOT G. (1964).- Géologie des argiles. Masson et cie, p. 37-40.
- MISSENARD A. (1965).- Conductivité thermique des solides, liquides, gaz et de leurs mélanges. Eyrolles, pp. 10-32, 225-323, 469-477, 510-512, 516, Paris.
- MITSUDA T. (1972).- Synthesis of tobermorite from zeolites. *Min. Abs.*, vol. 23, n° 3, septembre.
- MONTEIL C. (1955).- Techniques de l'ingénieur, constantes physico-chimiques, p. 520-540, Paris.
- MOREY G.W., FOURNIER R.O., ROWE J.J. (1962).- The solubility of quartz in water in the temperature interval from 25 to 300°C. *Geo. Cosm. Acta*, vol. 26, p. 1029-1043.
- MOULY R., GAVELLE R. (1974).- Guide du technicien en chauffage. Eyrolles, pp. 41-54, 82-106, Paris.
- OLIVIER E. (1965).- Technologie des matériaux de construction. Entreprise moderne d'éditions, t. II, p. 133-141, Paris.
- PAPADAKIS M., VENUAT M. (1964).- Fabrication et utilisation des liants hydrauliques. Eyrolles, pp. 168-170, 238-243, Paris.
- PAPADAKIS M., VENUAT M. (1969).- Manuel d'essais des ciments, mortiers et bétons. Eyrolles, p. 275-307, Paris.

- PASCAL P. (1965).- Nouveau traité de chimie minérale. Masson et cie, t. I, pp. 632-644, 684 ; t. II, pp. 246, 268 ; t. IV, pp. 538-554, 385-406 ; t. VI, p. 604-608 ; t. VII, fasc. 10, pp. 106-194, 424-437, Paris.
- PERRET P. (1977).- Contribution à l'étude de la stabilisation des sols fins par la chaux. Thèse de docteur ingénieur, INSA de Rennes.
- PETIT B. (1975).- Etude comparative des sols du Nord de la France. D. E. A. U. E. R. des Sciences de la Terre de Lille, pp. 1-14, 20-24, 41-60.
- PIGACHE R. (1976).- Contribution à l'étude d'un liant hydraulique : la chaux. D. E. A., U. E. R. des Sciences de la Terre de Lille.
- POLLET H. (1969).- Recherche de matériau pour la construction grâce à la réaction argilo-calcaire. *Compte rendu de la fin de contrat DGRST*, mars.
- POLLET H. (1970).- Un nouveau matériau de construction obtenu par la réaction silico-calcaire. *Revue mat. const.*, janvier-février, n° 13.
- POMEROL L., FOUET R. (1965).- Les roches sédimentaires. Coll. "Que sais-je" Presses universitaires de France, pp. 67-74, 119-122, Paris.
- PONSOLLE L. (1962).- Etude texturale et structurale d'alumines. Thèse de doctorat d'état, Université de Lille.
- PROUVOST J.- Cours de minéralogie : Application industrielle des silicates.
- REESMAN A.L., KELLER W.D. (1968).- Aqueous solubility study of high-alumina and clay mineral. *Am. Min.*, vol. 53, may-june, p. 929-949.
- RICOUR J. (1948).- Le gisement quaternaire de la carrière Rucquier à Oissel. *Ann. S. G. N.*, t. LXVIII, p. 196-221.
- SAUMAN Z. (1972).- Effect of carbon dioxide on porous concrete. *Cem. Concr. Res.*, t. 2, p. 541-549.
- SAUMAN Z. (1975).- A study of the reaction between power fly ash and CaO under hydrothermal conditions. *Silicaty*, vol. 19, p. 193-202.
- SAUMAN Z. (1975).- A study of reaction between the  $2 \text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$  phase and quartz in the course of the autoclave process. *Silicaty*, vol. 19, p. 97-104.
- SCHULTZ B., THOL B., GEHRKE R.- Détermination de la conductivité thermique dans les bétons légers, état actuel des connaissances. *Betonwerk*, n° 31973 (traduction C. E. R. I. B.).
- SCHWARTZ D., LAZAR P. (1964).- Eléments de statistiques. Flammarion, Paris.

- SHRIVASTAVA O.P. (1977).- Highweighth aerated or cellular concrete : A review. *Indian Concrete Journal*, vol. 51, n° 1, p. 18-23, India.
- SIEVER R. (1970).- Silica solubility 0-200°C and the diagenesis of siliceous sediment. *J. Geo.*, n° 2, p. 127-150.
- SNELL D.S. (1975).- Review of synthesis and properties of tobermorite, CSH (1) and CSH (gel). *J. Ame. Cer. Soc.*, vol. 58, july-august, p. 292-295.
- SOMME J. (1969).- Introduction à la géomorphologie du Nord de la France. *Ann. S. G. N.*, vol. LXXXIX, p. 103-110.
- SOMME J. (1975).- Les plaines du Nord de la France et leurs bordures ; étude géomorphologique. Thèse de doctorat d'état, Université de Paris I, pp. 15-36, 217-249, 257-347, 351-438.
- STEIN H.N. (1960).- Zero point charge of tobermorite. *J. Colloid SCI*, vol. 15, p. 578-584.
- STEPHENS J.P. (1973).- Occurrence and infrared analysis of unusual zeolitic mineral from Bingham, Utah. *Min. Abs.*, décembre, p. 4035.
- STRAKHOV (1957).- Méthodes d'études des roches sédimentaires, pp. 335-349, 449-458, Moscou.
- SURUGUE J. (1962).- Techniques générales du laboratoire de physique. Ed. CNRS, t. II, p. 1-77.
- TAYLOR H.F.W. (1950).- Hydrated calcium silicate : I. *J. Chem. Soc.*, p. 3682-3690.
- TAYLOR H.F.W. (1953).- Crestmoreite and riversideite. *Min. Mag.*, vol. 30, p. 155-165.
- TAYLOR H.F.W. (1953).- Hydrated calcium silicate : V. *J. Chem. Soc.*, p. 163-171.
- TAYLOR H.F.W., HOWISON J.W. (1956).- Relationships between calcium silicate and clay minerals. *Clay min. Bull.*, vol. 3, p. 98-111.
- TAYLOR H.F.W. (1959).- Transformation of tobermorite into xonotlite. *Min. Mag.*, vol. 32, p. 110-116.
- TAYLOR H.F.W. (1960).- Aspects of the crystal structure of calcium silicate and aluminates. *J. Appl. Chem.*, vol. 10, p. 317-323, London.

- TAYLOR H.F.W. (1962).- Hydrothermal reaction in the system  $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$  and the steam curing of cement and cement silica products. *Nat. Bur. Stan. (US) Mono.*, vol. I, n° 43, p. 167-190.
- TAYLOR H.F.W. (1967).- A review of autoclaved silicate hydrates. Autoclaved calcium silicate building products papers symposium, p. 195-203, London.
- TAYLOR H.F.W. (1968).- Comptes rendus du 5e symposium international sur la chimie des ciments, p. 1-26, Tokyo.
- TAYLOR H.F.W. (1974).- Crystal chemistry of Portland cement hydration products. *6e Congrès international sur la chimie des ciments*, Moscou.
- THEOBALD N., GAMA A. (1959).- Stratigraphie. Doin et cie, pp. 313-322, 328-331, Paris.
- TORRE DE ASSUNCAO C., GARRIDO J. (1953).- Tables pour la détermination des minéraux aux rayons X, pp. 93, 210, 217, 218, 228, Lisbonne.
- TOUTLEMONDE G. (1965).- Notions sur les matériaux de construction et la pratique des travaux. Eyrolles, Paris.
- VAILLANT D. (1968).- Etude texturale et statistique d'alumine catalytiquement active. Thèse de 3e cycle, Université de Lille I.
- VENUAT M. (1961).- La composition et la structure des produits d'hydratation des silicates de calcium dans les ciments. *Rev. Mat. Cons. Trav. Pub.*, n° 555, p. 481-490.
- VENUAT M. (1969).- Ciments et bétons. Marabout éd., coll. "Que sais-je".
- VENUAT M. (1976).- Pratique des ciments et bétons. Ed. Moniteur, p. 106.
- VERRIEZ J.J. (1972).- Travaux pratiques de physique du sol : CES de pédologie, U. E. R. des Sciences de la Terre, Université de Lille I.
- WATSON K., EDEN N., FARRANT J. (1977).- Autoclaved aerated materials made from slate powder and Portland cement. *Precast concrete*, 6B, n° 2, p. 81-85.
- WYART J.- Nouveau traité de chimie minérale. In Pascal (1965), t. VIII, fasc. 2, p. 1-249.
- ZIGNOLI (1961).- Le chantier de bâtiment et de travaux publics. Eyrolles, p. 188, Paris.

- AFNOR.- Béton gaz et béton mousse, fabrication, emploi, essais DIN 4164 (1051).
- BUILDING RESEARCH ESTABLISSEMENT DIGERT (1975).- Autoclaved aerated concrete, n° 178, p. 1-4.
- BULLETIN DES LABORATOIRES ROUTIERS (1970).- n° spécial 0, juin, p. 48-57.
- CENTRE DE GEOMORPHOLOGIE DE CAEN (CNRS).- Les loess de St Ramoni et de Mesnil essard (Pays de Caux), bulletin du 2 mars 1968.  
Les loess de la campagne de Caen, bulletin n° 8, novembre 1970.
- CERIB (1972).- Eléments d'analyse statistiques, application au contrôle de la qualité dans l'industrie du béton. Monographie n° 4, avril.
- CERIB.- Aspects statistiques de la qualité des produits de l'industrie du béton, n° 7.
- CERIB (1975).- Structures réalisées à partir des composants manufacturés du béton, mai, p. 157-177.
- CERIB.- n° 25, p. 18-19.
- CERIB.- Essais sur les conditions d'humidité dans les murs extérieurs en béton cellulaire autoclavé, traduction n° 781.
- CHANTIER DE FRANCE (1975).- SIPOREX : ses qualités d'isolation officiellement consacrées, n° 78, p. 30-32.
- CHANTIER DE FRANCE (1973).- SIPOREX inaugure à Bermon dans le Gard, sa deuxième usine française de production, n° 59, p. 13-16.
- CNRS (1955).- Les épreuves sur échantillons.
- CNRS (1961).- Genèse et synthèse des argiles. Réactions de la silice monomoléculaire en solution avec les ions  $Al^{3+}$  et  $Mg^{2+}$ , p. 11-23.
- CONSTRUCTION (1971).- n° 9, septembre, p. 312-318, Dunod, Paris.
- INRA.- Station agronomique d'Arras. Une analyse de sol, pourquoi, comment, quand.
- ITBTP.(1972).- Annales, n° 30, décembre, p. 27-83.
- MATERIAUX ET CONSTRUCTEUR (1975).- Méthodes d'essais des bétons cellulaires, vol. 8, n° 45, p. 211-233.

- LISTE DES FIGURES -

	Pages
Fig. 1.- Etude comparative de différents types de cloison.....	5
Fig. 2.- Table des constantes $h_1$ et $h_e$ (détermination du coefficient K).....	7
Fig. 3.- Installation d'analyse thermique différentielle.....	22
Fig. 4.- Disposition schématique des thermocouples.....	23
Fig. 5.- Courbe d'analyse thermique différentielle d'une formation argileuse.....	27
Fig. 6.- Superposition de courbes d'A. T. D. d'échantillons dont les teneurs en chaux sont différentes.....	30
Fig. 7.- Schéma de l'autoclave.....	33
Fig. 8.- Détermination des températures internes de l'autoclave à partir des relevés externes.....	34
Fig. 9.- Représentation graphique des variations de température thermiques.....	37
Fig. 10.- Détermination des isothermes externes à l'autoclave.....	40
Fig. 11.- Représentation de l'isotherme 180°C à l'intérieur de l'autoclave.....	42
Fig. 12.- Vitesse de chauffage de l'autoclave.....	44
Fig. 13.- Incidence d'une température externe trop faible sur la mise en place du mortier.....	61
Fig. 14.- Incidence d'une température externe trop élevés sur la mise en place du mortier.....	62
Fig. 15.- Courbe granulométrique cumulative d'un loess.....	70
Fig. 16.- Diagramme triangulaire pour la détermination de la nature du loess.....	71
Fig. 17.- Feuille de mesure pour le compteur de particules ZEISS....	74
Fig. 18.- Courbe granulométrique du loess en nombre de particules...	75
Fig. 19.- Courbe d'analyse thermique différentielle du loess.....	78
Fig. 20.- Diffractogramme des éléments de taille inférieure à 2 microns du loess.....	83
Fig. 21.- Diffractogrammes des différentes préparations des minéraux argileux du loess.....	85

Fig. 22.- Application des limites d'Atterberg pour la détermination d'un sol.....	98
Fig. 23.- Courbes granulométriques cumulatives des loess du Nord de la France.....	102
Fig. 24.- Détermination de la quantité d'eau minimum nécessaire à l'extinction de la chaux.....	105
Fig. 25.- Comparaison de courbes d'analyse thermique différentielle de mortiers de compositions différentes (non autoclavés)..	116
Fig. 26.- Comparaison de courbes d'analyse thermique différentielle de bétons de compositions différentes (autoclavés).....	117
Fig. 27.- Comparaison des diffractogrammes d'un échantillon avant et après l'autoclavage.....	118
Fig. 28.- Feuille de dépouillement des paramètres relevés sur les diffractogrammes précédents.....	119
Fig. 29.- Comparaison des diffractogrammes de bétons dont les mortiers avaient une composition différente.....	122
Fig. 30.- Comparaison des diffractogrammes de bétons dont les mortiers avaient une composition différente.....	123
Fig. 31.- Evolution des composants des bétons dont les mortiers étaient de composition différente.....	125
Fig. 32.- Tableau des variations de densité en fonction de la teneur en chaux des mortiers.....	128
Fig. 33.- Variation de la densité apparente en fonction de la teneur en chaux.....	129
Fig. 34.- Tableau des variations de la résistance mécanique en fonction de la teneur en chaux.....	131
Fig. 35.- Tableau des variations de la résistance mécanique en fonction de la teneur en chaux après le changement d'origine.....	133
Fig. 36.- Variation de la résistance à l'écrasement en fonction de la teneur en chaux.....	136
Fig. 37.- Tableau de la variation de la densité en fonction du pourcentage d'eau de gâchage.....	138
Fig. 38.- Variation de la densité en fonction de la teneur en eau...	139
Fig. 39.- Tableau de la variation de la densité en fonction de la température de coulée.....	142
Fig. 40.- Variation de la densité en fonction de la température de coulée.....	143

Fig. 41.- Courbes d'analyse thermique différentielle d'un échantillon avant et après l'autoclavage.....	151
Fig. 42.- Diffractogrammes d'un échantillon avant et après l'autoclavage.....	152
Fig. 43.- Evolution des composés silico-calcaires après 5 heures à 950°C.....	155
Fig. 44.- Tableau des variations de densité en fonction de la teneur en poudre d'aluminium.....	178
Fig. 45.- Représentation graphique de la variation des densités en fonction de la teneur en poudre d'aluminium.....	180
Fig. 46.- Représentation graphique des variations de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente.....	182
Fig. 47.- Tableau des variations de la résistance à la compression en fonction de la densité (mortiers confectionnés sans aluminium métallique).....	187
Fig. 48.- Tableau des variations de la résistance à la compression en fonction de la densité (mortiers confectionnés avec aluminium métallique).....	187
Fig. 49.- Représentation graphique de la variation de la résistance à la compression en fonction de la densité.....	188
Fig. 50.- Carte de la répartition des loess dans le Nord de la France.....	192
Fig. 51.- Carte des régions physiques du Nord de la France.....	192
Fig. 52.- Carte de la répartition des loess en France.....	193
Fig. 53.- Solubilité de la silice en fonction de la température et de la pression.....	196

- LISTE DES PHOTOS -

	Pages
Ph. 1, 2, 3, 4.- Différents aspects de la carrière de loess de Hem..	66 et 67
Ph. 5.- Identification d'une particule d'illite MET.....	89
Ph. 6.- Diagramme de diffraction électronique de l'illite.....	89
Ph. 7.- Identification d'une particule de kaolinite MET.....	91
Ph. 8.- Diagramme de diffraction électronique de la kaolinite.....	91
Ph. 9.- Identification d'une particule de montmorillonite MET.....	93
Ph. 10.- Diagramme de diffraction électronique de la montmoril- lonite.....	93
Ph. 11.- Béton cellulaire avant l'autoclavage MEB (x 7 500).....	147
Ph. 12.- Béton cellulaire autoclavé MEB (x 7 500).....	148
Ph. 13.- Béton cellulaire autoclavé MEB (x 3 000).....	149
Ph. 14.- Béton cellulaire autoclavé MEB (x 1 500).....	157
Ph. 15.- Béton cellulaire autoclavé MET (x 20 000).....	159
Ph. 16.- Diffractogramme électronique de la tobermorite.....	160
Ph. 17.- Béton comprimé autoclavé MEB (x 1 500).....	162
Ph. 18.- Texture du CSH MEB (x 3 000).....	163
Ph. 19.- Préparation du silicate de calcium hydraté (ph. extraites du Bull. des lab. rout.).....	164
Ph. 20.- Détail de la préparation précédente.....	164
Ph. 21.- CSH (gel) MET.....	164
Ph. 22.- Aspect des grains de quartz avant l'autoclavage MEB (x 1 500).....	170
Ph. 23.- Aspect des grains de quartz après l'autoclavage MEB (x 1 500).....	170
Ph. 24, 25, 26.- Structure de la tobermorite.....	175
Ph. 27.- Cristallites de tobermorite MEB (x 7 500).....	176
Ph. 28.- Echantillon de béton cellulaire autoclavé à base de loess (x 1)	

- TABLE DES MATIERES -

	Pages
PREAMBULE.....	1
 <u>CHAPITRE PREMIER : INTRODUCTION</u>	
A - LEGISLATION.....	3
B - ISOLATION THERMIQUE DES CONSTRUCTIONS.....	4
I. ETUDE COMPARATIVE DE DIFFERENTS TYPES DE CLOISON.....	5
II. ESTIMATION DES PERTES DANS UN TYPE DE LOCAL CONSTRUIT AVEC DES MATERIAUX DIFFERENTS.....	6
1) Méthodes d'évaluation des déperditions.....	6
2) Calcul de coefficient volumique de déperditions ther- miques.....	6
3) Evaluation du coefficient de déperdition G.....	8
 <u>CHAPITRE DEUXIEME : METHODES D'ETUDES</u>	
A - NOTIONS DE STATISTIQUE.....	13
I. GENERALITES.....	13
II. RAPPELS ET DEFINITIONS.....	13
1) Rappels de statistiques.....	13
a) Les caractéristiques de valeur centrale.....	13
b) Les caractéristiques de dispersion expérimentale.....	14
III. NOTIONS DE PROBABILITES.....	14
1) Définitions.....	14
a) Variables aléatoires.....	14
b) Indépendance et nombre de degrés de liberté.....	14
c) Echantillon.....	15
2) Rappels théoriques des principales lois de proba- bilités.....	15
a) Loi de Laplace-Gauss.....	15
b) Ajustement à la loi normale : test du $\chi^2$ de Pearson.....	16
c) Loi de Student.....	16

IV. APPLICATIONS SIMPLES DE LA STATISTIQUE AUX RESULTATS	
DES ESSAIS.....	18
1) Nombre d'essais à effectuer.....	18
2) Nombre d'essais à conserver.....	18
3) Probabilité de densité ou de rupture.....	18
4) Corrélation de deux paramètres.....	19
a) Représentation.....	19
b) Coefficient de corrélation linéaire de Pearson.....	20
B - APPAREILLAGE.....	21
I. ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE.....	21
1) Principe.....	21
2) L'appareillage.....	22
a) Le porte-échantillon.....	22
b) Le four et sa régulation.....	24
c) L'enregistrement.....	24
3) Application.....	24
a) Mesure des chaleurs de transformation.....	24
b) Etude d'un exemple.....	26
c) Variation de la teneur d'un des constituants.....	28
II. AUTOCLAVE.....	31
1) Principe.....	31
2) Description de l'appareil.....	32
3) Caractéristiques thermiques de l'autoclave.....	32
a) Méthodes de chauffage.....	32
b) Relation expérimentale entre la pression et la	
température.....	34
c) Variation des températures de part et d'autre	
d'une paroi.....	35
d) Etude de la vitesse de chauffe.....	43
III. METHODE DE DETERMINATION DES AIRES SPECIFIQUES ET DE	
LA POROSITE.....	45
1) Mesure des aires spécifiques par la méthode BET.....	45
a) Principe.....	45
b) Méthode de calcul.....	45
2) Mesure de la porosité.....	46
a) Principe.....	46
b) Méthode de calcul.....	47

3) Evaluation statistique des aires spécifiques par la technique du comptage à l'aide du compteur "ZEISS"...	47
a) Principe du fonctionnement de l'appareil.....	48
b) Méthode de calcul.....	49
IV. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE.....	50
1) Microscopie électronique à balayage MEB.....	50
2) Microscopie électronique par transmission MET.....	51

### CHAPITRE TROISIEME : BETON CELLULAIRE AUTOCLAVE

A - GENERALITES ET HISTORIQUE DES BETONS CELLULAIRES AUTOCLAVES..	53
I. LES PRODUITS SILICO-CALCAIRES.....	53
II. LES STRUCTURES CELLULAIRES.....	54
III. LES BETONS CELLULAIRES AUTOCLAVES.....	55
B - METHODES DE FABRICATION.....	55
I. LA COMPOSITION DU MELANGE.....	55
1) Les matières premières.....	55
a) Les agrégats.....	55
b) Les liants hydrauliques.....	57
c) L'eau de gâchage.....	58
2) Les agents expansifs.....	58
a) Nature de ces agents.....	58
b) Stabilisateurs.....	60
3) La confection du mélange.....	60
II. LA COULEE DU BETON.....	61
1) Matériel.....	61
2) Température de coulée.....	61
III. DURCISSEMENT DU BETON CELLULAIRE.....	62
C - ETUDE D'UN BETON CELLULAIRE AUTOCLAVE A BASE DE LOESS.....	63
I. COMPOSITION DU MELANGE	
1) Les limons loessiques.....	63
a) Etude stratigraphique.....	63
b) Analyse granulométrique de ces loess.....	68
c) Courbe de répartition statistique.....	72
d) Aire spécifique des loess.....	76
e) Analyse minéralogique.....	77
f) Limites d'Atterberg.....	96
g) Analyse chimique.....	99
h) Conclusion à l'étude du loess.....	100

2) Etude de la chaux.....	103
a) Extinction.....	103
b) Etude pratique.....	104
c) Variation de l'aire spécifique de la chaux éteinte..	106
3) Nature du liant.....	107
II. ETUDE EXPERIMENTALE DE LA COMPOSITION DU MELANGE.....	109
1) Détermination du dosage en ciment Portland artificiel aux cendres.....	110
2) Détermination des teneurs relatives en chaux et en loess.....	111
a) Méthodes quantitatives.....	113
b) Méthodes qualitatives.....	127
III. LA COULEE.....	137
1) Variation de la densité en fonction du pourcentage d'eau de gâchage.....	137
2) Variation de la densité en fonction de la tempéra- ture de coulée.....	141
3) Influence de l'étuvage.....	144
4) Conclusion.....	145
IV. DURCISSEMENT DU BETON.....	146
1) Morphologie révélée par la microscopie électronique à balayage.....	146
a) Béton cellulaire avant l'autoclavage.....	146
b) Béton cellulaire autoclavé.....	147
c) Les structures du béton autoclavé révélées par le grandissement 3 000.....	149
2) Identification des phases.....	150
a) Analyse thermique différentielle.....	150
b) Diffraction X.....	152
c) Informations fournies par la microscopie électro- nique à balayage.....	157
d) Informations fournies par la microscopie par transmission.....	158
e) Comparaison avec les minéraux néoformés dans le béton comprimé autoclavé.....	161
f) Conclusion.....	165
3) Problème des argiles.....	166
4) Mode de formation de la tobermorite aux dépens du quartz.....	168

V. PROPRIETES DU BETON A BASE DE LOESS.....	177
1) Variation de la densité en fonction de la masse d'aluminium métallique.....	177
2) Conductivité thermique.....	181
3) Variation de la résistance mécanique en fonction de la densité.....	184

CHAPITRE QUATRIEME : CONCLUSIONS

A - BETONS CELLULAIRES AUTOCLAVES.....	190
I. LE LOESS : ETUDE PROSPECTIVE.....	191
II. LA CHAUX.....	194
B - DURCISSEMENT DU BETON.....	195

ANNEXES

BIBLIOGRAPHIE

LISTE DES FIGURES

LISTE DES PHOTOS

TABLE DES MATIERES