



HAL
open science

Synthèse et propriétés des mousses minérales

Gabriel Samson

► **To cite this version:**

Gabriel Samson. Synthèse et propriétés des mousses minérales. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. INSA de Rennes, 2015. Français. NNT : 2015ISAR0015 . tel-01275900

HAL Id: tel-01275900

<https://theses.hal.science/tel-01275900>

Submitted on 18 Feb 2016

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

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

Thèse



THESE INSA Rennes
sous le sceau de l'Université européenne de Bretagne
pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'INSA DE RENNES
Spécialité : Génie civil

présentée par

Gabriel Samson

ECOLE DOCTORALE : SDLM

LABORATOIRE : LGCGM EA 3913

Synthèse et propriétés de mousses minérales

Thèse soutenue le **09.06.2015**
devant le jury composé de :

Sylvie Rossignol

Professeur - SPCTS, ENSCI Limoges / Présidente du jury

Martin Cyr

Professeur - LMDC, Université Paul Sabatier Toulouse / Rapporteur

Guillaume Ovarlez

Directeur de recherche CNRS - LOF Bordeaux / Rapporteur

Anne-Lise Beaucour

Maîtres de conférence - L2MGC, Université de Cergy-Pontoise / Examineur

Christophe Lanos

Professeur - LGCGM, Université Rennes 1 / Directeur de thèse

Annabelle Phelipot-Mardelé

Maître de conférences - LGCGM, Université Rennes 1 / Co-encadrante

Résumé

Les mousses minérales sont des matériaux alvéolaires utilisables en isolation thermique répartie. L'objectif de ces travaux de recherche est de développer, à partir d'une suspension très concentrée de liants hydrauliques, des mousses légères présentant de bonnes performances mécaniques et thermiques.

L'introduction de tensioactif est nécessaire à la formation des mousses minérales. Six molécules tensioactives sont sélectionnées dans cette étude. Leurs capacités à réduire la tension de surface et à stabiliser une mousse aqueuse sont évaluées. Deux groupes de tensioactifs sont distingués sur la base de différents critères : tension de surface, CMC, stabilité de la mousse. Les suspensions minérales concentrées sont des fluides à seuil. L'étude du comportement de bulles formées dans de tels fluides est réalisée à l'aide d'un fluide à seuil modèle transparent, le Carbopol®, et d'un système d'injection à pression contrôlée. Le seuil de mise en écoulement affecte les conditions de formation, de croissance, de stabilité et d'évolution de la forme des bulles en modifiant la distribution des pressions au voisinage de la bulle. L'étude permet de proposer une équation de Laplace modifiée prenant en compte l'influence de la sphéricité et du seuil de cisaillement. L'introduction du tensioactif affecte les conditions de contact entre bulles et permet de contrôler le risque de coalescence. En cas de rupture de membrane, la présence du seuil de cisaillement conduit à une géométrie particulière des bulles coalescées.

Les liants minéraux choisis sont un sulfate de calcium anhydre particulièrement réactif, un ciment Portland et un ciment Prompt. La formulation des suspensions découle d'un critère de fluidité. La pâte fraîche est caractérisée par un seuil de cisaillement faible. Sa masse volumique apparente dépend de la nature et du dosage en tensioactif. Les mousses minérales sont générées à partir d'une composition identique. Deux méthodes de moussage traditionnelles : malaxage simple et mousse préformée et une méthode alternative : la méthode dissociée, sont exploitées. Les meilleures performances thermomécaniques des mousses durcies sont obtenues avec la méthode dissociée, méthode spécifique au laboratoire et peu énergivore. Un groupe de tensioactifs permet d'obtenir des mousses peu denses satisfaisant simultanément aux critères de performances thermomécaniques fixés. Pour ces tensioactifs, un dosage caractéristique est identifié permettant une optimisation des performances mécaniques.

Des visualisations réalisées au MEB révèlent des modifications sensibles de la structure cristalline fonction du tensioactif employé et de son dosage. Les structures les plus fines et homogènes sont les plus résistantes. Les performances des mousses et leur structure porale sont donc liées. Pour analyser quantitativement la structure porale, les distributions alvéolaires surfaciques sont construites puis comparées aux distributions alvéolaires volumiques obtenues par tomographie. Une méthode analytique de passage 2D/3D est créée en s'appuyant sur les principes de la stéréologie. Un coefficient de correction est proposé pour tenir compte de la représentativité de la surface étudiée.

La maîtrise de toutes les étapes de fabrication des mousses minérales ainsi que la compréhension des phénomènes physiques intervenant tout au long de la production d'une mousse (de la suspension minérale jusqu'à la mousse durcie) permettent d'obtenir des produits satisfaisant les objectifs fixés : légèreté, isolation et caractère porteur.

Mots-clefs : Mousse minérale, Matériau de construction léger, Tensioactif, Conductivité thermique, Résistance mécanique, Bulle.

Abstract

Mineral foams are cellular materials usable as thermal insulation solution. The purpose of these PhD researches is to develop lightweight foams with good thermal and mechanical performances realized from highly concentrated mineral suspension. Surfactant addition is required for foaming.

Six surfactants molecules are selected. Their abilities to reduce surface tension and to stabilize aqueous foam are evaluated. Two surfactants groups are detected based on different criteria: surface tension, CMC and aqueous foam stability. Concentrated mineral suspensions are yield stress fluids. The study of bubbles behavior in such fluids is performed with a transparent yield stress fluid, Carbopol® and an injection device with controlled pressure. Yield stress impacts bubbles creation, growth, stability and shape by changing local pressure distribution in the fluid nearby bubble. The study proposes a revised Laplace law depending on yield stress and bubble sphericity. Contact conditions between bubbles are influenced by surfactant addition allowing to control coalescence phenomena. In case of inter-bubbles membrane breakage, presence of yield stress leads to particular geometry of the coalesced bubbles.

Mineral binders selected are a highly reactive anhydrous calcium sulfate, ordinary Portland and Prompt cements. Mineral suspension formulations arise from expected fluidity criterion. Fresh paste is characterized by a low yield stress. Its bulk density depends on surfactant nature and content. Mineral foams are created with same composition. Two traditional foaming methods: mix-foaming and pre-foaming and an alternative one, the dissociated method are employed. Best thermo-mechanical performances are achieved with the dissociated method. A surfactant group leads to lightweight foams which simultaneously fulfills both thermal and mechanical targeted objectives. For these surfactants a characteristic content is found leading to optimized mechanical performances.

Visualizations performed with SEM reveal sensitive crystalline structure modifications depending on surfactant nature and content. Thinner and more homogeneous structures are associated with the best mechanical performances which demonstrate the existing link between the porous structure and mineral foams mechanical performances. To quantitatively evaluate porous structure, surface bubble-size distributions are built and then compared to volume bubble-size distributions obtained by tomography analysis. An analytic method linking 2D and 3D distributions is created based on stereology principles. A correction coefficient is proposed to take into account the analyzed representative surface.

By controlling all production steps and associated physical phenomena during mineral foams production (from mineral suspension to solid foams), products satisfying all targeted objectives are realized: lightness, insulation and load-bearing ability.

Keywords: Mineral foam, Lightweight building material, Surfactant, Thermal conductivity, Compressive strength, Bubble.

Remerciements

Mes premiers remerciements s'adressent à Christophe Lanos et Annabelle Phelipot-Mardelé. Je les remercie tout d'abord pour la qualité de leur encadrement scientifique, de leur disponibilité, mais également pour leurs qualités humaines qui m'ont permis de grandement apprécier ces trois années passées au LGCGM.

Je remercie Martin Cyr et Guillaume Ovarlez d'avoir accepté de rapporter mon travail. Merci pour leurs conseils et remarques.

Je remercie Sylvie Rossignol d'avoir accepté de présider mon jury de thèse.

Je remercie Anne-Lise Beaucour d'avoir accepté d'examiner ma soutenance de thèse.

Un grand merci à Guy Bianeis, Hubert Jego, Alain Abgrall qui m'ont beaucoup aidé lors de mes essais au laboratoire.

Je remercie Ian Frigaard de m'avoir accueilli en stage au sein du département d'ingénierie mécanique de l'université de Colombie Britannique de Vancouver.

Je remercie Guy Della Valle de m'avoir permis de tester mes échantillons au sein du MEB de l'INRA de Nantes et du Synchrotron de Grenoble.

Je remercie Loïc Lemiègre de m'avoir permis de caractériser mes tensioactifs au sein de l'ENSCR.

Je remercie Fabrice Bernard pour son aide sur la partie numérique de mon travail.

Merci à Yacine Aït Oumeziane et Alexandre Pierre, mes collègues thésards, pour les bons moments passés au laboratoire et en dehors.

Un très grand merci à ma famille, à mes amis et à Cécile.

Table des matières

Résumé	3
Abstract	4
Remerciements	5
Table des matières	6
Nomenclature et abréviations	10
Introduction générale	13
PARTIE A : Etude bibliographique	15
A.1 Contexte environnemental	16
A.2 Isolation rapportée	19
A.3 Isolation répartie	22
A.4 Béton de granulats légers	23
A.4.1 Type de granulats	24
A.4.1.1 Granulats naturels (minéraux)	24
A.4.1.2 Granulats naturels (végétaux).....	25
A.4.1.3 Granulats naturels (traitement thermique)	25
A.4.1.4 Granulats artificiels	26
A.4.2 Influence de l'eau	27
A.4.3 Propriétés thermiques des bétons de granulats légers	27
A.4.4 Propriétés mécaniques des bétons de granulats légers	28
A.5 Béton mousse	31
A.5.1 Méthodes de fabrication	31
A.5.1.1 Moussage chimique.....	31
A.5.1.2 Moussage mécanique	32
A.5.2 Constituants	33
A.5.3 Tensioactif.....	34
A.5.4 Eau.....	34
A.5.5 Propriétés thermiques des bétons mousses	35
A.5.6 Propriétés mécaniques des bétons mousses	36
A.5.7 Occlusions / Porosités	38
A.6 Mousse de gypse	40
A.7 Conclusion et Objectifs	42
PARTIE B : Formation de mousse	45
B.1 Introduction	46
B.2 De la mousse aqueuse vers la mousse minérale	47
B.2.1 Mousse aqueuse.....	47
B.2.1.1 Tension de surface.....	47
B.2.1.2 La mousse aqueuse, un système multi-échelle	48
B.2.1.3 Les tensioactifs et la CMC	50
B.2.1.4 Type de tensioactif	51
B.2.1.5 Drainage, mûrissement, coalescence	52
B.2.1.6 Effet Marangoni / Diffusion.....	53
B.2.1.7 Différences entre tensioactifs protéiniques et synthétique	54
B.2.1.8 Tensioactif et suspension minérale	55

B.2.2	Bulle(s) dans un fluide à seuil	56
B.2.2.1	Les fluides à seuil et le génie civil	56
B.2.2.2	Inclusion solide dans un fluide à seuil	56
B.2.2.3	Comportement de bulle(s) au sein d'un fluide à seuil	57
B.3	Matériaux et méthodes.....	59
B.3.1	Matériaux.....	59
B.3.1.1	Carbopol®.....	59
B.3.1.2	Tensioactifs.....	60
B.3.2	Méthodes	60
B.3.2.1	Tension de surface, CMC	61
B.3.2.2	Pouvoir moussant.....	62
B.3.2.3	Montage expérimental d'analyse de bulle dans le Carbopol®	63
B.4	Résultats expérimentaux.....	66
B.4.1	Caractérisation des tensioactifs et des mélanges Carbopol®-tensioactifs	66
B.4.1.1	Paramètres rhéologiques : consistance et index.....	66
B.4.1.2	Impact du tensioactif sur le seuil	67
B.4.1.3	Tension de surface, CMC	68
B.4.1.4	Pouvoir moussant	69
B.4.2	Comportement d'une bulle dans le fluide à seuil.....	70
B.4.2.1	Protocole de visualisation	70
B.4.2.2	Sphéricité / Influence du seuil	72
B.4.2.3	Equation d'équilibre des contraintes à l'interface.....	73
B.4.3	Perte d'équilibre	77
B.4.4	Coalescence	78
B.4.4.1	Protocole expérimental.....	78
B.4.4.2	Forme à la rupture.....	79
B.5	Conclusion.....	81
PARTIE C : Formulation et caractérisation des mousses minérales ...		83
C.1	Introduction	84
C.2	Matériaux et méthodes.....	85
C.2.1	Matériaux.....	85
C.2.1.1	Sulfate de calcium : Kerysten®.....	85
C.2.1.2	Ciment Portland.....	87
C.2.1.3	Ciment Prompt.....	87
C.2.1.4	Adjuvants.....	88
C.2.1.5	Plâtre à mouler et billes de polystyrène	89
C.2.2	Méthodes, procédés de moussage et caractérisations	89
C.2.2.1	Méthode par mousse préformée	89
C.2.2.2	Méthode par malaxage simple	90
C.2.2.3	Méthode dissociée	90
C.2.2.4	Production des échantillons.....	91
C.2.2.5	Masse volumique de pâte	91
C.2.2.6	Rhéométrie et étalement	91
C.2.2.7	Porosité.....	92
C.2.2.8	Essai thermique	92
C.2.2.9	Essais mécaniques	93
C.2.2.10	Essais acoustiques	95
C.2.2.11	Méthodes de visualisation	97
C.3	Mousse de ciment Prompt.....	99
C.3.1	Formulation et propriétés des suspensions concentrées	99
C.3.2	Performances des mousses de ciment Prompt.....	99
C.3.2.1	Performances thermiques.....	99
C.3.2.2	Performances mécaniques.....	100

C.4	Mousse de Kerysten® : méthode par mousse préformée.....	101
C.4.1	Formulation.....	101
C.4.2	Performances thermomécaniques des mousses minérales durcies	101
C.5	Mousse de Kerysten® : Méthode par malaxage simple.....	103
C.5.1	Formulation et propriétés des suspensions minérales.....	103
C.5.2	Performances thermomécaniques	104
C.6	Mousse de Kerysten® : Méthode dissociée.....	107
C.6.1	Formulation.....	107
C.6.2	Propriétés des suspensions concentrées	107
C.6.2.1	Masse volumique.....	107
C.6.2.2	Rhéologie	109
C.6.2.3	Répétabilité.....	109
C.6.2.4	Membrane et démixtion.....	110
C.6.3	Performances thermomécaniques des mousses minérales durcies	111
C.6.3.1	Masse volumique.....	111
C.6.3.2	Performances thermiques.....	113
C.6.3.3	Performances mécaniques.....	114
C.6.3.4	Répétabilité.....	117
C.6.3.5	Séries à dosage en tensioactif constant.....	118
C.6.3.6	Séries à masse volumique constante.....	121
C.6.3.7	Performances acoustiques	124
C.7	Mousses modèles.....	126
C.7.1	Formulation des mousses modèles.....	126
C.7.2	Propriétés de la suspension concentrée	127
C.7.3	Propriétés de la matrice durcie	127
C.7.3.1	Masse volumique.....	127
C.7.3.2	Caractérisations mécanique et acoustique	127
C.7.4	Performances des mousses modèles	128
C.7.4.1	Masse volumique.....	128
C.7.4.2	Performances mécaniques et acoustiques.....	129
C.8	Visualisations au MEB.....	130
C.8.1	Mousses OSB : série à masse volumique constante.....	132
C.8.2	Mousses CTAB.....	134
C.8.3	Mousses Cetrimide	137
C.8.4	Mousses Neopor	139
C.8.5	Bilan des visualisations MEB.....	140
C.9	Discussion / Conclusion	141
PARTIE D : Structure porale.....		145
D.1	Introduction	146
D.2	Matériaux et Méthodes.....	147
D.2.1	Matériaux.....	147
D.2.1.1	Liste des mousses modèles, de Kerysten® et de ciment Prompt analysées	147
D.2.1.2	Résine / Pigment	148
D.2.2	Méthodes	148
D.2.2.1	Analyse surfacique : préparation des échantillons	148
D.2.2.2	Analyse d'image : ImageJ	149
D.2.2.3	Construction des distributions alvéolaires et répétabilité	151
D.2.2.4	Tomographie.....	152
D.2.2.5	Outils numériques : Imorph, Abaqus.....	153
D.3	Caractérisation 2D	154
D.3.1	Mousses modèles	154
D.3.1.1	Le cas de la mousse monodisperse E13.....	154

D.3.1.2	Mousses modèles monodisperse E11 et bidisperse E16.....	155
D.3.2	Mousses minérales.....	156
D.3.2.1	Effet de la méthode de moussage.....	156
D.3.2.2	Effet de la nature du liant.....	157
D.3.2.3	Effet de la nature et du dosage en tensioactif.....	159
D.3.3	Modèle de stéréologie.....	164
D.3.3.1	Théorie.....	164
D.3.3.2	Choix du modèle stéréologique.....	165
D.4	Distribution alvéolaire 3D.....	167
D.4.1	Tomographie sur mousses modèles.....	167
D.4.2	Tomographie sur mousses Kerysten®.....	167
D.4.2.1	Comparaison des distributions alvéolaires surfaciques et volumiques.....	167
D.4.2.2	Analyse volumique : conclusions.....	169
D.5	Passage 2D-3D.....	170
D.5.1	Méthode.....	170
D.5.2	Validation sur mousses modèles.....	171
D.6	Discussion.....	174
D.7	Analyse numérique : Abaqus.....	177
D.7.1	Traitement des données Imorph.....	177
D.7.2	Maillage / Modèle numérique.....	177
D.7.3	Comparaison des modules d'Young numériques et expérimentaux.....	179
D.8	Conclusions.....	181
	Conclusion générale.....	182
	Références bibliographiques.....	186
	Annexes.....	196
	Annexe A.1 : Production de granulats légers selon [26].....	196
	Annexe A.2 : Vue d'ensemble des compositions, méthodes et performances thermomécaniques associées.....	197
	Annexe B.1 : Enveloppe sphérique soumise à une pression intérieure.....	200
	Annexe C.1. Récapitulatifs de l'ensemble des essais.....	207
	Annexe C.2 : Essais acoustiques : présentation des mousses analysées et résultats.....	211
	Annexe C.3 : Essais acoustiques sur matériaux denses.....	212
	Annexe D.1 : Comparaison des distributions alvéolaires surfaciques et volumiques.....	213

Nomenclature et abréviations

Symbole	Unité	Dénomination
g	m/s ²	Accélération de la pesanteur
θ	rad	Angle de contact (essais Anneau de Du Noüy et effet Pickering)
c	m/s	Célérité d'une onde acoustique
CU	-	Coefficient d'uniformité (CU = r_{60} / r_{10})
K _c	-	Coefficient de correction des distributions alvéolaires 2D
ν	-	Coefficient de Poisson
c _x	-	Coefficient de variation de la variable x (c _x = écart type x / x _{moy})
CMC	mg/l	Concentration micellaire critique
λ	W/(m.K)	Conductivité thermique (conditions usuelles de T, P, HR)
λ_{max}	W/(m.K)	Conductivité thermique maximale
λ_{moy}	W/(m.K)	Conductivité thermique moyenne
λ_s	W/(m.K)	Conductivité thermique sèche (HR = 0 %)
K	-	Constante dans l'équation de Laplace modifiée
τ	Pa	Contrainte de cisaillement
σ	Pa	Contrainte de compression mesurée dans la presse
τ_s	Pa	Contrainte seuil / Seuil de mise en écoulement
C	N.m	Couple du rhéomètre
ϵ	-	Déformation de la mousse (essai compression)
ϵ_p	-	Déformation de la presse
$\epsilon_{mesurée}$	-	Déformation mesurée par la presse
d _b	mm	Diamètre de bulle
d _{pore}	mm	Diamètre de pore
D	mm	Diamètre des mousses minérales
d _c	%	Dosage caractéristique en tensioactif
d	%	Dosage en tensioactif (exprimé en pourcentage de la masse de liant)
h	m	Entrefer : Distance entre les disques du rhéomètre
F _t	N	Force de traînée
F _{max}	N	Force mesurée au tensiomètre à l'arrachement de l'anneau de Du Noüy
ϕ_l	-	Fraction volumique liquide
f	Hz	Fréquence d'une onde acoustique
f _r	Hz	Fréquence de résonance
H	mm	Hauteur des mousses minérales
k	Pa ^{-1/n}	Herschel-Bulkley : Consistance de la pâte
n	-	Herschel-Bulkley : Index de l'écoulement
HR	%	Humidité relative
I _{gc}	-	Indicateur géométrique de coalescence
l _s	m	Largeur de la zone traitée par l'analyse alvéolaire surfacique
λ_{onde}	m	Longueur d'onde
L	mm	Longueur de l'échantillon lors de l'essai Pundit®
a	mm	Longueur du demi-grand axe d'une ellipse
b	mm	Longueur du demi-petit axe d'une ellipse
L _{aN}	m	Longueur mouillée de l'anneau de Du Noüy

ρ	kg/m ³	Masse volumique apparente
ρ_{cible}	kg/m ³	Masse volumique apparente cible (méthode dissociée)
ρ_{moy}	kg/m ³	Masse volumique apparente moyenne
ρ_{bille}	kg/m ³	Masse volumique réelle de bille de polystyrène
$\rho_{\text{pâte}}$	kg/m ³	Masse volumique apparente de pâte fraîche
ρ_{moy}	kg/m ³	Masse volumique apparente moyenne
ρ_r	kg/m ³	Masse volumique réelle
$E_{a,E}$	MPa	Module acoustique obtenu avec l'appareil Erudite®
$E_{a,P}$	MPa	Module acoustique obtenu avec l'appareil Pundit®
E	MPa	Module d'Young
E_{mat}	MPa	Module d'Young de la matrice
E_{max}	MPa	Module d'Young maximal
E_{num}	MPa	Module d'Young obtenu par Abaqus
Bm_{cr}	-	Nombre de Bingham critique
N_{Im}	-	Nombre de termes d'un côté de la matrice créent par Imorph ($N \leq N_{\text{Im}}$)
N	-	Nombre de termes d'un côté de la matrice carrée traités par Abaqus
dS	m ²	Petite surface d'une interface eau/liquide
dE	J	Petite variation d'énergie surfacique d'une interface eau/liquide
ϕ	-	Porosité totale
P_i	%	Pourcentage d'aire cumulée atteint pour $r = R_i$
G_i	%	Pourcentage d'aire cumulée atteint si la mousse considérée ne contenait que des billes de rayon $r \geq R_i$
P_{atm}	Pa	Pression atmosphérique
P_E	Pa	Pression de début de plastification d'une sphère creuse d'épaisseur R
P_d	Pa	Pression de disjonction
P_p	Pa	Pression de plastification selon le critère de Von Mises
P_{vdW}	Pa	Pression de van der Waals
P_{el}	Pa	Pression électrostatique
P_{ext}	Pa	Pression externe d'une bulle
P_{cible}	Pa	Pression interne cible de montée en pression
P_{int}	Pa	Pression interne d'une bulle
P_0	Pa	Pression interne initiale d'une bulle
P_{ste}	Pa	Pression stérique
P_{Ah}	%	Proportion des surfaces des sphères comprises entre 0 et r (h aléatoire)
P_{Ar}	%	Proportion des surfaces des sphères comprises entre 0 et r (r aléatoire)
$p_{v,i}$	%	Proportion volumique de bulles appartenant à la i ^{ème} classe alvéolaire
M_b	mg	Quantité de tensioactif à l'interface liquide/solide
M_s	mg	Quantité de tensioactif absorbée par les particules solides
M_l	mg	Quantité de tensioactif dans le liquide
M	mg	Quantité totale de tensioactif dans le système
E/C	-	Rapport massique eau/ciment
E/L	-	Rapport massique eau/liant
r_{10}	mm	Rayon à 10 % de passant
r_{50}	mm	Rayon à 50 % de passant
r_{60}	mm	Rayon à 60 % de passant
r_{90}	mm	Rayon à 90 % de passant
R_b	m	Rayon d'une bulle sphérique
R	m	Rayon d'une sphère indéformable

R_A	m	Rayon de courbure au niveau du point A
R_B	m	Rayon de courbure au niveau du point B
R_1	m	Rayon de courbure n°1
R_2	m	Rayon de courbure n°2
R_{aN}	m	Rayon de l'anneau de Du Noüy
$R_{\text{étal}}$	m	Rayon de la galette de pâte dans l'essai d'étalement
R_i	m	Rayon de la $i^{\text{ème}}$ classe alvéolaire
r_{max}	m	Rayon de la plus grosse bulle obtenue par analyse surfacique
r_p	m	Rayon de la zone plastifiée
R_d	m	Rayon du disque du rhéomètre
r_{maxi}	m	Rayon maximal d'une bille de polystyrène d'une classe granulaire
r_{mini}	m	Rayon minimal d'une bille de polystyrène d'une classe granulaire
r_{moy}	m	Rayon moyen d'une bille de polystyrène d'une classe granulaire
R_c	MPa	Résistance à la compression
$R_{c,\text{moy}}$	MPa	Résistance moyenne à la compression
f_{c1}	MPa	Résistance suivant l'axe parallèle à l'axe d'expansion
f_{c2}	MPa	Résistance suivant l'axe perpendiculaire à l'axe d'expansion
s	-	Sphéricité ($s = b/a$)
A_{pix}	mm ²	Taille d'un pixel
$\dot{\gamma}$	1/s	Taux de cisaillement
T	°C	Température
γ	N/m	Tension de surface
γ_0	N/m	Tension de surface de l'eau pure
γ_{CMC}	N/m	Tension de surface lorsque la CMC est atteinte
$R_{c,\text{max}}$	MPa	Valeur de résistance mécanique maximale
η	Pa.s	Viscosité
Ω	rad/s	Vitesse de rotation du rhéomètre
V_L	m/s	Vitesse longitudinale d'une onde acoustique
V_T	m/s	Vitesse transversale d'une onde acoustique
V_{anneau}	m ³	Volume de l'anneau de l'essai d'étalement
V_b	μl	Volume de la bulle
V_0	μl	Volume initial d'une bulle
V_{max}	μl	Volume maximal injectable (200 μl)
V_r	-	Volume relatif d'une bulle ($V_r = V_b / V_{\text{max}}$)
V_{r0}	-	Volume relatif initial d'une bulle ($V_{r0} = V_0 / V_{\text{max}}$)
V_t	μl	Volume total (Volume de la bulle V_b + volume dans la seringue V_s)
V_s	μl	Volume dans la seringue

Introduction générale

Le secteur du bâtiment représente 40 % de la demande énergétique française et 60 % de cette énergie est utilisée pour chauffer ou climatiser les bâtiments. La déperdition d'énergie au travers des parois des bâtiments reste la principale cause de consommation énergétique bien que les performances thermiques des solutions constructives aient considérablement évolué au cours des dernières années, sous l'impulsion des réglementations énergétiques de plus en plus contraignantes. Des innovations en termes de matériaux isolants doivent être proposées.

Dans un contexte de développement durable et d'économie d'énergie, la création et l'optimisation de matériaux isolants autoporteurs performants s'avèrent nécessaires. Le cas des mousses minérales constitue une solution qui mérite d'être réévaluée.

L'objectif de ces travaux de thèse est ainsi de créer des mousses minérales isolantes et autoporteuses à partir d'un liant minéral en cherchant à limiter l'énergie de production et l'emploi de composants chimiques potentiellement nuisibles en termes d'impact environnemental. L'étude est centrée sur le cas du ciment Prompt et du gypse. Trois méthodes de production de mousses réalisées à température ambiante, sans production de gaz sont utilisées, la méthode par malaxage simple, par mousse préformée et la méthode dissociée, afin de réduire d'avantage l'empreinte énergétique du matériau.

Trois principaux critères de performances du produit final sont retenus : la masse volumique, la conductivité thermique et la résistance à la compression. Une masse volumique de moins de 600 kg/m^3 est recherchée afin de minimiser l'utilisation de liant. Une conductivité thermique maximale de $0,2 \text{ W/(m.K)}$ est fixée afin que le matériau soit isolant. Enfin, une résistance mécanique minimale de 2 MPa est attendue afin que le matériau soit autoporteur. Ce travail s'articule en quatre parties qui ont pour but de répondre à la problématique posée.

La **partie A** permet de présenter l'état actuel des connaissances sur les bétons légers. Les différentes méthodes de fabrication sont présentées. L'influence de plusieurs paramètres sur les performances thermomécaniques est relevée (type de granulats, choix de liant, influence du tensioactif...). Les performances thermomécaniques des bétons légers issus de la littérature sont collectées pour être ensuite comparées aux propriétés des mousses minérales produites.

La **partie B** présente tout d'abord les conditions de formation et de stabilité de mousses aqueuses en présence de différents tensioactifs. Le rôle déterminant des molécules tensioactives est mis en évidence. Les mousses minérales sont produites à partir de suspensions minérales concentrées (et réactives) apparentées sur le plan rhéologique à un fluide à seuil. Afin d'analyser les conditions de stabilité d'une bulle ou de coalescence de deux bulles au sein de tels fluides, un fluide modèle transparent, le gel de Carbopol®, est utilisé. Les constats réalisés permettent de cerner l'influence du seuil du fluide sur la morphologie finale de la mousse.

La **partie C** expose les différentes formulations et méthodes de productions mises en œuvre pour la fabrication de mousses minérales. L'influence de la nature et du dosage en tensioactif sur les propriétés des suspensions minérales est tout d'abord présentée. Les propriétés

thermomécaniques des mousses minérales sont ensuite évaluées. L'influence de la technique de moussage, de la nature et du dosage en tensioactif est démontrée. Les performances mécaniques des mousses s'avèrent affectées par les conditions de cristallisation du liant minéral en présence de tensioactif et par la structure porale.

La **partie D** permet de caractériser précisément la structure porale à l'aide de deux techniques d'analyses distinctes et de la relier aux performances mécaniques. Une caractérisation surfacique reposant sur une analyse d'image permet de dresser les premiers constats vis-à-vis de la distribution alvéolaire des mousses. Une analyse volumique, obtenue par tomographie, complète l'étude et permet de proposer une méthode d'interprétation simple et efficace. Le lien entre la nature et le dosage en tensioactif, la structure porale et les performances mécaniques associées est établi.

PARTIE A : Etude bibliographique

Cette partie bibliographique du mémoire débute avec un référencement des principales solutions d'isolation rapportée actuellement utilisées dans la construction de bâtiments. Ces matériaux présentent systématiquement de bonnes performances thermiques, mais de mauvaises performances mécaniques ce qui impose de les associer à une structure porteuse.

Le cas des solutions de type béton léger obtenu en insérant des charges ou granulats légers dans une matrice minérale est ensuite abordé. Ces matériaux de construction présentent une très large gamme de performances thermomécaniques permettant d'envisager la réalisation d'une isolation répartie potentiellement porteuse.

La réduction de masse d'un béton léger peut s'obtenir en remplaçant les granulats légers par des occlusions gazeuses pour former des mousses minérales. Les techniques de production de tels matériaux sont listées. Les performances thermiques et mécaniques de ces matériaux obtenus avec différentes natures de matrice minérale font l'objet d'une synthèse.

A.1 Contexte environnemental

La prise de conscience de l'épuisement progressif des ressources en énergies fossiles est très récente. À la fin de la Seconde Guerre mondiale, la France a accès à une grande quantité d'énergie à bas coût. L'énergie est alors perçue comme une ressource inépuisable. En parallèle, les besoins en reconstruction sont immenses et entraînent la mise en œuvre d'importants programmes de réalisation de bâtiments collectifs puis de maisons individuelles. À cette époque, l'isolation thermique des bâtiments n'a alors ni justification économique ni justification environnementale, les notions de confort restant secondaires face au besoin de relogement. C'est le premier choc pétrolier de 1973 et l'augmentation brutale des tarifs de l'énergie qui font prendre conscience aux politiciens et citoyens de la nécessité d'économiser l'énergie. De cette pression économique, apparaît la première réglementation thermique française en 1974 portant sur la construction. Cette réglementation prévoit la mise en place d'une fine couche d'isolation et l'installation d'un système de régulation du chauffage [1].

Depuis, les réglementations thermiques se succèdent en vue d'améliorer les performances thermiques des bâtiments. Au cours des trente dernières années, la consommation moyenne en énergie totale chute de 34 %, passant de 400 kWh/m²/an à moins de 250 kWh/m²/an [2]. Cependant, en raison de l'augmentation de la surface moyenne d'habitation par habitant et de l'utilisation croissante d'appareils de confort (électroménagers, climatisation...) la consommation finale dans les bâtiments a augmenté de 24 % sur cette même période. Ainsi, le secteur du bâtiment est le plus gros consommateur d'énergie, il représente 46 % [3] de la consommation d'énergie finale (Figure A. 1), loin devant les transports et l'industrie. Dans cette part de consommation, les maisons individuelles représentent à elles seules 42 %. De plus, 60 % de l'énergie consommée dans les bâtiments est perdue par transferts thermiques au travers de ses parois (chauffage, climatisation) [4–6]. En France, le bâtiment est donc le plus grand consommateur d'énergie, mais c'est aussi dans ce secteur que les économies sont les plus faciles à réaliser, notamment dans les logements construits avant 1974. Ce problème n'est pas seulement national puisque le bâtiment représente également le plus gros consommateur d'énergie au niveau européen.

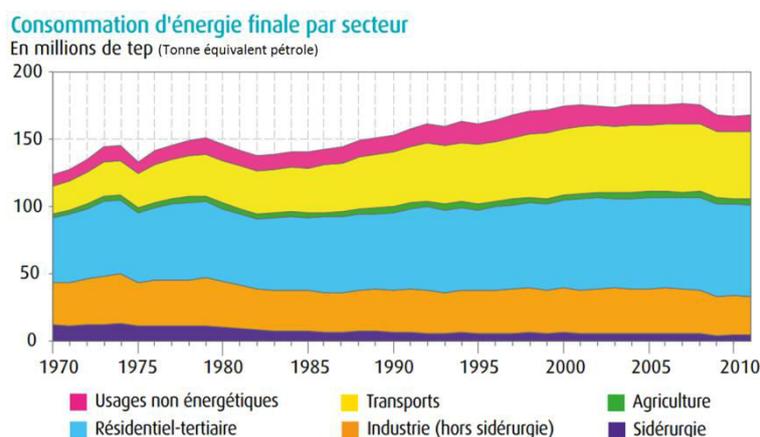


Figure A. 1. Consommation d'énergie finale en France [7].

La dernière réglementation thermique (RT2012) mise en place par le Grenelle de l'Environnement est plus stricte que la RT2005 et vise à réduire la consommation énergétique du secteur du bâtiment. Elle se traduit actuellement par la mise en place du label BBC (Bâtiment Basse Consommation). L'objectif étant d'atteindre une consommation de 50 kWh/m²/an d'énergie en moyenne. Cette RT impose une meilleure gestion énergétique du bâtiment en abordant différents points : le recours aux énergies renouvelables, les équipements durables, la conception bioclimatique, et enfin, l'isolation. La RT2020, encore plus stricte, impose aux

bâtiments neufs d'être des bâtiments à consommation d'énergie nulle (d'ici 2018 pour les bâtiments occupés par des administrations publiques). Elle correspond à la norme « Très Haute Performance Energétique », également appelée « bâtiment à énergie positive » [8].

Durcir le contexte réglementaire pour la réalisation de construction neuve ne constitue qu'une partie de la solution. Sachant qu'environ 1 % du patrimoine bâti est renouvelé chaque année, d'importantes marges de progression sont possibles en s'intéressant à la rénovation des bâtiments existants. Le gain économique découlant de ces différentes réglementations n'est plus la seule raison de leur mise en place. Le lien entre l'augmentation de la consommation énergétique et son impact écologique est aujourd'hui indiscutable. Un groupe international d'experts, le GIEC (Groupement Intergouvernemental d'Etude du Climat), a produit des données incontestables sur la réalité des changements climatiques. Ils ont pour origine l'activité humaine qui disperse dans l'atmosphère des quantités croissantes de gaz à effets de serre, essentiellement du dioxyde de carbone CO₂. Le protocole de Kyoto engage les pays industrialisés à réduire l'émission de ces gaz avec un objectif de réduction globale de 5,2 % des émissions du CO₂ en 2012 par rapport aux émissions de 1992. Ces engagements n'ont pas été tenus.

Le bâtiment est responsable de 25 % des émissions françaises de CO₂, ce qui en fait la deuxième source de pollution par le CO₂ avec une émission annuelle de 120 millions de tonnes. Les perspectives définies par l'Union européenne visent à diminuer les émissions de gaz à effet de serre de 20 % d'ici à 2020 par rapport à 1990. À la même échéance, la consommation d'énergies renouvelables devra atteindre 20 % de l'énergie finale consommée. Les pays les plus industrialisés tentent de satisfaire leurs promesses, et proposent de réduire de moitié leurs émissions à l'horizon 2050, tandis que les pays émergents rechignent à s'engager.

Bien que la consommation énergétique soit principalement due aux pertes thermiques dans les parois et au fonctionnement des appareils électroménagers, sur un cycle de vie de 50 ans, 1/5 de l'énergie consommée est associée à la création des matériaux composant le bâtiment [9,10].

Ces différentes données contextuelles font que la création de nouveaux matériaux d'isolation doit permettre d'augmenter les performances thermiques des bâtiments neufs ou réhabilités, mais ces nouveaux matériaux doivent également permettre une réduction des quantités de matières premières non renouvelables utilisées et de l'énergie de production.

Tous secteurs confondus, le béton à base de ciment Portland est le produit manufacturé le plus consommé au monde en raison de ses bonnes performances mécaniques et de son coût assez faible. Il est utilisé pour réaliser la structure et/ou l'enveloppe des bâtiments. Sa fabrication repose sur la calcination du clinker s'effectuant à environ 1400°C, la rendant très énergivore (entre 2900 et 3300 kJ/tonne) [11,12]. La production de CO₂ correspondant est de 0,9 tonne par tonne de ciment. Ainsi, l'émission totale attribuée à la production du ciment représente 8 % des émissions mondiales totales en CO₂ [13].

Enfin, l'industrie de construction est confrontée à un autre problème, l'épuisement progressif des ressources et/ou l'accès plus difficile à ces ressources. Bien que les réserves en calcaire, constituant principal du clinker sont encore importantes, la demande ne cesse d'augmenter pour atteindre 3,6 billions de tonnes en 2011. Cette dernière s'est à peu près stabilisée dans les pays industrialisés, mais la demande des pays émergents (Chine, Inde, Moyen-Orient, Amérique latine...) augmente rapidement [14,15] (Figure A. 2).

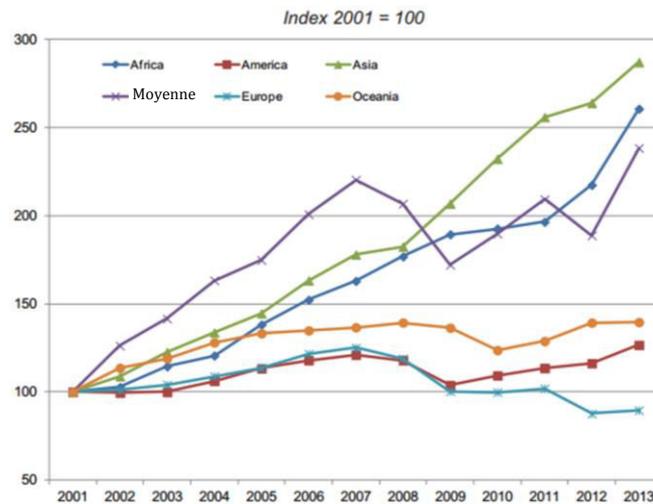


Figure A. 2. Production de ciment par région - évolution entre 2001 et 2013 [15].

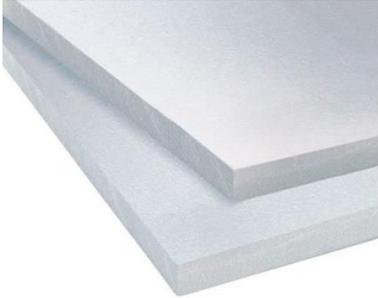
Dans le but de limiter la consommation des ressources en matériaux de construction, différentes voies d'allègement sont apparues. Dans ce contexte, les bétons légers se sont considérablement développés au cours des dernières décennies. Ces matériaux sont obtenus en remplaçant une partie des composants du béton par des constituants plus légers et/ou moins énergétiquement impactants ou par des vides. Ces matériaux, en fonction de leur formulation et mode de fabrication, offrent la possibilité de réduire l'empreinte énergétique du secteur du bâtiment grâce à trois leviers majeurs : amélioration de l'isolation thermique des enveloppes des bâtiments, diminution de l'énergie grise et des émissions de CO₂ lors de la production et préservation des ressources minérales.

Les développements présentés dans ce mémoire sont ancrés sur ces lignes conductrices. L'étude est particulièrement focalisée sur le développement de mousses minérales présentant un compromis vis-à-vis de leurs propriétés mécaniques et thermiques.

A.2 Isolation rapportée

Les matériaux de structure courants présentent de médiocres performances thermiques, largement insuffisantes pour respecter la réglementation thermique en vigueur. Pour réaliser une isolation thermique, différentes solutions et matériaux sont disponibles, tant pour la construction neuve que pour la rénovation. Lorsque l'isolation est réalisée indépendamment de la structure, elle est dite « rapportée ». C'est la solution la plus couramment utilisée en France, et dans le monde. Les matériaux isolants peuvent se classer dans différentes catégories en fonction de leur origine : synthétique, minérale, végétale, animale [16]. Les matériaux d'isolation rapportée les plus couramment utilisés sont présentés ci-après (Tableau A. 1). Des valeurs caractéristiques de conductivités thermiques λ (aussi appelée conductivité thermique utile) sont présentées dans le Tableau A. 2. Ces valeurs sont obtenues dans des conditions usuelles d'utilisation de ces matériaux (en température, pression et humidité relative). Ces valeurs sont rassemblées dans la Figure A. 6 sous l'appellation « isolation rapportée » (au chapitre A.5.7). La conductivité thermique sèche λ_s obtenue avec une hygrométrie nulle est nécessairement plus faible. Cette conductivité sèche λ_s est celle fournie par les constructeurs.

Tableau A. 1. Matériaux d'isolation rapportée.

Polystyrène expansé	Polyuréthane
	
1	1
Laine de verre	Laine de roche
	
1	1
Verre cellulaire	Laine de chanvre
	
1	1

¹ <http://www.archiexpo.fr>

Le polystyrène expansé est fabriqué à partir de petites boules de styrène, produites à partir de dérivés de raffinage du pétrole. Les billes de polystyrène expansible sont mélangées avec l'agent gonflant (pentane). L'ensemble est chauffé à la vapeur d'eau pour former des billes pré-expansées. Au cours de ce processus, l'agent gonflant entre en ébullition. Après refroidissement et maturation, les billes sont placées dans des moules et à nouveau chauffées à la vapeur pour initier l'expansion finale au cours de laquelle elles se soudent entre elles. Les blocs ainsi formés sont ensuite découpés en plaques. Le polystyrène expansé est peu perméable à l'air et assez instable dans le temps. Avec la chaleur peut s'opérer une perte de volume après plusieurs années. Il est sensible aux produits corrosifs et aux rongeurs. La conductivité thermique du polystyrène expansé dépend de sa densité, de sa température et de son taux d'humidité.

Le polystyrène extrudé est produit à partir de polystyrène fondu en ajoutant un gaz d'expansion (HFC, CO₂ ou C₆H₁₂). Avant 2002, le gaz d'expansion employé était du HCFC, destructeur de la couche d'ozone. Le HFC est depuis utilisé, mais il s'agit néanmoins d'un puissant gaz à effet de serre. La masse chauffée de polystyrène est extrudée par un gicleur tout en subissant une chute de pression entraînant son expansion. Le matériau est produit en continu et coupé lorsqu'il est revenu à une température proche de la température ambiante. Il faut noter que le polystyrène (expansé ou extrudé) réagit très mal aux incendies. Sa température de fusion est très basse et sa combustion dégage des gaz toxiques.

Le polyuréthane est issu de la réaction entre des isocyanates et des polyols (des alcools contenant de multiples groupes hydroxyles). Pendant l'expansion, les pores fermés se remplissent de gaz (HFC, CO₂ ou C₆H₁₂). Le polyuréthane est produit par panneaux ou en continu sur une ligne de production. Le polyuréthane peut aussi être directement utilisé comme mousse expansive sur chantier pour réaliser l'isolation autour des fenêtres ou des portes par exemple. Tout comme le polystyrène, le polyuréthane est sans danger dans les conditions d'utilisation habituelles, mais devient très dangereux en cas d'incendie, car il libère des isocyanates, du monoxyde de carbone et de l'acide cyanhydrique. Enfin, sous l'effet de fortes chaleurs, les substances ignifuges incorporées lors de la fabrication peuvent également dégager des gaz toxiques pour le système nerveux.

Le terme « laine » minérale englobe la laine de verre et la laine de roche. Ces isolants sont généralement produits sous forme de plaque ou de panneau de densité variable suivant l'utilisation. Ces produits, légers et tendres, assurent le remplissage au niveau de la charpente ou de toutes autres cavités disponibles. Des laines minérales plus lourdes et plus denses sont appliquées lorsque les matériaux isolants sont soumis à des contraintes, par exemple en isolation de plancher. La laine de verre est produite à partir de silice (95 %) chauffée à environ 1100°C. La masse chauffée est mise en rotation et s'échappe par de petites buses créant ainsi les fibres. La laine de roche est produite à partir de roches volcaniques fondues à environ 1500°C (diabase et dolérite). Dans les deux cas sont ajoutées une huile pour bloquer la poussière et une résine, du formol généralement, pour lier les fibres.

Le verre cellulaire est composé de millions de cellules fermées remplies de gaz inerte. Il est fabriqué à partir de sable ou à partir de calcin (verre recyclé). Le verre fondu est étiré sous forme de tubes qui sont refroidis puis finement broyés. Un mélange est obtenu par ajout de poudre de carbone. Ce dernier est ensuite placé dans des bacs en inox. Les bacs passent ensuite au four de moussage où le mélange va gonfler sous l'effet de la chaleur (850°C). Aucun agent chimique n'est ajouté. Les pains ainsi formés passent ensuite dans un four de recuit pour être ramenés à température ambiante sans dégonfler. L'inconvénient du verre cellulaire est son niveau d'énergie grise élevée (1600 kWh/m³) rendant sa production onéreuse, mais il possède une très longue durée de vie et une excellente tenue au feu ainsi que des propriétés mécaniques très intéressantes.

La ouate de cellulose ($C_6H_{12}O_5$) est un matériau issu du recyclage du papier ou de fibres de bois. Le procédé de fabrication donne un aspect et une consistance semblables à ceux de la laine. Des adjuvants sont ajoutés pour améliorer la réaction au feu, la résistance aux insectes, aux rongeurs et aux moisissures : l'acide borique, l'hydrate d'alumine, de phosphate d'ammonium ou de tanin fongicide extrait d'écorces. Ces adjuvants ne dépassent généralement pas 12 % du poids du produit. La ouate de cellulose est principalement utilisée comme matériau de remplissage, mais des panneaux peuvent également être produits.

Tableau A. 2. Masse volumique et conductivité thermique des principaux matériaux d'isolation rapportée selon Fedullo [2].

Matériau	Origine	Masse volumique ρ [kg/m ³]	Conductivité thermique λ_s [W/(m.K)]
Laine de roche classe RA	Minérale	18 - 80	0,025 - 0,047
Laine de roche classe RB	Minérale	60 - 180	0,039 - 0,041
Laine de verre classe VA	Minérale	7 - 65	0,034 - 0,047
Laine de verre classe VB	Minérale	7 - 65	0,035 - 0,051
Laine de verre classe VC	Minérale	7 - 130	0,036 - 0,056
Laine de verre classe VD	Minérale	9,5 - 25	0,043 - 0,054
Laine de verre classe VE	Minérale	55 - 130	0,037 - 0,039
Polystyrène expansé	Synthétique	10 - 30	0,035 - 0,047
Polystyrène extrudé	Synthétique	28 - 40	0,042
Mousse polyuréthane	Synthétique	27 - 35	0,030
Plaque à base de perlite	Minérale	180 - 275	0,056 - 0,062
Plaque de verre cellulaire	Minérale	110 - 140	0,05
Panneaux de chanvre	Végétale	35 - 40	0,040 - 0,041
Panneaux de fibre de bois	Végétale	100 - 240	0,040 - 0,047
Panneau de laine de bois	Végétale	< 50	0,038
Ouate de cellulose	Végétale	38 - 70	0,038 - 0,041
Panneaux de ouate de	Végétale	70	0,039
Laine de lin	Végétale	> 30	0,040
Laine de mouton	Animale	12 - 35	0,035 - 0,042
Plumes de canard	Animale	20 - 30	0,033 - 0,035

D'autres produits végétaux sont également de plus en plus utilisés, tels que les fibres de bois, le chanvre [17], le lin, le liège, le kenaf, les fibres de coco... Certains produits proviennent également de filières de valorisation tels que le métisse (les fibres de cotons recyclées), vêtements usagés...

Tous ces produits présentent de bonnes performances thermiques, mais doivent être intégrés à une structure porteuse. La structure, en général dense, conduit la chaleur. Des ponts thermiques apparaissent dans les zones où l'isolation thermique est localement affaiblie par rapport au niveau d'isolation moyen. Cette interruption peut être nécessaire pour laisser place à des éléments assurant la transmission des efforts mécaniques. Ainsi, l'isolation thermique par l'intérieur des murs est généralement interrompue au niveau des parois internes porteuses comme les dalles et les refends tandis que l'isolation thermique par l'extérieur se trouve interrompue au niveau des parois externes se prolongeant vers l'intérieur du bâtiment comme les balcons [18].

A.3 Isolation répartie

Pour s'affranchir de problèmes en lien avec l'utilisation d'une isolation rapportée et pour simplifier les phases de construction il peut être intéressant de travailler avec des matériaux assurant à la fois le maintien de la structure, mais aussi son isolation. Ce type d'isolation est dite « répartie ». Dans cet esprit, les blocs constructifs permettent de créer la structure sans qu'il soit nécessaire d'ajouter une isolation rapportée pour garantir ses performances thermiques [2]. Le développement de tels matériaux découle à la fois de la nécessité de diminuer la masse des éléments porteurs, mais également d'accéder à des performances thermiques supérieures à celle du béton classique [19]. Les solutions actuelles se divisent en deux grandes familles : les blocs monomurs en terre cuite à alvéoles verticales ou horizontales et les blocs constructifs en béton léger. Le positionnement des bétons légers par rapport aux principales solutions utilisées pour l'isolation des bâtiments est présenté dans un organigramme, réalisé au cours de cette thèse, Figure A. 3. Ces matériaux font l'objet d'une description plus détaillée dans le chapitre suivant.

Les blocs monomurs sont fabriqués à partir d'argile extraite de carrières. L'argile est mélangée avec de l'eau, du sable et de la sciure de bois jusqu'à obtenir une consistance satisfaisante. Le mélange est ensuite broyé en granulés de petites dimensions, humidifié à la vapeur, puis passé à travers une filière ou matrice pour créer la forme des alvéoles. Après un séchage (entre 36 et 45 h) avec ventilation et humidité contrôlée, les briques sont cuites au four à 900°C entre 6 et 36 h. Les briques, après rectification, ont une masse volumique apparente comprise entre 650 et 850 kg/m³, une résistance mécanique allant de 6 à 8 MPa pour une conductivité thermique comprise entre 0,12 et 0,18 W/(m.K). La terre cuite est totalement inerte et ne présente aucune toxicité. Cependant, sa production est très énergivore, son énergie grise varie entre 600 et 770 kWh/m³.

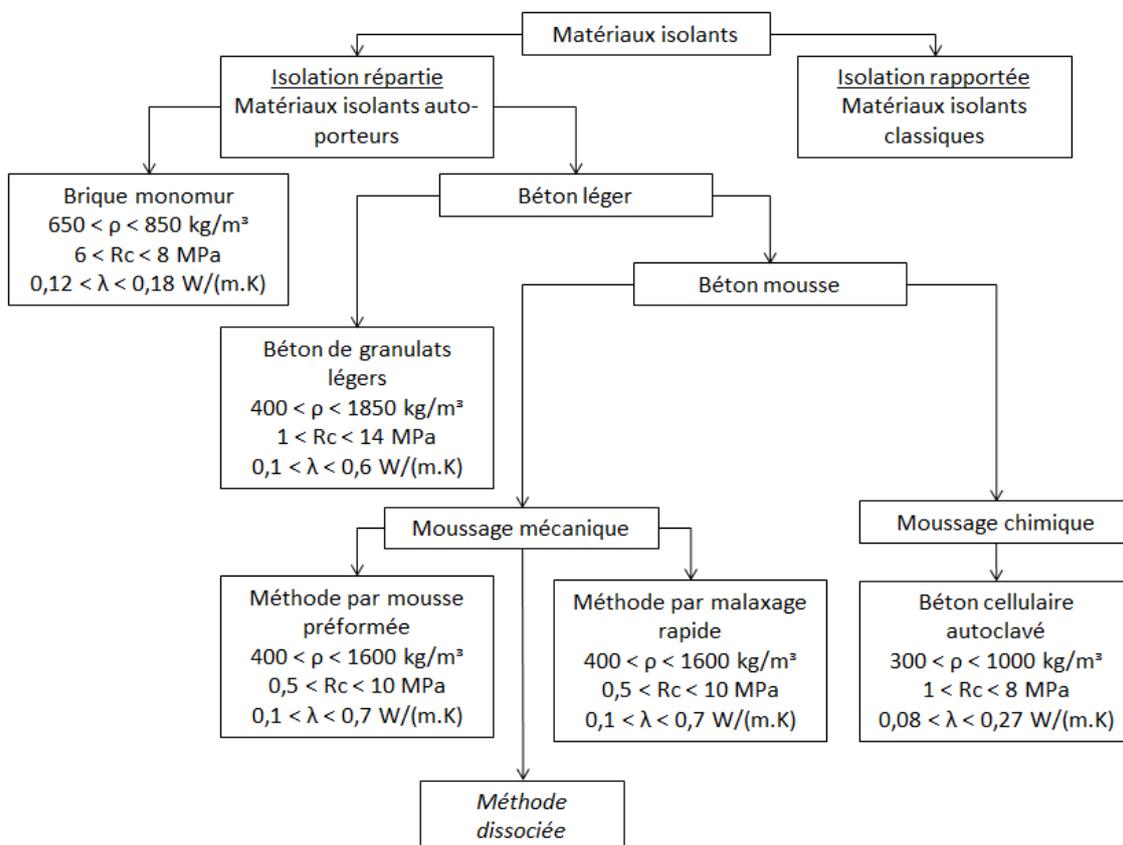


Figure A. 3. Organigramme des différents types de matériaux isolants.

A.4 Béton de granulats légers

Les blocs constructifs en béton léger appartiennent à la catégorie des matériaux de construction légers. Au cours des 30 dernières années, ces produits se sont considérablement développés et apparaissent comme une bonne alternative aux solutions isolantes classiques [20,21]. La plupart de ces matériaux sont fabriqués à partir de pâte de ciment ou de mortier. Les bétons légers sont caractérisés par une faible densité ($300 < \rho < 1850 \text{ kg/m}^3$), une consommation de matière première parfois plus faible, une résistance mécanique plus faible que celle d'un béton classique ($0,3 < R_c < 35 \text{ MPa}$) et des propriétés thermiques isolantes acceptables ($0,05 < \lambda < 0,7 \text{ W/(m.K)}$) [22].

Selon Neville [19], les bétons légers se divisent en trois catégories de masse volumique. Le béton structural de granulats légers ($1350 < \rho < 1850 \text{ kg/m}^3$) est utilisé comme élément structural et possède une résistance minimale à la compression de 17 MPa et une conductivité thermique comprise entre 0,40 et 0,70 W/(m.K). Le béton de résistance moyenne, comme son nom l'indique, possède des propriétés intermédiaires ($7 < R_c < 17 \text{ MPa}$) en lien avec sa masse volumique ($800 < \rho < 1350 \text{ kg/m}^3$). Le béton léger de faible masse volumique ($300 < \rho < 800 \text{ kg/m}^3$) n'est pas utilisé comme élément structural, mais est apprécié pour ses performances thermiques, $\lambda < 0,25 \text{ W/(m.K)}$.

Au cours des dernières décennies, le béton léger a principalement été utilisé comme matériau de remplissage, de remblai, d'isolation des fondations et des toits, d'isolation phonique et de jointoiement pour tunnels [23]. L'emploi du béton léger dépend principalement de la masse volumique du produit fini. Ses principales applications sont résumées dans le Tableau A. 3.

Tableau A. 3. Domaine d'utilisation du béton léger en fonction de sa masse volumique [24].

Masse volumique ρ [kg/m ³]	Domaine d'utilisation
300 - 600	Isolation thermique et phonique des toits et plafonds Isolation dans des blocs creux ou dans tout autre espace vide lorsque des propriétés isolantes importantes sont attendues
600 - 900	Mur préfabriqué et panneau pour cloisons, dalle pour faux plafonds, isolation thermique et phonique des chapes de bâtiments résidentiels à plusieurs niveaux. Remplissage divers
900 - 1200	Bloc de béton utilisé sur les derniers étages de bâtiments, ornementation architecturale, cloison, dalle de toit, chape
1200 - 1800	Panneau préfabriqué de dimensions diverses (utilisations industrielle-commerciale). Béton de structure isolant

La façon la plus simple de produire du béton léger est de remplacer une partie de ses constituants par des granulats légers ($\rho < 1200 \text{ kg/m}^3$) insérés dans la suspension minérale fraîche. Une grande gamme de densité de produits finis est alors possible ($300 < \rho < 1850 \text{ kg/m}^3$) [25]. Ces granulats sont généralement produits localement en fonction des ressources disponibles. L'annexe A.1 fournie par [26] référence les principaux lieux de production et quantités produites.

Couasnet [27] propose une classification des principaux bétons de granulats légers tout en indiquant la conductivité thermique associée (Tableau A. 4). L'ensemble de ces valeurs est référencé dans la Figure A. 6 afin de les comparer aux différents matériaux légers existants.

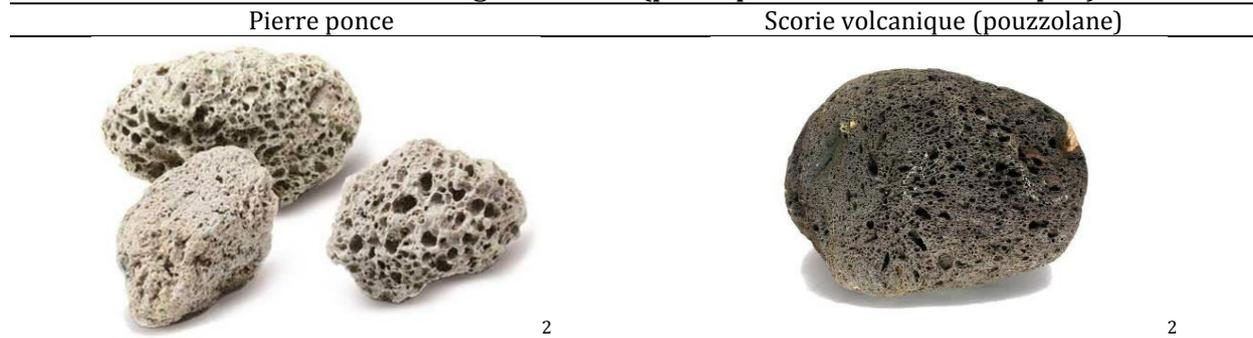
Tableau A. 4. Propriétés de bétons de granulats légers selon Couasnet [27].

Matériau	ρ [kg/m ³]	λ [W/(m.K)] 50 % HR	λ [W/(m.K)] 80 % HR
Béton à base de schiste expansé	1100	0,34	0,36
	1200	0,36	0,38
	1300	0,39	0,40
	1400	0,41	0,42
Béton avec granulats de pierre ponce	500	0,12	0,13
	700	0,17	0,18
	900	0,24	0,25
	1100	0,32	0,33
	1300	0,41	0,43
Béton d'argile expansé	400	0,10	0,10
	600	0,16	0,17
	800	0,23	0,24
	1000	0,31	0,32
	1200	0,40	0,42
	1400	0,50	0,52
Béton de laitier de haut-fourneau	1000	0,18	0,20
	1200	0,25	0,27
	1400	0,36	0,39
	1600	0,50	0,53
Béton de polystyrène expansé	500	0,16	0,17
	700	0,23	0,25
	900	0,28	0,32
Béton de pouzzolane ou de laitier expansé	1500	0,52	
	1300	0,44	
	1100	0,35	
Béton de cendres volantes frittées (ρ granulats = 650 kg/m ³)	1100	0,35	
	1000	0,27	
Béton de ponce naturelle (ρ granulats = 600 kg/m ³)	1100	0,46	
	1500	0,85	
Béton d'argile expansée	1300	0,70	
	1100	0,46	
	900	0,33	
	700	0,25	
	700	0,31	
Béton de perlite ou de vermiculite	500	0,24	
	550	0,16	

A.4.1 Type de granulats

A.4.1.1 Granulats naturels (minéraux)

Les granulats minéraux naturels tels que la pierre ponce [28], la diatomite ou les scories volcaniques (pouzzolane) [29] sont couramment utilisés (Tableau A. 5) pour réaliser des bétons légers. Ces granulats sont en général concassés afin d'en réduire la taille, mais aussi pour en maîtriser la granulométrie. Malheureusement, ces éléments sont seulement disponibles à certains endroits du globe (Annexe A.1) et ne sont donc pas partout utilisés. Ces granulats légers permettent la formation de béton léger de faible masse volumique (entre 1100 et 1500 kg/m³ pour les bétons de pouzzolane et entre 500 et 1300 kg/m³ pour les bétons de pierre ponce).

Tableau A. 5. Granulats légers naturels (pierre ponce et scories volcaniques).

A.4.1.2 Granulats naturels (végétaux)

Le mariage entre matières végétales ou animales et les liants minéraux ne date pas d'hier. Ces bétons sont généralement appelés agrobétons et sont obtenus par un mélange hétérogène entre un liant minéral et des granulats légers végétaux [30]. Un grand nombre de granulats naturels existent : chanvre [17,31,32], lin [33], bois [34], écorces de riz [35]. Ces ressources présentent l'avantage d'être des sous-produits ou des déchets industriels. L'utilisation de ces matières renouvelables permet une réduction de l'impact environnemental des bâtiments. Cependant, les performances mécaniques de ces bétons sont souvent assez faibles.

A.4.1.3 Granulats naturels (traitement thermique)

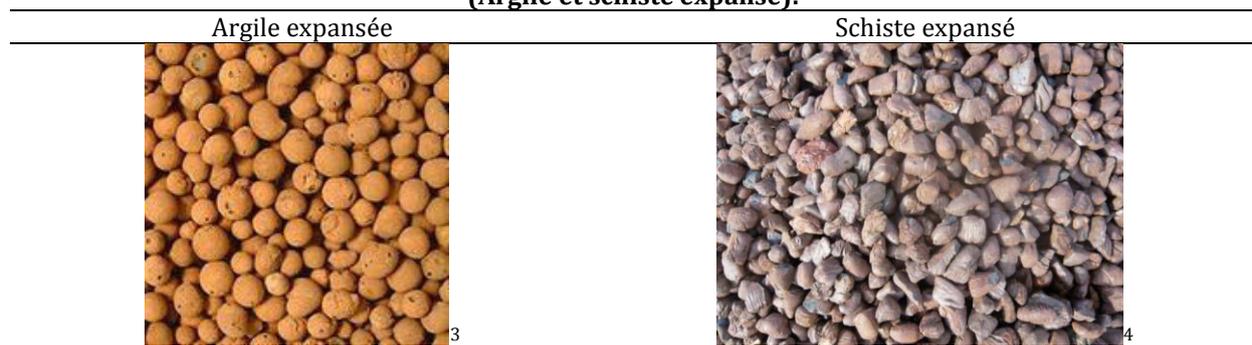
Une grande partie des granulats utilisés dans les bétons de granulats légers proviennent d'une transformation de matériaux naturels, souvent par traitement thermique. Ces matériaux (schiste, ardoise, argile...) sont portés à leur température de fusion (entre 1000 et 1200°C) aboutissant à une expansion des matériaux due à un dégagement gazeux piégé par la viscosité du matériau. Les granulats obtenus ont une masse volumique apparente comprise entre 300 et 900 kg/m³ et permettent la fabrication d'une large gamme de bétons de granulats légers (700 < ρ < 1850 kg/m³). Les masses volumiques des bétons d'argile expansée évoluent entre 700 et 1600 kg/m³ pour des résistances à la compression associées allant de 4 MPa jusqu'à 30 MPa.

D'autres matériaux naturels, tels que la perlite (issue de roche volcanique siliceuse) et la vermiculite (silicate de magnésie) sont également utilisés après avoir subi une phase d'expansion par chauffage. Ces granulats légers diffèrent des précédents par leurs très faibles masses volumiques : (60 < ρ < 130 kg/m³) pour la vermiculite (30 < ρ < 240 kg/m³) pour la perlite. Ces granulats très légers créent des bétons de granulats légers présentant d'excellentes performances thermiques, mais de faibles propriétés mécaniques.

Quelques références intéressantes peuvent être citées. Schackow et al. [36] ont utilisé des granulats de vermiculite et ont produit un béton léger ayant une assez faible conductivité thermique (0,34 < λ < 0,50 W/(m.K)) et des résistances mécaniques satisfaisantes (6,31 < R_c < 14,31 MPa) au vu des masses volumiques obtenues (1130 < ρ < 1250 kg/m³).

² <http://www.futura-sciences.com/magazines/maison/infos/dossiers/d/maison-materiaux-construction-modernite-tradition-960/page/14/>

Tableau A. 6. Granulats légers naturels ayant subi un traitement thermique (Argile et schiste expansé).



Sengul et al. [37] travaillent avec des granulats de perlite se substituant partiellement au sable naturel du béton. Le premier échantillon ne contient pas de perlite et correspond ainsi à un béton de référence. La quantité de perlite est ensuite augmentée par pas de 20 %. Les résultats de la caractérisation thermomécanique sont présentés dans le Tableau A. 7. Une chute rapide des propriétés mécaniques apparaît avec l'augmentation du taux de substitution du sable par la perlite en parallèle d'une amélioration de la conductivité thermique.

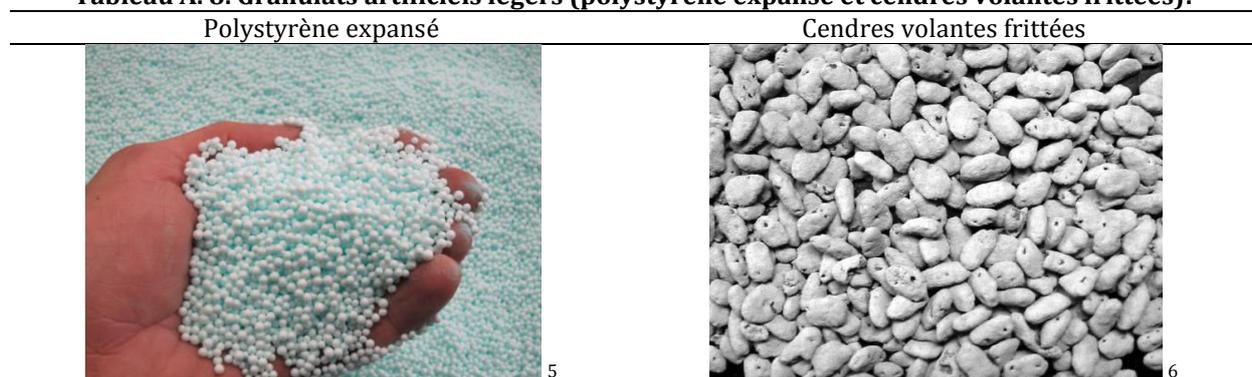
Tableau A. 7. Evolution des propriétés du béton de granulats légers en fonction du taux de substitution du sable par de la perlite [37].

	BN	EPC20	EPC40	EPC60	EPC80	EPC100
Masse volumique de pâte ρ [kg/m ³]	2015	1870	1549	1196	939	696
Masse volumique ρ lors de l'essai de compression [kg/m ³]	1937	1775	1402	980	673	392
Masse volumique ρ (essai thermique) [kg/m ³]	1833	1677	1316	909	613	354
Résistance mécanique R_c [MPa]	28,8	17,3	10,9	4,6	1,1	0,1
Module d'Young E [GPa]	19,5	12,8	9,4	3,3	-	-
Conductivité thermique λ [W/(m.K)]	0,6	0,57	0,53	0,35	0,21	0,13

A.4.1.4 Granulats artificiels

D'autres granulats proviennent de sous-produits industriels, les plus largement répandus sont le laitier expansé, le polystyrène expansé (EPS) [38] et les cendres volantes frittées (Tableau A. 8) :

Tableau A. 8. Granulats artificiels légers (polystyrène expansé et cendres volantes frittées).



³ <http://isolation.comprendrechoisir.com/comprendre/argile-expandee>

⁴ fibreverte.com

⁵ <http://www.lma-isolation.fr/revolution-dans-isolation/c-164.html>

Ces granulats, sous forme de boulette, aboutissent généralement à des bétons légers présentant de bonnes performances mécaniques [39]. La résistance à la compression dépend fortement de la masse volumique apparente du béton. Le laitier de haut fourneau expansé, déchet de l'industrie métallurgique est produit via un ajout d'eau qui se vaporise et crée ainsi de la porosité au contact du laitier à haute température [40]. Le procédé est sensiblement identique pour les cendres volantes frittées. Les granulats de laitier expansé permettent la fabrication de béton de granulats légers de masse volumique allant de 1000 à 1800 kg/m³ pour des résistances mécaniques comprises entre 4 à 25 MPa. La fabrication du polystyrène expansé en bille est analogue à celle du polystyrène en panneaux développée dans la partie A.2.

A.4.2 Influence de l'eau

La qualité d'un type de granulats ne se juge pas uniquement à sa densité et à ses caractéristiques thermomécaniques. Tout d'abord, la forme des granulats peut lourdement impacter la rhéologie des pâtes cimentaires. Ainsi, d'après Turhan Erdoğan [41], sont généralement préférés les granulats relativement sphériques, car ils permettent une meilleure fluidité de pâte. Un autre paramètre décisif est la perméabilité du granulat. En effet, un granulat très perméable va capter une quantité importante de l'eau de gâchage ce qui peut affecter l'hydratation du ciment. Une solution pour pallier à ce problème est de saturer les granulats. Selon Nguyen et al. [42] les granulats présentant une couche imperméable sont généralement préférés.

A.4.3 Propriétés thermiques des bétons de granulats légers

En raison de leurs masses volumiques intermédiaires, les bétons de granulats légers sont caractérisés par des performances thermiques se situant entre celles des bétons normaux et celles des matériaux isolants. Fedullo et al. [2] présentent quelques valeurs types de conductivité thermique de bétons de granulats légers (Tableau A. 9). La conductivité thermique dépend principalement de la masse volumique du produit fini. Ces différentes valeurs sont présentées sur la Figure A. 6.

Tableau A. 9. Conductivité thermique de bétons de granulats légers selon Fedullo [2].

Béton de granulats légers avec :	Masse volumique sèche ρ_s [kg/m ³]	Conductivité thermique sèche λ_s [W/(m.K)]
Pouzzolane $\rho = 750$ kg/m ³	1000 - 1600	0,35 - 0,52
Pierre ponce naturelle	950 - 1150	0,46
Argile expansée, dosage en ciment 300 kg/m ³	1400 - 1600	0,85 - 1,5
Argile expansée, dosage en ciment 250 kg/m ³	1000 - 1400	0,46 - 0,70
Perlite ou vermiculite	600 - 800	0,24 - 0,31
Copeau de bois	450 - 650	0,16

Selon Fedullo et al. [2], à masse volumique apparente égale, les propriétés thermiques sont assez peu sensibles à des modifications de la composition des bétons de granulats légers. L'augmentation du dosage en ciment permet une augmentation des propriétés mécaniques, mais modifie peu le caractère isolant du béton de granulats légers.

⁶ <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/construction-th3/techniques-du-batiment-connaître-les-matériaux-de-la-construction-43804210/les-bétons-speciaux-tba1022/les-bétons-de-cendres-volantes-frittees-sl10054734.html>

Contrairement à Fedullo et al. [2], Uysal et al. [43] montrent que la conductivité thermique est fortement impactée par le dosage en ciment. La conductivité thermique d'un béton mixte contenant 75 % de granulats ordinaires et 25 % de pierre ponce passe de 1,16 à 1,46 W/(m.K) lorsque le dosage en ciment passe de 200 à 500 kg/m³. Chandra et al. [44] montrent également une dépendance de la conductivité thermique à la composition, elle diminue avec une augmentation de la porosité des granulats.

Liu et al. [45] travaillent avec des granulats issus de l'industrie de l'huile de palme et fabriquent un béton particulier puisqu'il contient des granulats légers, mais aussi une mousse aqueuse préformée. Ils montrent notamment qu'une augmentation de la quantité de mousse préformée (eau + AER Sika 50/50) permet une réduction de la densité du matériau entraînant une augmentation des performances thermiques. Enfin, une forte dépendance à l'humidité de la conductivité thermique est démontrée.

Nguyen et al. [42] étudient l'impact du remplacement des granulats normaux (sable) par différents types de granulats légers. À masse volumique constante, la conductivité thermique des bétons légers dépend principalement de la porosité des granulats légers (ces résultats corroborent ceux de Chandra et Berntsson [44]) et dans une moindre mesure de leur composition minéralogique. La pierre ponce fournit les conductivités les plus faibles. En effet, l'analyse par rayons X montre une structure cristalline amorphe qui conduit à une conductivité plus faible.

A.4.4 Propriétés mécaniques des bétons de granulats légers

À l'instar des bétons classiques, l'augmentation du dosage en ciment dans un béton de granulats légers entraîne une augmentation des performances mécaniques, quel que soit le type de granulats utilisé.

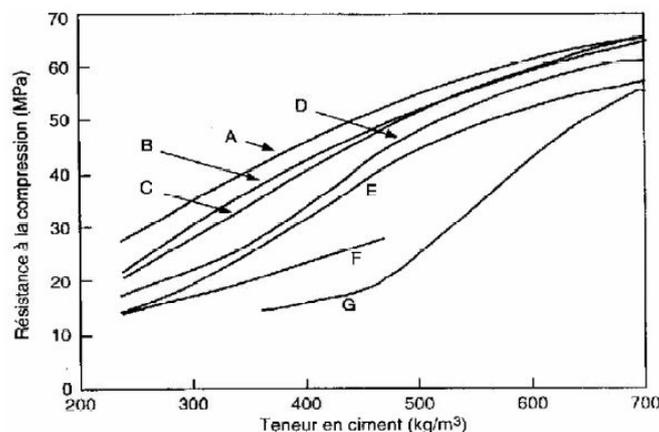


Figure A. 4. Evolution de la résistance à la compression à 28 jours (mesurée sur cube) en fonction du dosage en ciment de bétons ayant un affaissement de 50 mm et confectionnés avec différents types de granulats légers. (A) cendre volante frittée et granulat fin ordinaire ; (B) laitier de haut fourneau en boulette et granulat fin ordinaire ; (C) cendre volante frittée ; (D) schiste fritté ; (E) ardoise expansée ; (F) argile expansée et sable ; (G) laitier expansé [19].

Dans la plupart des cas, la rupture se fait par les granulats légers, car ils sont généralement plus fragiles que la matrice cimentaire [25,46]. Néanmoins, en cas de mauvaise adhérence entre la matrice et le granulat, si ce dernier est trop lisse, la rupture peut apparaître à la surface des granulats. La taille des granulats et leur distribution jouent également un rôle important.

En raison de la technique d'expansion couramment utilisée pour la fabrication de la plupart des granulats, les gros granulats sont plus fragiles et sont responsables de l'initiation de la rupture. Ainsi, à densité de béton égale, les petits granulats sont préférés, car ils conduisent à de meilleures performances mécaniques.

Ciu et al. [47] étudient l'influence du type et de la fraction volumique de granulats sur les performances mécaniques du béton de granulats légers et proposent une modélisation analytique. Les bétons sont fabriqués à partir de ciment Portland ordinaire et de sable fin jouant le rôle de granulat fin. Cinq granulats différents sont utilisés. Ces granulats présentent des propriétés différentes : densité, résistance à l'écrasement, facteur de forme. Ces propriétés sont résumées dans le Tableau A. 10 ci-dessous :

Tableau A. 10. Propriétés des granulats légers [47].

Constituant	Forme	Masse volumique apparente ρ [kg/m ³]	Masse volumique réelle ρ_r [kg/m ³]	Résistance écrasement [MPa]	Facteur de forme
Argile expansée	Sphérique	666	350	0,96	1,16
Argile expansée	Sphérique	1275	650	8,0	1,21
Schiste expansé	Allongée	1175	790	6,6	1,43
Schiste expansé	Angulaire	1622	670	6,6	1,74
Schiste expansé +	Sphérique	1770	890	11,9	1,15

Pour chaque type de granulat, trois fractions volumiques sont testées 30, 40 et 50 % tandis que le rapport E/C est maintenu à 0,35. Quel que soit le type de granulat, la résistance à la compression et le module d'Young diminuent avec l'augmentation de la fraction volumique de granulats. Cependant, cette variation n'est pas identique suivant le type de granulat considéré. Ainsi, la fraction volumique n'est pas le seul paramètre influençant la résistance mécanique. La masse volumique apparente des granulats semble également influencer sur la résistance mécanique. À fraction volumique égale, les granulats de masse volumique élevée fournissent les meilleures propriétés mécaniques. De même, une résistance à l'écrasement élevée de granulats implique des performances mécaniques élevées du béton léger associé.

Haque et al. [48] évaluent les propriétés mécaniques de deux bétons légers fabriqués à partir de deux granulats issus de cendres volantes ayant des résistances mécaniques différentes. L'effet d'une cure (immersion dans de l'eau à $23 \pm 2^\circ\text{C}$) conduit à de bons résultats sur les propriétés mécaniques finales. À partir de 7 jours de cure, les résultats sont stabilisés, une cure plus longue est donc inutile. Les valeurs de résistance en compression semblent toutefois relativement grandes (entre 46 et 65 MPa) au vu des masses volumiques à sec (entre 1775 et 2355 kg/m³).

L'influence du type de granulat est également étudiée par Bogas et al. [49] grâce à trois types de granulats issus d'argile expansée. L'influence du rapport massique E/C est également étudiée. Ils observent que la relation entre la masse volumique sèche des mousses et le volume des granulats insérés n'est pas unique, car elle dépend légèrement de la masse volumique des granulats. De plus, pour un taux de gâchage fixé, le dosage en ciment, ainsi que le rapport sable/ciment n'a que peu d'effet sur la résistance mécanique, contrairement à ce qui est démontré par [19,43]. Enfin, pour une variation identique de la masse volumique apparente du béton léger durci, une variation du volume des granulats inséré aura moins d'impact sur la résistance mécanique qu'une variation du rapport E/C.

Ke [50] précise ces résultats en montrant que la résistance à la rupture d'un béton de matrice ordinaire (40 MPa) ne diminue pas avec l'augmentation du volume de granulats légers lorsque ceux-ci ont une densité supérieure à 1500 kg/m³. Le mécanisme de rupture s'initie alors dans le mortier et non dans le granulat. Une amélioration de la qualité de la matrice induit un gain sur le module du béton, quelle qu'en soit la densité du granulat.

D'autres liants minéraux ont fait l'objet d'études intéressantes. Gutiérrez-González et al. [51] étudient la compatibilité entre le gypse et la poudre de polyamide afin de produire un béton léger de gypse avec des propriétés thermiques améliorées. Le polyamide présente, en général, une faible viscosité, une bonne stabilité thermique, une bonne résistance aux attaques chimiques, un faible fluage. Le polyamide est couramment utilisé dans le domaine de la construction, principalement sous forme de fibre pour améliorer la résistance à la flexion. Différentes proportions de polyamide sont testées tout en conservant une rhéologie identique à celle du mélange initial, sans polyamide. La structure porale est déterminée à l'aide d'un porosimètre à mercure et l'interface entre polyamide et gypse est examinée par microscope à balayage électronique rapide (MEB). L'augmentation du dosage en polyamide entraîne une diminution de la masse volumique (de 1477 à 757 kg/m³), des propriétés mécaniques (de 15,64 à 1,47 MPa) et de la conductivité thermique (de 0,30 à 0,14 W/(m.K)).

Yu et al. [52] confrontent résultats expérimentaux et théoriques sur un composite léger autoplaçant à base de gypse. Des granulats creux et sphérique de verre recyclé jouent le rôle de granulats légers. La granulométrie de ces granulats est maîtrisée. Le mélange est réalisé via les équations modifiées de Andreasen afin d'obtenir une compacité optimale. Les mélanges créés sont à la fois caractérisés à l'état frais et à l'état durci (rhéologie, densité, porosité et propriétés thermomécaniques). Les propriétés mécaniques du composite mis au point sont examinées. Le matériau léger autoplaçant à base de gypse est comparé à un gypse (issu de plâtre) de masse volumique identique. Une amélioration significative des performances mécaniques du matériau créé (jusqu'à 70 %) indique la pertinence de la méthode de mélange appliquée.

Les bétons de granulats légers présentent ainsi des performances mécaniques plutôt satisfaisantes. À l'instar des bétons normaux, l'optimisation de la pâte (augmentation du dosage en liant, diminution du taux de gâchage) améliore les propriétés mécaniques du produit final. Néanmoins, les faibles caractéristiques mécaniques des granulats légers impactent fortement la résistance mécanique finale et constituent une limite de ce type de matériau pour des granulats de masse volumique inférieure à 1500 kg/m³.

Les bétons de granulats légers présentent un bon compromis entre performances thermiques et mécaniques. Néanmoins, ces matériaux possèdent quelques défauts. Tout d'abord, la production des granulats à haute température est énergivore et parfois toxique. Ces bétons de granulats légers sont aussi généralement difficiles à recycler [53].

La conductivité thermique peut être diminuée en optimisant les granulats qui doivent avoir une forte porosité tout en étant peu sensibles à l'humidité. La résistance mécanique des bétons légers peut être améliorée à partir de la formulation de la pâte minérale (dosage en ciment et en E/L) ainsi que du choix des granulats (petits, adhérents à la matrice). Néanmoins, la réduction de masse volumique s'avère limitée. Une solution alternative consiste à substituer les granulats par des inclusions gazeuses et ainsi créer des bétons mousses. Le vocabulaire béton mousse est généralement associé à l'utilisation d'un liant hydraulique de type ciment (Portland ou non). Cette solution est décrite plus en détail dans le paragraphe suivant. L'utilisation de liants de type sulfate de calcium, qui ne fait pas l'objet d'une appellation spécifique, est détaillée ensuite.

A.5 Béton mousse

Pour supprimer les effets indésirables de l'allégement des bétons/mortiers classiques par l'introduction de granulats légers, ces derniers peuvent être remplacés par des inclusions gazeuses. Le coût énergétique de production de ces bétons mousses est généralement plus faible, car la production de granulats légers est souvent énergivore. Le gaz peut être directement introduit au sein de la pâte fraîche (mécaniquement, par la méthode par malaxage rapide ou la méthode par mousse préformée (Figure A. 5 – gauche) ou grâce à une production gazeuse (méthode gazeuse) suite à une réaction chimique (Figure A. 5 – droite).



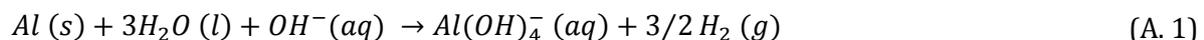
Figure A. 5. Béton mousse (droite) ; béton cellulaire (gauche).

Les bétons mousses ont été conçus dans les pays nordiques et sont particulièrement appréciés dans cette région à climat froid pour leur bonne résistance aux cycles de gel-dégel [54,55]. Ces bétons font partie des bétons légers et se divisent en deux catégories en fonction de la technique de fabrication employée (cf. Figure A. 3).

A.5.1 Méthodes de fabrication

A.5.1.1 Moussage chimique

Le « béton gaz » est produit grâce à la réaction chimique d'une faible quantité ($\approx 0,2\%$ de la masse de ciment) de poudres métalliques (agent expansif). Ces fines poudres réagissent avec l'eau et les hydroxydes dans le milieu alcalin, libérant ainsi des bulles de dihydrogène et créant des complexes métalliques hydrolysés. La réaction endogène est réalisée suivant la réaction (A. 1) écrite pour le cas de l'aluminium :



D'autres métaux peuvent être utilisés, le zinc ou le silicium suivant une réaction analogue. La pâte de ciment doit avoir une consistance suffisante pour empêcher les bulles de remonter à la surface [19]. Le béton gaz peut contenir ou non des granulats. Cependant, cette technique de fabrication peut entraîner de l'anisotropie. Cabrillac et al. [56] étudient ce phénomène en réalisant différentes matrices et bétons aérés non-autoclavés correspondants. De la chaux et du sable, en proportion variable, sont ajoutés au ciment Portland ordinaire ainsi qu'une quantité variable en agent d'expansion, l'aluminium. Tout d'abord, l'ajout de chaux et de sable tend à diminuer la porosité quels que soient le dosage en ciment et la quantité d'aluminium tandis qu'une augmentation du dosage en aluminium augmente la porosité. Afin de caractériser l'anisotropie résultant de l'expansion unidirectionnelle du matériau, les résistances à la

⁷ http://www.readybeton.be/Gamme_beton/436/readymix

⁸ <http://www.cotemaison.fr/materiaux-construction>

compression suivant l'axe parallèle à l'axe d'expansion f_{c1} et perpendiculaire à l'axe d'expansion f_{c2} , sont mesurées. Le coefficient $2(f_{c2}-f_{c1})/(f_{c2}+f_{c1})$ est ensuite étudié au regard des différentes compositions. Le coefficient varie entre 0 et 0,55 traduisant ainsi une dégradation de résistance à la compression suivant l'axe perpendiculaire à l'axe d'expansion.

Le béton mousse le plus répandu est le béton cellulaire autoclavé. Sa composition est basée sur un mélange de sable siliceux, de ciment, de chaux, d'eau et d'une faible quantité de poudre d'aluminium. Après avoir mixé ces composants, la suspension minérale est coulée dans des moules. Le volume est multiplié par cinq lors de la phase d'expansion provoquée par l'apparition de bulles de dihydrogène, un gaz inflammable. Après la prise, les panneaux sont découpés et placés dans un four pour y subir une phase d'autoclavage pendant 10 à 12 heures afin d'initier la réaction pouzzolanique entre la silice et la chaux [57]. En découle une structure constituée de millions de cellules ($0,05 < d_{\text{pore}} < 3$ mm) qui confèrent au matériau ses propriétés isolantes ($0,13 < \lambda < 0,27$ W/(m.K)). Enfermé de façon homogène dans la matrice, l'air joue le rôle d'isolant parfait. La matrice rigide permet au béton cellulaire d'être utilisé comme matériau partiellement porteur ($2 < R_c < 8$ MPa). Cependant, la phase d'autoclavage, à haute température et haute pression, augmente significativement la consommation énergétique de production. L'énergie grise associée est de 340 kWh/m^3 , ce qui correspond à une émission de $168 \text{ kg CO}_2/\text{m}^3$. Cette énergie grise est proche de celle d'un béton classique ($\approx 500 \text{ kWh/m}^3$ selon Couasnet [27]) alors que la masse volumique du béton cellulaire est de 2 à 4 fois inférieure ($300 < \rho < 1000 \text{ kg/m}^3$). Jerman et al. [58] relèvent une très grande dépendance de la conductivité thermique à la teneur en eau du béton cellulaire. La conductivité est multipliée par six lorsque le matériau passe de l'état sec à l'état d'humidité maximale. L'air peut également être directement enfermé dans la suspension minérale sans réaction chimique. Ces mousses sont produites mécaniquement, par la méthode par malaxage rapide ou à l'aide de la méthode par mousse préformée.

A.5.1.2 Moussage mécanique

La méthode de malaxage rapide repose sur un fort ajout de tensioactif au sein de la suspension minérale qui permet la création d'une mousse minérale stable lorsque tous les composants sont mélangés. La méthode par mousse préformée repose sur la production séparée d'une suspension minérale et d'une mousse aqueuse légère stable (sèche ou humide – cf. partie B.2.1.2). Ces deux méthodes requièrent un maintien de la structure de la mousse minérale jusqu'à la prise [59]. Cette stabilité dépend de plusieurs paramètres tels que la contrainte de cisaillement de la suspension, la nature et concentration du tensioactif, la structure moléculaire du tensioactif. D'après Buyn et al. [60], la méthode mousse préformée est généralement préférée à la méthode de malaxage rapide, car elle requiert moins de tensioactif et sa mise en place est facilitée sur chantier lors de la construction.

Yang et Lee [61] étudient l'influence de plusieurs paramètres sur les performances thermomécaniques de béton mousse fabriqué par moussage mécanique. Les mousses sont fabriquées à partir de ciment Portland ordinaire et d'un tensioactif constitué de protéine hydrolysée. Entre 1,5 et 3 % de gypse anhydre sont ajoutés afin d'accélérer la prise (hydratation plus rapide de C_3A). Trois principaux paramètres sont étudiés : le volume de mousse préformée, le taux de gâchage et la masse volumique apparente du béton mousse. La structure porale de ces différents échantillons est analysée par porosimétrie à mercure et par microscope optique. L'optimum en résistance mécanique est obtenu pour un volume de mousse de 1250 % et un taux de gâchage de 0,25. La structure porale est composée de bulles non communicantes montrant l'action bénéfique du tensioactif. La taille moyenne de bulle diminue avec le taux de gâchage E/L et augmente avec le volume de mousse introduit. Just et Middendorf [62] obtiennent des résultats similaires.

A.5.2 Constituants

Le liant le plus couramment utilisé pour les bétons mousses est le ciment Portland, seul ou avec d'autres composés. Les additions sont ajoutées pour diverses raisons : réduire les coûts de production (économie de ciment Portland), modifier la consistance de la pâte, diminuer le temps de prise, augmenter les performances au jeune âge (d'après Ramamurthy et al. [63])...

Les cendres volantes ou les laitiers de hauts fourneaux [40] peuvent être utilisés comme second matériau cimentaire pour partiellement remplacer le ciment, d'après Nambiar et al. [64]. Afin d'étudier une possible réduction des coûts, Kearsley et al. [65] étudient l'effet du remplacement du ciment (jusqu'à 75 %) par des cendres volantes sur les caractéristiques mécaniques de bétons mousses. La résistance mécanique à 28 jours varie entre 35 et 40 MPa pour des bétons légers à 1500 kg/m³ et entre 6 et 8 MPa pour une masse volumique de 1000 kg/m³. Cette substitution a peu d'impact sur la résistance en compression tant qu'elle ne dépasse pas 67 %. Cependant, la résistance au jeune âge diminue. Kearsley et al. [66] étudient l'effet de ces ajouts sur la porosité et la perméabilité. Il s'avère que la porosité dépend principalement de la masse volumique apparente du produit durci et non de la quantité ou du type de cendre utilisé. La perméabilité a été mesurée en termes d'absorption d'eau et de perméabilité de vapeur d'eau. Le volume d'eau absorbée (en kg/m³) par le béton mousse (lors d'un test semblable à un test de capillarité) est environ le double de celui absorbé par une pâte de ciment classique, mais il reste indépendant de la porosité, du type et de la quantité de cendres. La perméabilité à la vapeur d'eau augmente avec la porosité et avec le dosage en cendres volantes. Ils proposent alors une relation (A. 2) entre la porosité ϕ et la densité de pâte fraîche ρ_{frais} :

$$\phi = 18700 \times \rho_{\text{frais}}^{-0,85} \quad (\text{A. 2})$$

Jones et al. [67] incorporent des cendres volantes dans des bétons mousses de ciment Portland (de masse volumique apparente $600 < \rho < 1200$ kg/m³) dosés à 600 kg/m³ en ciment. Différents dosages en cendres sont testés. Les auteurs constatent que l'augmentation de température due à l'hydratation peut atteindre 62°C en surface d'échantillon. L'augmentation de température à cœur est donc beaucoup plus forte, et dépend des dimensions de l'échantillon. Un risque de fissuration sous cette sollicitation thermique existe. Le dosage en ciment est alors abaissé à 300 kg/m³, permettant une réduction de 40 % du pic de température et prévient ainsi les problèmes de rupture thermique. Une réduction supplémentaire de 24 % du pic est obtenue grâce à l'ajout de cendres volantes fines.

Awang et al. [68] ont étudié les propriétés thermomécaniques de bétons mousses avec différentes additions. La mousse stable a été fabriquée avec un tensioactif à base de protéine (Noraite PA-1) à raison de 70 mg/L d'eau. Trois masses volumiques apparentes du produit fini sont examinées : 600, 1000 et 1400 kg/m³. Des cendres volantes, de la chaux ainsi que des fibres de polypropylène sont incorporées au mélange dans différentes proportions. La résistance en compression, en flexion et le retrait sont mesurés 180 jours après la fabrication des différents échantillons. La technique du disque chaud a été mise en œuvre pour déterminer les conductivités thermiques. Les différentes additions ne modifient pas la résistance en compression (affirmant les conclusions de [65], mais améliorent les performances en flexion et diminuent le retrait). En revanche, l'effet sur les propriétés thermiques est moindre, car elles semblent uniquement dépendre de la masse volumique.

Des fines de charge non cimentaires telles que du sable [55,56,64,67,69-71], du calcaire [72], de la silice [73], du verre broyé [74,75] ou des granulés de polystyrène [76] peuvent également être ajoutées pour réduire les coûts ou ajuster la densité [77].

A.5.3 Tensioactif

Une distinction est généralement faite entre les deux types d'air présents dans une pâte cimentaire : l'un est piégé (phénomène naturel), l'autre est entraîné. L'air piégé est créé lors du malaxage et est généralement indésirable, car il correspond à des bulles de diamètre d'un millimètre ou plus. L'air entraîné correspond à des bulles beaucoup plus petites ($10 < d_b < 100 \mu\text{m}$). L'air est tout d'abord piégé par malaxage puis le malaxage continuant, les bulles d'air peuvent être divisées en bulles plus petites, notamment grâce à l'action des différents constituants. L'introduction de molécules tensioactives est nécessaire au maintien de ces bulles. Sans la présence de molécules tensioactives, les petites bulles (forte pression interne) tendent à coalescer avec les plus grandes bulles (faible pression interne). D'un point de vue énergétique, pour un volume d'air donné, la pâte contenant de petites bulles a une surface spécifique plus grande que celle contenant des grandes bulles. Le protocole de mélange (type de mixer, temps de mélange, vitesse de mélange, volume mélangé) va conditionner la quantité d'air, le nombre de bulles. L'énergie totale apportée est à rapprocher de la quantité d'énergie libre associée à la formation de la surface des bulles [78].

Un grand nombre de tensioactifs est disponible dans le commerce. Ils sont séparés en deux catégories, les tensioactifs à base de protéines et les tensioactifs synthétiques. Les premiers sont fabriqués à partir de produits raffinés d'origine animale tels que les sabots, les cornes et la peau tandis que les tensioactifs synthétiques sont fabriqués à partir de divers produits chimiques. Ils se présentent le plus souvent sous forme aqueuse constituée d'une part de tensioactifs pour 5 à 40 parts d'eau.

Panesar et al. [71] ont étudié l'influence du type de tensioactif sur les propriétés du béton mousse. La quantité d'air enfermée varie de 6 à 35 %. Trois tensioactifs différents sont testés, un à base de protéine (A) et deux autres synthétiques (B et C) (Unifoam Company Limited®, Canada). Les caractéristiques de pâte (étalement, porosité, densité) sont examinées sur chacune des 13 gâchées réalisées. Les propriétés du produit durci sont ensuite déterminées (résistance à la compression, module d'Young, distribution porale, résistance thermique...). L'étude révèle que ces bétons mousses peuvent être utilisés comme béton léger structurel en raison des performances hygro-thermomécaniques atteintes. Cependant, leurs propriétés sont très sensibles à la nature du tensioactif utilisé, les propriétés mécaniques tout particulièrement. Pour une porosité de 25 %, les résistances mécaniques atteignent respectivement 9, 10 et 5 MPa pour les tensioactifs A, B et C. La perméabilité est également impactée via une modification de la microstructure. Une analyse d'image de plan de coupe indique que le tensioactif C aboutit à une structure plus fine comparativement aux tensioactifs A et B. La structure issue du tensioactif B est la plus ouverte. Enfin, le tensioactif A, à base de protéine, crée une structure composée de nombreuses bulles sphériques isolées. Quel que soit le tensioactif utilisé, les performances thermiques ne dépendent que de la masse volumique.

A.5.4 Eau

La quantité d'eau nécessaire à la création de béton mousse est très variable et dépend de la composition des matériaux cimentaires, du type de charge et de la consistance de pâte souhaitée. Le rapport massique eau/liant doit être maintenu aussi bas que possible afin d'obtenir de bonnes performances mécaniques et pour prévenir du retrait. En conséquence, un superplastifiant est généralement ajouté. Une quantité d'eau trop faible donne une pâte trop ferme, ce qui peut entraîner une rupture des bulles. A contrario, une pâte trop liquide ne peut empêcher les bulles de remonter, des problèmes de ségrégation et de drainage sont également possibles [64]. Indépendamment du liant, le rapport massique eau/liant varie entre 0,45 et 0,65,

mais peut atteindre 1,25 si le dosage en superplastifiant est trop faible [63] et si la technique de moussage le requiert.

Cependant, la compatibilité entre tensioactif et superplastifiant ou d'autres additions chimiques doit être prise en considération. Les superplastifiants ou autres additifs peuvent avoir un effet anti-moussant. Par exemple, le polyalcool est un additif anti-mousse pour béton classique contenant des groupes -OH. Ces groupes, en se disposant autour des bulles, repoussent l'entraîneur d'air engendrant de la coalescence [79].

A.5.5 Propriétés thermiques des bétons mousses

Quelques études concernant la conductivité thermique de bétons mousses ont été menées et sont référencées dans le Tableau A.11. La conductivité thermique se situe entre 0,1 et 0,7 W/(m.K) pour des densités variant de 600 à 1850 kg/m³ [19]. La conductivité thermique d'un béton mousse (de 1000 kg/m³) est six fois plus faible qu'un béton classique [70]. La conductivité thermique est plus ou moins proportionnelle à la densité [80], comme décrit dans la littérature précédemment détaillée. Une diminution de 100 kg/m³ induit une baisse de conductivité de 0,04 W/(m.K) sur le béton mousse.

Tableau A. 11. Valeurs typiques de conductivité thermique et résistance à la compression de béton mousse selon Aldridge et al. [70].

Masse volumique ρ [kg/m ³]	Conductivité thermique sèche λ_s [W/(m.K)]	Résistance à la compression R_c [MPa]
400	0,10	0,5 - 1,0
600	0,11	1,0 - 1,5
800	0,17 - 0,23	1,5 - 2,0
1000	0,23 - 0,30	2,5 - 3,0
1200	0,38 - 0,40	4,5 - 5,5
1400	0,50 - 0,55	6,0 - 8,0
1600	0,62 - 0,66	7,5 - 10,0

Yang et Lee [61] ont étudiés la conductivité thermique de bétons mousses fabriqués par la méthode par mousse préformée. Les valeurs obtenues vont de 0,118 à 0,199 W/(m.K) pour des masses volumiques comprises entre 400 et 600 kg/m³.

Enfin, la Figure A. 6 référence l'ensemble des données récoltées sur les conductivités thermiques dans cette étude bibliographique. Une nette corrélation entre masse volumique et conductivité apparaît comme l'avaient indiqué certains auteurs. Les différents résultats regroupés n'ont pas été systématiquement obtenus avec les mêmes méthodes ou protocoles de mesure. Il convient donc, pour bien comparer ces résultats, de leur associer une tolérance qui reste difficile à estimer.

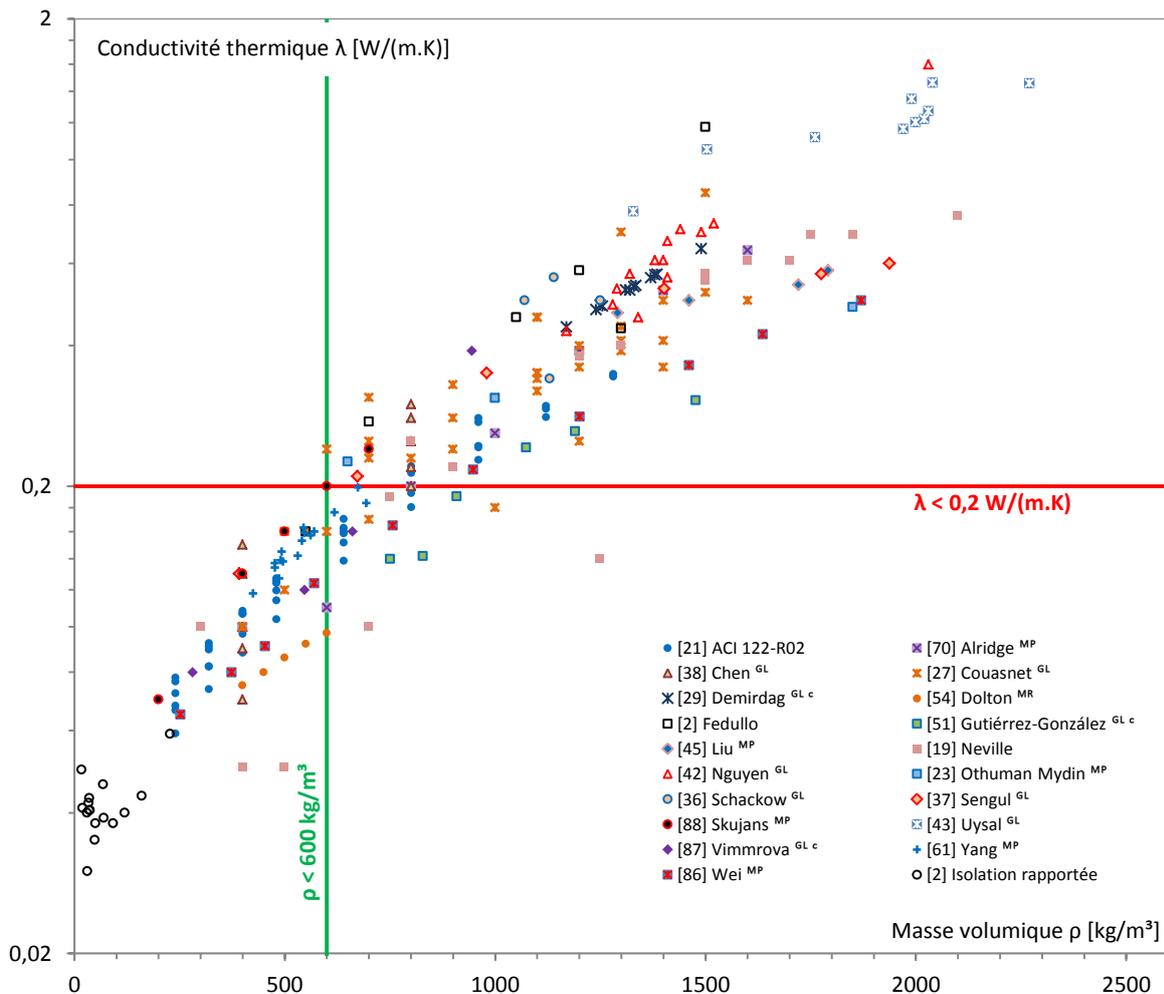


Figure A. 6. Relation entre conductivité thermique et masse volumique des bétons légers.
Légende : Granulats légers = GL ; Moussage chimique = MC ; Malaxage rapide = MR ; Mousse préformée = MP

A.5.6 Propriétés mécaniques des bétons mousses

L'utilisation de béton mousse autoporteur ou partiellement porteur comme matériau isolant impose de trouver un compromis entre une conductivité thermique minimale, obtenue avec une fraction volumique solide minimale, et une résistance à la compression maximale, coïncidant souvent avec une fraction volumique solide importante [29].

Plusieurs expériences sur les liens entre densité, composition minérale, méthode de fabrication et performances mécaniques associées ont été menées. Ces études mettent en relation divers paramètres (composition du liant [69], rapport E/L...) et les propriétés thermomécaniques correspondantes. Kearsley et al. [81,82] indiquent que la résistance à la compression des bétons mousses décroît exponentiellement avec la diminution de la densité. Selon Nambiar et al. [83], les bétons mousses sont classés en deux catégories distinctes en fonction de leurs densités. Entre 500 et 1000 kg/m³, la résistance à la compression diminue avec l'augmentation du diamètre des occlusions gazeuses. Pour des densités supérieures, la résistance à la compression dépend principalement de la composition de la pâte, les bulles étant éloignées les unes des autres.

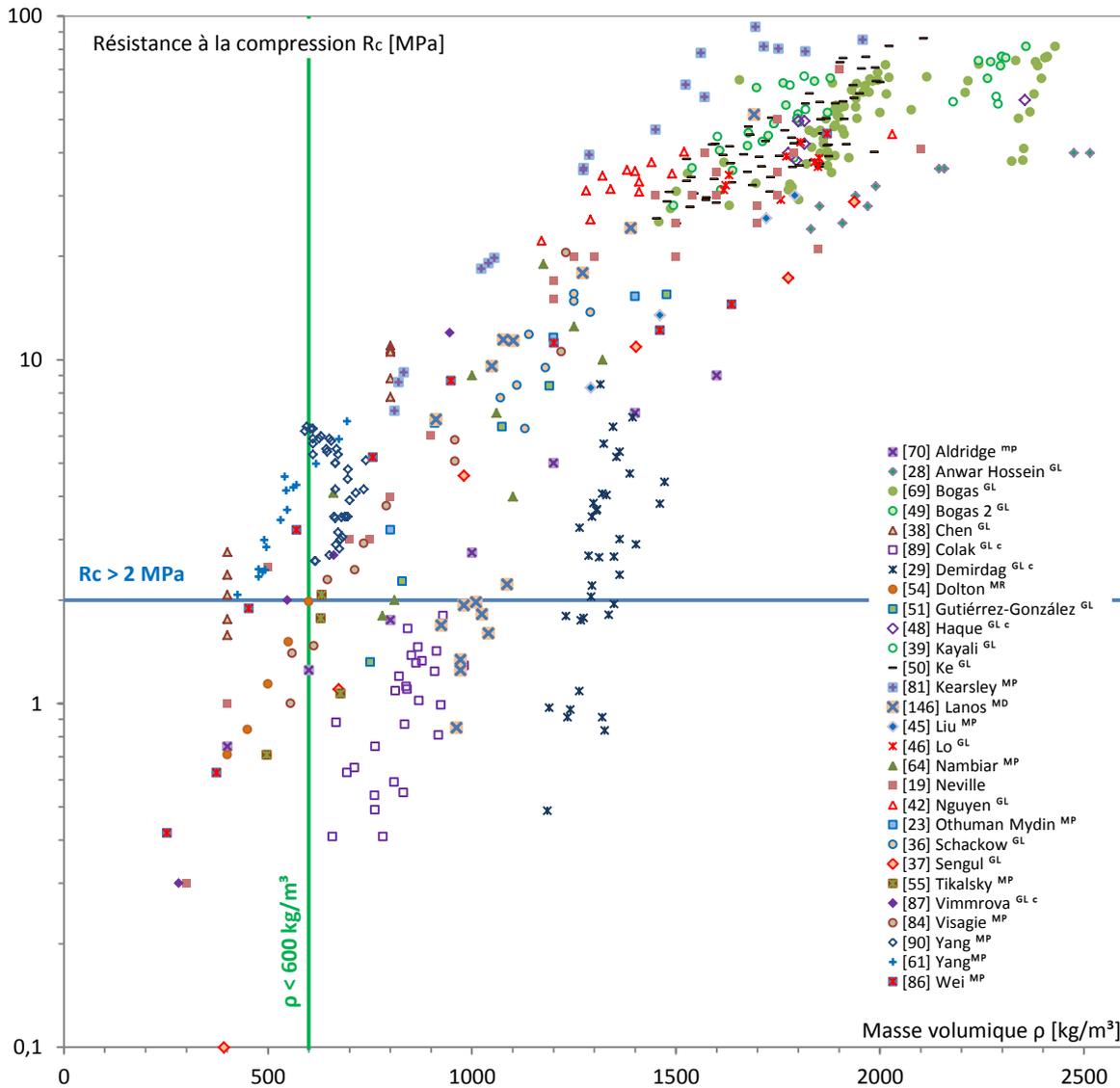


Figure A. 7. Relation entre résistance mécanique et masse volumique des bétons légers.

Légende: Granulats légers = GL ; Moussage chimique = MC ; Malaxage rapide = MR ; Mousse préformée = MP

Aldridge et al. [70] montrent que la résistance à la compression a tendance à diminuer lorsque la masse volumique diminue, confirmant les résultats de Kearsley et al. [66]. Cependant, les constituants et leurs dosages pouvant différer, la masse volumique n'est pas forcément un indicateur très pertinent de la résistance à la compression. Ainsi, les rapports massiques ciment/sable, eau/ciment, le type de ciment utilisé, son dosage, la taille des pores, leurs distributions, le type de tensioactifs ainsi que d'éventuels traitements, notamment durant la cure, vont également modifier les performances mécaniques.

Les performances mécaniques de l'ensemble des bétons légers analysés dans cette étude bibliographique sont référencées dans la Figure A. 7. La relation entre masse volumique et résistance mécanique n'est pas aussi lisible que pour la conductivité thermique. De nombreux paramètres affectent les propriétés mécaniques. Ainsi, la masse volumique ne constitue plus un paramètre suffisant et l'optimisation des performances mécaniques peut être envisagée.

À l'image des résultats de mesure de conductivité thermique, les différents résultats regroupés n'ont pas été systématiquement obtenus avec les mêmes méthodes ou protocoles de mesure. Il convient donc ici aussi, pour bien comparer ces résultats, de leur associer une tolérance qui reste difficile à estimer.

A.5.7 Occlusions / Porosités

Contrôler la nature, la taille et la distribution des vides est l'étape la plus critique lors de la production de bétons mousses. La porosité et la structure porale du produit fini semblent conditionner la conductivité thermique et les propriétés mécaniques du béton mousse au même titre que les performances de la matrice. Selon Visagie et Kearsley [84], une forte porosité totale ϕ va fortement réduire la résistance à la compression, tout particulièrement si les pores sont de grandes tailles. Tout comme les matériaux cimentaires classiques, le béton mousse se compose de nano-pores (aussi appelés gel-pores) ($d_{\text{pore}} < 0,01 \mu\text{m}$), de pores capillaires ou micro-pores ($0,01 \mu\text{m} < d_{\text{pore}} < 10 \mu\text{m}$) et de macro-pores ($10 \mu\text{m} < d_{\text{pore}}$; air entraîné et/ou piégé). Les gel-pores occupent 40 à 55 % du volume de pore total, mais n'influencent ni la perméabilité à l'eau, ni la résistance mécanique. Cependant, l'eau dans ces gel-pores est physiquement liée au ciment, par hydratation, elle contrôle ainsi les phénomènes de retrait et de fluage. Les pores des mousses issus d'un moussage chimique sont en général plus grands que ceux issus d'un moussage mécanique [14].

Quelques références bibliographiques intéressantes font état de méthodes d'analyses de la distribution porale. Afin d'identifier la structure de béton mousse, Nambiar et Ramamurthy [83] ont identifié quelques paramètres structuraux influençant la densité et la résistance mécanique. À cette fin, une caméra est connectée à un microscope optique et à un ordinateur pour procéder à l'analyse d'image. Différents mélanges sont étudiés, ciment-sable, ciment-cendres volantes avec un rapport filler/ciment de 2 et en faisant varier le volume de mousse ajouté entre 10 et 50 % (tensioactif organique, masse volumique de mousse = 40 kg/m³). Les échantillons durcis sont polis puis placés dans un four à 50°C puis 2 couches successives d'encre noire y sont appliquées grâce à un marqueur permanent. De la poudre de talc blanche est ensuite répandue sur la surface et remplit peu à peu les occlusions. Le surplus de poudre est ensuite enlevé grâce à une lame de rasoir. Trente images pour chaque mélange sont réalisées puis binarisées et quelques opérations morphologiques sont effectuées pour raffiner la forme des objets. Cinq de ces opérations sont : dilatation, érosion, ouverture, fermeture et remplissage du trou. Entre le seuillage automatique et la fonction de remplissage de trou, plusieurs scénarios sont possibles pour améliorer les résultats [85]. De simples opérations sont seulement nécessaires pour cette étude, car le contraste entre la matrice noire et les bulles blanches est très facilement binarisable. Après avoir fini le traitement d'image, l'aire totale, le périmètre et le diamètre équivalent sont identifiés pour chacune des occlusions puis stockés sur Excel. Cependant, Nambiar et Ramamurthy [83] constatent que le pourcentage de volume d'inclusions mesuré est inférieur au pourcentage calculé à partir de la mesure de densité de pâte fraîche. Trois raisons peuvent l'expliquer : (i) les bulles ne sont pas forcément coupées en leur centre, (ii) des bulles peuvent se chevaucher, (iii) les bulles du bord sont exclues. Afin de comparer et de quantifier la distribution porale des différents mélanges et de les relier aux résistances mécaniques et à la densité, deux paramètres sont introduits r_{50} et r_{90} (pour lesquels sont respectivement atteints 50 et 90 % de pourcentage de surface cumulée). Ces deux paramètres augmentent lorsque le volume de mousse augmente, avec une augmentation moins rapide de r_{90} . Le paramètre r_{90} se corrèle mieux à l'évolution de la résistance en compression. Les gros pores vont donc principalement conditionner la résistance à la compression.

Wei et al. [86] ont créé des bétons mousses avec une très large gamme de masse volumique ($252 < \rho < 1870 \text{ kg/m}^3$) grâce à la méthode par mousse préformée. Une caractérisation

tridimensionnelle par tomographie est réalisée sur les produits durcis afin d'obtenir la distribution de taille de bulles. Ils constatent que le rayon moyen de bulles diminue lorsque la masse volumique apparente augmente, corroborant les résultats obtenus par mesures surfaciques sur les rayons r_{50} et r_{90} de [83]. Enfin, une modélisation 2D est proposée via un modèle de tirage aléatoire permettant de recréer une granulométrie jugée représentative. Un modèle sous la forme d'un réseau de résistance est introduit se basant sur l'analogie électrique. Les résultats numériques sont ensuite comparés à ceux fournis par différents modèles. Le modèle créé fournit des résultats très proches des conductivités thermiques mesurées pour des échantillons ayant une porosité totale inférieure à 35 %. Wei et al. [86] attribuent la différence entre les prédictions du modèle et la réalité aux différences notables entre les images surfaciques et la structure volumique réelle des échantillons. Une autre source d'erreur est la non prise en compte des effets radiatifs dans la modélisation. Ces derniers sont d'autant plus importants que la porosité est élevée.

Just et Middendorf [62] étudient l'influence de plusieurs paramètres sur la microstructure de bétons mousse réalisés avec du CEM I 42,5 R. Tout comme l'ont démontré Yang et Lee [61], la diminution du taux de gâchage diminue la taille moyenne de bulle. La taille moyenne de pores peut également être réduite en ajoutant des fumées de silice. De plus, la relation entre la taille de pore et la sphéricité est étudiée. Cette dernière diminue lorsque la taille de pores augmente.

Les bétons mousses cités dans cette synthèse bibliographique présentent des propriétés thermiques intéressantes principalement corrélées avec la masse volumique apparente du produit. Trois techniques principales de moussage sont exploitées. La technique de moussage chimique est la technique de moussage la plus couramment utilisée et aboutit à des performances thermomécaniques satisfaisantes grâce à une phase d'autoclavage. La technique de moussage mécanique direct ou avec ajout de mousse préformée, permet également l'obtention de mousse de faible masse volumique. Quelle que soit la technique utilisée, plusieurs paramètres influents ont été identifiés : influence du dosage en ciment, du taux de gâchage... L'influence de ces paramètres sur les performances thermomécaniques des mousses est sensiblement la même qu'en présence d'un béton de granulats légers. Cependant, la production de béton mousse nécessite d'utiliser une certaine quantité de tensioactif afin de permettre le maintien de la structure porale jusqu'à la prise. Les études portant sur l'influence du tensioactif sur les propriétés des mousses sont beaucoup plus rares et très partielles. De plus, sur le plan morphologique, le lien entre structure porale et performances thermiques et mécaniques n'est pas établi.

A.6 Mousse de gypse

La plupart des études de bétons mousses trouvées dans la littérature sont menées sur des mousses formulées à base de ciment, un matériau ayant une forte empreinte environnementale. L'utilisation de gypse (sulfate de calcium) dans les matériaux de construction légers est plutôt limitée en dépit de son bas coût et du fait qu'il soit considéré comme étant un matériau plutôt écologique [87]. Quelques rares études montrent la faisabilité d'emploi de ce liant et sont présentées ci-dessous.

Skujans et al. [88] développent un béton léger à base de gypse grâce à l'ajout d'un tensioactif (nature non précisée). Le matériau est créé par mousse préformée. Une chute des performances mécaniques associée à une diminution de la masse volumique apparente est relevée lorsque le dosage en tensioactif est augmenté. Cette diminution de masse volumique (allant jusqu'à $\rho = 200 \text{ kg/m}^3$) permet cependant d'atteindre une conductivité thermique très faible, $\lambda = 0,07 \text{ W/(m.K)}$, cf. Figure A. 6.

Çolak [89] compare les performances de mousses de gypse fabriquées avec différentes méthodes. Trois additifs sont tout d'abord utilisés pour la production chimique des bulles de gaz dans la pâte de gypse (méthode gazeuse) : sulfate d'aluminium, alun de potassium ou bicarbonate d'aluminium. La seconde méthode, par malaxage rapide, crée une mousse de gypse grâce à l'ajout de tensioactif dans la pâte de gypse. Deux tensioactifs différents sont étudiés : laurylsulfate de sodium et nonyl phénol éthoxylé. Cinq procédés différents sont ainsi mis en place. La méthode gazeuse fournit les meilleures résistances en compression ($0,41 < R_c < 2,22 \text{ MPa}$) pour des masses volumiques allant de 658 à 1086 kg/m^3 . Cependant, cette méthode entraîne la production de gaz sulfureux SO_2 ou SO_3 , des composés dangereux.

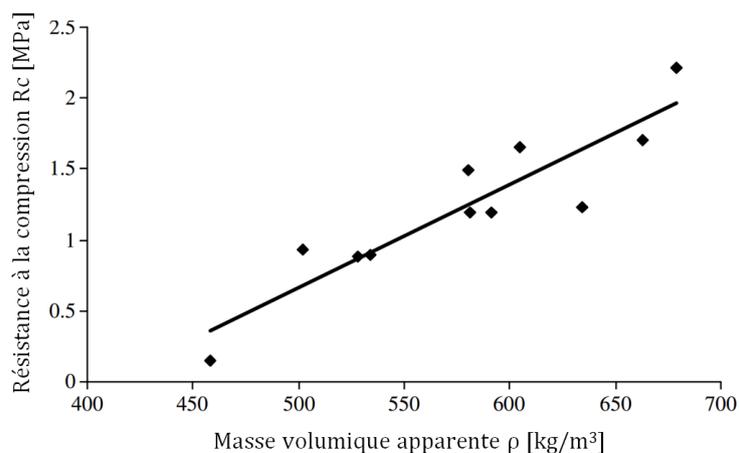


Figure A. 8. Evolution de la résistance à la compression en fonction de la masse volumique [88].

Vimmrová et al. [87] testent deux approches originales pour la préparation de bétons mousses de gypse. La première approche combine la méthode par malaxage rapide à la méthode gazeuse. Le procédé est basé sur l'association d'une suspension minérale de gypse de basse densité avec des fillers lourds de micro silice et d'un agent expansif, la poudre d'aluminium. La présence de tensioactif dans la pâte permet l'incorporation et le maintien d'une certaine quantité d'air dans la pâte. L'agent d'expansion libère ensuite du CO_2 suivant la réaction (A. 1) précédemment présentée. Cette première méthode fournit des résultats intermédiaires à cause de la formation de grosses bulles pénalisant les performances mécaniques. Une solution a été apportée en incorporant des fillers qui stoppent l'apparition de grosses bulles.

La seconde approche permet la création d'un béton de granulats légers. Une suspension de forte compacité (peu d'air entraîné par malaxage) est associée à des granulats légers (perlite expansée). Cette approche aboutit à une bonne performance thermique ($\lambda = 0,12 \text{ W}/(\text{m.K})$) et une performance mécanique acceptable ($R_c = 2,0 \text{ MPa}$) de mousse de gypse de masse volumique relativement basse, $\rho = 547 \text{ kg}/\text{m}^3$.

Yang et al. [90] étudient également la faisabilité d'utilisation de phosphogypse pour la réalisation de béton mousse non-autoclavé. Le phosphogypse utilisé est un sous-produit d'une usine d'acide phosphorique. Plusieurs paramètres sont étudiés : rapport massique E/L (Figure A. 9), dosage en chaux à prise rapide, dosage en laitier granulé des hauts fourneaux, température de traitement à la vapeur, activateur chimique, dosage en poudre d'aluminium. Il ressort des différentes expérimentations que la formulation conduisant à un matériau de masse volumique apparente de $700 \text{ kg}/\text{m}^3$ est : 15 % de ciment, 30 % de laitier granulé des hauts fourneaux, 55 % de phosphogypse, 7 % de chaux à prise rapide, 1,6 % de Na_2SO_4 , 0,074 % de poudre d'aluminium et un rapport eau/liant de 0,45. La température de cure optimale est la plus forte parmi les températures envisagées : 90°C .

Une seule valeur de conductivité est fournie à une masse volumique de $686 \text{ kg}/\text{m}^3$, correspondant au taux de gâchage le plus faible. La conductivité thermique est satisfaisante $\lambda = 0,15 \text{ W}/(\text{m.K})$ pour une résistance mécanique associée de $R_c = 3,55 \text{ MPa}$.

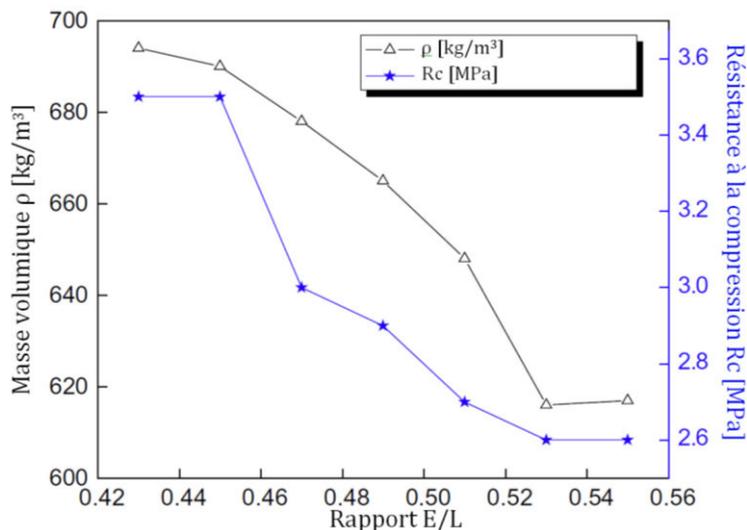


Figure A. 9. Effet du rapport massique eau/liant sur la masse volumique et la résistance mécanique selon Yang et al. [90].

Les études de bétons mousses formulés avec un sulfate de calcium sont peu nombreuses. Les données citées montrent que la réduction de la masse volumique entraîne une chute rapide des propriétés mécaniques, souvent en deçà de celles obtenues avec une matrice cimentaire (voir partie A.5). Cependant, ces études révèlent que la formation de béton mousse composé principalement de gypse est possible. Ces mousses peuvent être fabriquées à partir d'une mousse préformée [88,89] ou à l'aide d'un moussage chimique [89,90] et même d'une technique hybride alliant les deux procédés [87]. Les performances thermiques des mousses de gypse créées dépendent principalement de la masse volumique, comme leurs homologues fabriquées à partir de ciment Portland [70]. Le taux de gâchage a une forte influence sur les performances mécaniques, sa réduction permet d'obtenir des résistances à la compression satisfaisantes ($R_c = 3,55 \text{ MPa}$ pour $\rho = 686 \text{ kg}/\text{m}^3$ [90]). Le tensioactif joue un rôle majeur dans la réalisation de béton mousse, qu'il soit formulé à base de ciment, de gypse ou d'un autre liant. Il est raisonnable de penser que l'optimisation de la nature et du dosage en tensioactif permette d'améliorer les performances des mousses de gypse.

A.7 Conclusion et Objectifs

Le contexte économique et environnemental motive l'élaboration de matériaux de construction aptes à satisfaire un cahier des charges révisé prenant en considération les évolutions en termes d'exploitation des ressources, de performances thermiques et mécaniques.

Les principales solutions constructives en matière d'isolation des bâtiments ont été rapidement listées en distinguant les technologies liées à une isolation rapportée de celles liées à une isolation répartie. Sur ce dernier point, l'ensemble de cette étude bibliographique permet de constater qu'un grand nombre de bétons légers, allégés à l'aide de granulats ou alvéolaires ont été produits et étudiés par la communauté scientifique.

Cette étude est progressivement centrée sur la formulation, les techniques de réalisation et l'évaluation des performances des mousses minérales. Une des caractéristiques principales de ces mousses est de pouvoir générer des produits de masse volumique apparente très variée.

Les cas étudiés sont nombreux et ils diffèrent par de nombreux paramètres : la présence (ou non) et la nature des granulats, la nature et le dosage en liant, le dosage en eau, l'utilisation de superplastifiant, la nature et le dosage en tensioactif, la technique de moussage... Les caractéristiques thermomécaniques des différents produits listés sont présentées dans les deux figures bilans Figure A. 6 et Figure A. 7.

L'analyse de ces données permet d'établir les constats suivants :

Il apparaît que l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la densité s'inscrit dans un faisceau relativement resserré (Figure A. 6). À une même masse volumique, il semble que la nature de la matrice et que la présence ou non de granulats, leur nature, influencent de façon limitée la valeur de la conductivité.

La Figure A. 7 montre que, à masse volumique donnée, les valeurs de résistance mécanique sont beaucoup plus dispersées. Pour certaines mousses minérales, d'importantes variations des résistances sont constatées alors que la matrice minérale est identique. Cette dispersion des résultats ne peut pas s'expliquer uniquement par l'utilisation de différents liants. Un phénomène structurel semble plus à même d'être à l'origine de ces disparités.

Au regard de ces différents résultats, les travaux présentés dans cette thèse visent à développer un béton mousse ou mousse minérale ayant à la fois une conductivité thermique suffisamment faible afin d'assurer des fonctions isolantes, dans le cadre d'une isolation répartie, et des performances mécaniques lui permettant d'être partiellement porteur.

Les objectifs du produit fini souhaité se traduisent par une conductivité thermique maximale de $0,2 \text{ W}/(\text{m.K})$ (courbe rouge - Figure A. 6) et une résistance à la compression minimale de 2 MPa (courbe bleue - Figure A. 7). Ces valeurs sont fixées à partir de l'étude bibliographique détaillée précédemment, elles correspondent à un matériau présentant le meilleur compromis thermomécanique. Enfin, afin de limiter la consommation de matières premières, une masse volumique maximale de $600 \text{ kg}/\text{m}^3$ est fixée. Cette valeur est aussi compatible avec une manutention sur chantier simplifiée. Afin de répondre aux objectifs fixés, le raisonnement se développe en 3 parties :

Partie B :

Pour produire des mousses minérales, il convient tout d'abord de comprendre les conditions de formation, de stabilité et de destruction de mousses aqueuses. Ces mousses requièrent l'utilisation de molécules stabilisantes, les tensioactifs. Six molécules différentes sont présentées et caractérisées. Les mousses minérales sont réalisées à partir de suspension minérale. Le comportement rhéologique particulier de ces fluides est étudié puis les conditions de stabilité de bulles dans ces fluides sont étudiées afin de guider la réalisation des mousses minérales.

Partie C :

En s'appuyant sur les conclusions de la partie B, le protocole de fabrication de mousses minérales est mis en œuvre. Deux liants à prise rapide sont utilisés : le ciment Prompt puis un sulfate de calcium, le Kerysten®. Trois techniques de moussage sont utilisées. La méthode par mousse préformée, méthode de moussage courante pour la production de mousses minérales basée sur l'introduction progressive d'une mousse aqueuse dans une suspension minérale. La méthode par malaxage simple qui consiste en un malaxage rapide l'ensemble des constituants. Enfin, une troisième méthode, développée au LGCGM permet la formation de mousse minérale en deux temps : création de la suspension minérale puis phase de moussage à température ambiante.

Les propriétés thermomécaniques des mousses produites sont déterminées puis comparées à celles issues de l'étude bibliographie et aux objectifs fixés. Une influence de la technique de moussage, de la nature et du dosage en tensioactif est démontrée. L'étude est complétée par une analyse de la cristallisation minérale à l'aide de visualisations réalisées au MEB.

Partie D :

Une évolution particulière des propriétés thermomécaniques des mousses de même masse volumique est identifiée dans la partie C. La structure porale semble fortement dépendre de la technique de moussage, de la nature et du dosage en tensioactif. Deux méthodes de caractérisation quantitative de la structure porale sont utilisées afin de quantifier l'influence de ces paramètres de réalisation et de formulation sur les propriétés thermomécaniques des mousses produites.

PARTIE B : Formation de mousse

B.1 Introduction

Envisager la réalisation d'une mousse minérale et surtout en optimiser la formulation impose de comprendre les mécanismes qui sont à l'origine de la constitution d'une mousse. Pour être suffisamment exhaustive, l'analyse doit aller au-delà du domaine d'application visé : les matériaux de construction.

L'étude des conditions de formation et de stabilité de mousses constitue un enjeu majeur, ces systèmes étant utilisés dans de très nombreux secteurs industriels : extraction du pétrole, industrie papetière, traitement des eaux, industrie pétrochimique, génie civil... Ces systèmes participent à notre quotidien : détergent, cosmétique, dentifrice, boisson gazeuse, nourriture... Quel que soit le secteur concerné, trois questions se posent :

1. Quelles sont les conditions permettant la création d'une mousse ?
2. Comment les bulles sont-elles stabilisées après leur formation ?
3. Quels sont les phénomènes provoquant leur déstabilisation ?

Les phénomènes physiques associés à l'évolution temporelle de ces mousses sont relativement bien compris et maîtrisés lorsque le fluide est newtonien, tel que l'eau [91]. Les notions physiques et physico-chimiques permettant de formaliser les différents équilibres conduisant à la formation et à la stabilité d'une bulle ou de plusieurs bulles au sein d'un fluide ou d'une mousse constituent une base de réflexion évidente.

Comme cela a été montré dans la partie A, les mousses minérales utilisées dans le domaine du génie civil sont produites à partir de matrices cimentaires. La structure de la mousse, obtenue à l'état « frais » (état liquide ou pâteux) est stabilisée par la prise et le durcissement du liant hydraulique. Ces suspensions minérales, souvent très concentrées, présentent un comportement rhéologique singulier : ce sont des fluides à seuil. Les propriétés de ces fluides dépendent de la sollicitation mécanique et évoluent rapidement du fait de la prise. Les conditions de formation et de stabilité de bulles au sein de tels fluides doivent différer de celles notées en présence d'un fluide newtonien. Ce point reste à évaluer. Les développements présentés dans cette partie du mémoire pointent les singularités du comportement de bulle(s) dans de telles suspensions.

L'opacité des suspensions minérales ne permet pas d'étudier le comportement de bulles ou des mousses à l'état frais avec les méthodes utilisées pour les mousses aqueuses (méthodes optiques par exemple). Pour pallier à ce problème, un fluide modèle transparent aux propriétés rhéologiques maîtrisées est utilisé, le gel de Carbopol®. Ce fluide à seuil permet, pour une bulle isolée, de peser l'influence du seuil sur la stabilité et la forme de la bulle.

La formulation des mousses minérales, comme les mousses aqueuses, requiert l'utilisation de molécules tensioactives [14,23,63,68,71,89]. L'influence de l'introduction du tensioactif sur les propriétés rhéologiques est étudiée sur le fluide modèle. La stabilité d'une mousse est finalement abordée en réduisant le problème à l'analyse des conditions de stabilité d'une membrane produite lors de la mise en contact de deux bulles. L'influence du dosage et de la nature du tensioactif sur ces conditions de contact est présentée.

B.2 De la mousse aqueuse vers la mousse minérale

B.2.1 Mousse aqueuse

B.2.1.1 Tension de surface

Au sein d'un liquide au repos, chaque molécule (d'eau par exemple) est attirée par ses voisines par l'attraction moléculaire de type van der Waals. Ces forces sont dirigées dans toutes les directions, leur résultante est en moyenne nulle. Cependant, au niveau de la surface de séparation entre le liquide et le gaz, les forces de cohésion entre molécules ne présentent plus cette symétrie moyenne. Chaque molécule subit de la part de molécules placées à l'intérieur du liquide, des forces d'attraction. Leur résultante, normale à la surface, est dirigée vers l'intérieur du fluide et n'est compensée par aucune autre force (Figure B. 1). Les molécules à l'interface constituent alors comme une membrane tendue sur les autres molécules, à l'origine de la tension de surface γ de l'interface. L'épaisseur de cette membrane varie entre 10 et 100 nm.

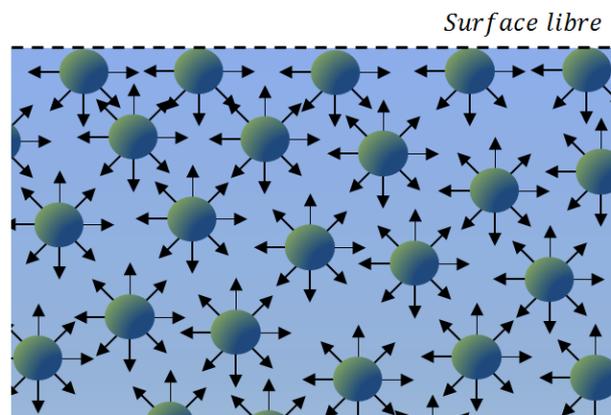


Figure B. 1. Origine de la tension de surface de l'eau.

Il est possible d'analyser les conditions de stabilité d'une interface gaz/liquide en terme énergétique. L'accroissement d'une quantité dS de la surface de cette interface induit une consommation d'énergie dE tel que :

$$dE = \gamma \cdot dS \quad (\text{B. 1})$$

Il faut ainsi apporter de l'énergie au système pour qu'il quitte son état d'équilibre pour générer un accroissement de surface dS . La grandeur γ (exprimée en $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ ou $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$) est la tension de surface, elle va dépendre du liquide et du gaz à l'interface. Pour l'eau pure, dans l'air, à température ambiante, $\gamma_0 = 0,0727 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2} = 72,7 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$.

Une bulle présente une interface fermée avec le liquide environnant. La Figure B. 2 présente la géométrie d'une bulle ellipsoïdale de demi grand axe a et demi petit axe b . Au sein d'un liquide newtonien dont la paroi présente localement une courbure telle que les rayons de courbures sont R_1 et R_2 , la différence de pression locale entre la pression interne du gaz et celle du liquide environnant est donnée par la loi de Laplace :

$$P_{int} - P_{ext} = \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (\text{B. 2})$$

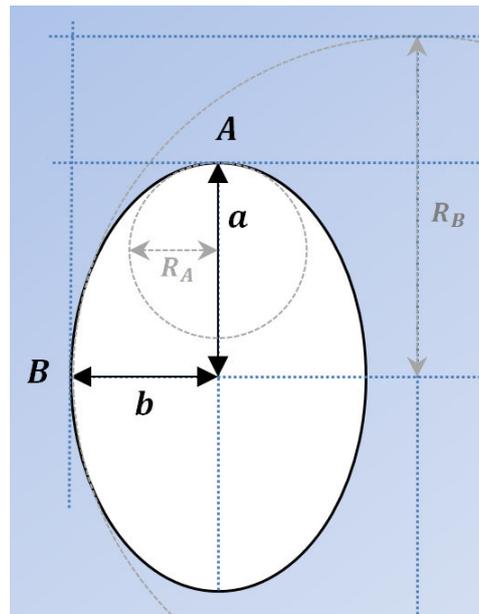


Figure B. 2. Géométrie d'une bulle ellipsoïdale

Il est possible d'estimer les différences de pression au droit des deux points sommets A et B. Les rayons de courbures en A sont égaux, $R_A = b^2/a$. La différence locale de pression au point A est :

$$P_{int} - P_{ext} = \gamma \left(\frac{2a}{b^2} \right) \quad (\text{B. 3})$$

Au niveau du sommet B, un des rayons de courbure est $R_B = a^2/b$. La différence locale de pression au point B est :

$$P_{int} - P_{ext} = \gamma \left(\frac{1}{b} + \frac{b}{a^2} \right) \quad (\text{B. 4})$$

Si la bulle est sphérique, de rayon R_b , l'équation (B. 2) devient :

$$P_{int} - P_{ext} = \gamma \frac{2}{R_b} \quad (\text{B. 5})$$

Cette équation (B. 5) permet de comprendre qu'au sein des petites bulles, la pression de gaz interne est supérieure à celle au sein des plus grandes bulles dans un même fluide porteur.

B.2.1.2 La mousse aqueuse, un système multi-échelle

Une mousse aqueuse est une dispersion de gaz au sein d'un liquide. La densité de la mousse est plus faible que celle de son liquide. Lorsque la quantité de gaz occlus est faible, la mousse est dite liquide. À l'inverse, une mousse contenant une grande quantité de gaz est dite sèche. Bien qu'il n'y ait pas de frontière précisément définie entre ces deux états, la fraction volumique liquide est généralement introduite pour comparer les mousses entre elles. La fraction volumique liquide Φ_1 est le rapport entre le volume de liquide et le volume de mousse. Une mousse est généralement considérée sèche si sa fraction volumique liquide Φ_1 est très faible ($\Phi_1 < 0,01$) [91].

Cantat et al. [91] proposent d'étudier les propriétés des mousses suivant 4 échelles ou niveaux d'organisation :

1. Echelle macroscopique : Une mousse a l'apparence d'un solide mou et déformable.
2. Echelle millimétrique (ou plus petit selon la mousse considérée) : Les bulles sont visibles. Leurs formes et interactions sont décrites par plusieurs règles géométriques locales qui les placent les unes à côté des autres, construisant le squelette de la mousse.
3. Echelle micrométrique (ou plus petit selon la mousse considérée) : Cette échelle est celle du fluide interstitiel et de sa répartition.
4. Echelle nanométrique : C'est l'échelle de l'interface gaz/liquide. La présence de molécules particulières à cette échelle, les tensioactifs, est fondamentale pour assurer le maintien de la structure.

Les auteurs indiquent que les propriétés macroscopiques d'une mousse dépendent de phénomènes nanométriques. Une approche multi-échelle est donc nécessaire pour relier les différentes propriétés.

L'expérience montre que les bulles créées avec de l'eau pure ont une durée de vie extrêmement courte. Elles disparaissent pratiquement instantanément. Les mousses aqueuses stables, présentant des durées de vies exploitables, sont fabriquées à l'aide d'agents stabilisants appelés tensioactifs. Ces molécules possèdent généralement une tête polaire et une longue chaîne carbonée. Elles viennent s'adsorber aux interfaces gaz/liquide et modifient notamment la rhéologie de l'interface, renforçant son caractère viscoélastique. Le fonctionnement de ces molécules sera développé dans la partie suivante.

La formation de film stable entre les bulles gouverne la stabilité macroscopique de la mousse. Plusieurs constatations peuvent être faites à cette échelle. Tout d'abord, les films entre bulles sont extrêmement fins (entre 20 et 100 nm). Un film va naturellement minimiser son énergie. L'équation (B. 1) montre que l'énergie sera minimale si la surface est minimale. Le film entre deux bulles en contact de même taille (et donc de même pression interne) est donc plan. Dans cette configuration, le film possède deux interfaces gaz/liquide. Si en revanche, deux bulles de rayons différents entrent en contact, alors le film sera incurvé. La tension de surface tend à maintenir un film tendu tandis que la différence de pression le bombe. Cette configuration peut être une source d'instabilité (ce cas de figure constaté expérimentalement sera illustré Figure B. 7).

Lorsqu'un film apparaît entre deux bulles, les deux interfaces sont tapissées de molécules tensioactives de même charge. Trois forces s'appliquent alors au système :

1. Pression de van der Waals P_{vdW} : C'est une interaction électrique attractive entre les dipôles des deux interfaces.
2. Pression électrostatique P_{el} : Les deux surfaces chargées de même signe se repoussent.
3. Pression stérique P_{ste} : Lorsque les distances deviennent très faibles entre les deux interfaces, une répulsion stérique apparaît. Chaque molécule occupe un espace donné, cette pression traduit l'impossibilité des molécules à s'interpénétrer.

L'équilibre de ces forces est à l'origine de la pression de disjonction P_d telle que :

$$P_d = P_{vdW} + P_{el} + P_{ste} \quad (\text{B. 6})$$

Abaisser la tension de surface tend à améliorer la stabilité des films, mais cette condition nécessaire n'est pas suffisante. La stabilité de la mousse va également beaucoup dépendre de la capacité des molécules tensioactives à venir s'adsorber rapidement aux interfaces. Les

molécules de petite taille s'adsorbent rapidement tandis que les molécules dont la chaîne hydrophobe est plus longue ont un temps d'adsorption plus long. Cependant, ces dernières abaissent généralement davantage la tension de surface.

À l'échelle des bulles, un arrangement naturel s'opère entre les différentes bulles. Cette organisation naturelle trouve son origine dans la minimisation de l'énergie totale. Lorsque la mousse est sèche, les bulles forment un empilement de polyèdres. Les bulles se rejoignent entre elles au niveau des petits canaux interconnectés, appelés bords de Plateau présentés Figure B. 3 :

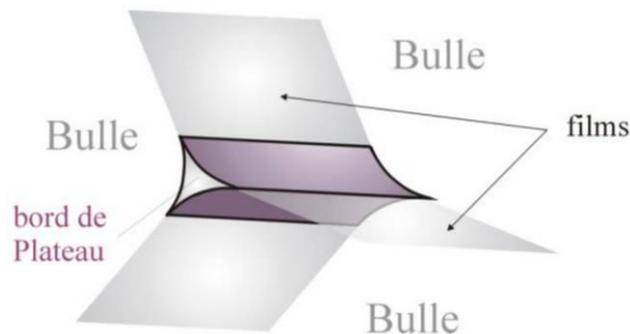


Figure B. 3. Jonction entre plusieurs bulles : Bord de Plateau.

B.2.1.3 Les tensioactifs et la CMC

Les tensioactifs sont des composés permettant de réduire la tension de surface. Ces molécules possèdent une tête polaire hydrophile et une longue chaîne carbonée hydrophobe. Lorsque ces molécules rencontrent une interface gaz/liquide, elles s'alignent de façon à placer leur tête polaire du côté de l'eau et la partie hydrophobe dans l'air (Figure B. 4 – zone 1).

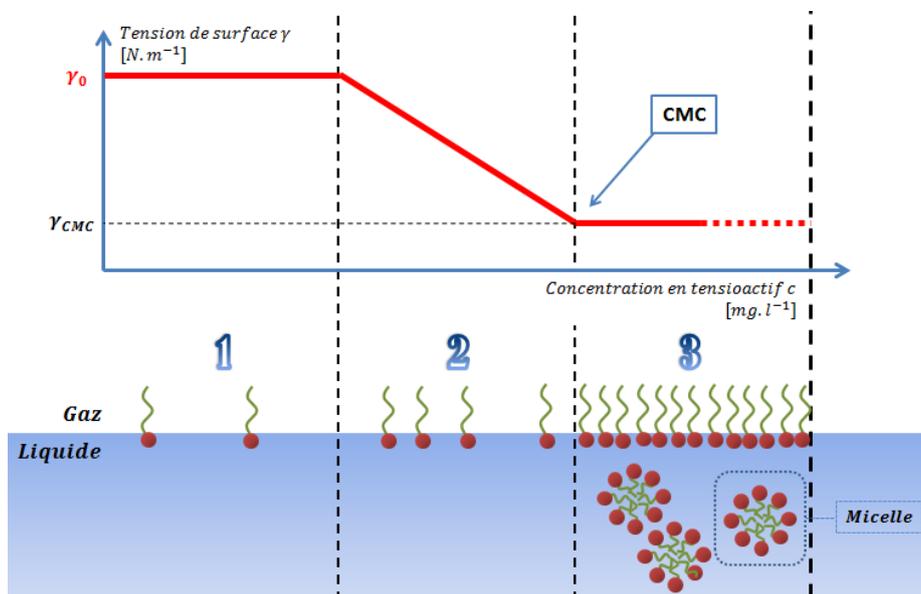


Figure B. 4. Evolution de la tension de surface en fonction de la concentration en tensioactif.

⁹ http://www2.univ-mlv.fr/lpmdi/PMI/PMI1_local_fr.php

Si la concentration en molécules tensioactives à l'interface est faible, la tension de surface est relativement stable et égale à celle de l'eau. En rajoutant des tensioactifs dans la solution, la concentration de la surface libre en molécules tensioactives augmente rapidement ayant pour effet de diminuer la tension de l'interface (Figure B. 4 – zone 2). À partir du moment où la surface est saturée, les molécules supplémentaires se retrouvent dans l'eau. Toujours dans l'optique d'une réduction d'énergie, elles s'arrangent spatialement entre elles pour former des micelles (Figure B. 4 – zone 3). La concentration micellaire critique (CMC) est définie comme la concentration à partir de laquelle les micelles se forment [92]. Elle est identifiée en mesurant la tension de surface de la solution dont la dilution augmente progressivement. La présence d'une rupture de pente sur la courbe permet d'identifier la valeur de CMC. La valeur de la tension de surface lorsque la CMC est atteinte est notée γ_{CMC} et dépend de la nature du gaz, du liquide et du tensioactif. Cette grandeur reste toutefois comparative. La valeur est généralement identifiée à l'aide d'un tensiomètre pour lequel la surface de l'interface gaz/liquide est figée.

B.2.1.4 Type de tensioactif

Les tensioactifs se divisent en plusieurs catégories et sont classés en fonction de la nature de leur tête hydrophile (Figure B. 5). Les caractéristiques de ces molécules vont sensiblement impacter les caractéristiques macroscopiques des mousses : stabilité, distribution de taille de bulles, viscoélasticité d'interface [93].

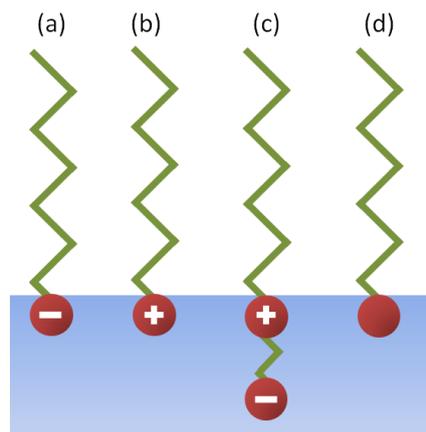


Figure B. 5. Types de tensioactif : (a) anionique; (b) cationique ; (c) amphotère ; (d) non ionique.

Les tensioactifs anioniques ont une tête chargée négativement. La queue est un cation, qui est en général un métal alcalin ou un ammonium quaternaire. Ils possèdent un fort pouvoir moussant et émulsifiant, conférant aux mousses une structure légère, mais peu homogène. Ce sont les tensioactifs les plus utilisés, le plus souvent comme détergents (exemple : produit vaisselle) [94].

Ils sont divisés en trois groupes :

- Les savons dont la partie hydrophile est un sel de sodium ou de potassium d'un acide carboxylique.
- Les composés sulfonés qui constituent la matière première tensioactive la plus utilisée dans les formulations détergentes.
- Les composés sulfatés proviennent de la sulfatation d'un alcool. Leur intérêt résulte dans la possibilité de synthétiser une large gamme de molécules à l'hydrophobicité variable. La plus connue est le dodécylsulfate de sodium (SDS) dérivé du dodécanol. Ils ont un pouvoir moussant très élevé, mis à profit dans la préparation des shampoings et des bains moussants.

Les tensioactifs cationiques sont caractérisés par une partie hydrophile chargée positivement. Les solutions ainsi formées sont parfois plus difficiles à mousser, mais vont présenter une structure alvéolaire plus régulière. Les plus répandus sont les dérivés d'amines quaternaires aliphatiques. Ces molécules sont beaucoup plus chères à fabriquer que les anioniques, et de ce fait utilisées seulement dans des applications particulières (antiseptique, antistatique, inhibiteur de corrosion), qui font appel à leurs propriétés bactéricides, ou à leur capacité à s'adsorber facilement sur des substrats biologiques ou inertes possédant une charge négative.

Les tensioactifs amphotères (aussi appelés tensioactifs zwitterioniques) possèdent à la fois une charge positive et une charge négative sur leur partie hydrophile et permettent une moussabilité intermédiaire par rapport aux tensioactifs anioniques et cationiques. Certains amphotères sont insensibles au pH, d'autres sont de type cationique à pH acide et de type anionique à pH élevé. Ils présentent l'avantage de pouvoir être utilisés en complément de tensioactif anionique ou cationique. Ils sont utilisés en cosmétique et pharmaceutique.

Les tensioactifs non ioniques viennent au deuxième rang par ordre d'importance industrielle avec un peu moins de 40 % de la production totale. Le caractère hydrophile provient de la présence d'un groupement polaire de type éther, alcool ou amine. De faible coût, ils sont utilisés pour leurs performances tensioactives à faible concentration. Les mousses ainsi créées ont une fraction volumique faible et entrent dans la catégorie des mousses sèches (lessives, shampoings et autres produits corporels...). Ils sont généralement pas ou peu toxiques et sont notamment utilisés en agroalimentaire.

Sur le plan pratique, quelques règles d'usages sont généralement évoquées : les tensioactifs anioniques moussent bien en général, mais avec une structure de mousse légère peu homogène. Les cationiques moussent plus difficilement, mais avec une structure de mousse plus régulière, plus compacte, les amphotères étant intermédiaires.

Enfin, il existe une dernière solution pour stabiliser un gaz au sein d'un liquide, reposant sur l'effet Pickering. L'idée repose sur l'incorporation de particules solides hydrophobes de très petite taille dans le fluide. Le mouillage partiel de ces particules par la phase liquide conduit à une adsorption à l'interface. L'angle de contact θ entre la phase aqueuse la phase gazeuse et le solide caractérise le mouillage. Pour obtenir une stabilisation optimale des bulles, sa valeur doit être légèrement inférieure à 90° (mesuré du côté de la phase aqueuse - Figure B. 6). La valeur de l'angle de contact détermine le positionnement de la particule à l'interface [95]. L'angle peut être modifié en présence de tensioactif dans la phase aqueuse, cette modification dépendant de leur polarité. Les particules entraînent une courbure de l'interface et en assure ainsi la stabilité. Dans le cas d'émulsions (d'eau dans de l'huile par exemple), l'angle θ peut être supérieur à 90° .

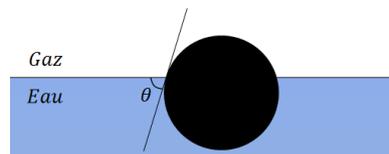


Figure B. 6. Angle de mouillage d'une particule solide à l'interface gaz/liquide.

B.2.1.5 Drainage, mûrissement, coalescence

La stabilité d'une mousse au cours du temps est généralement recherchée. Cependant, trois phénomènes tendent à entraver la stabilité des mousses : le drainage, le mûrissement et la coalescence. Ces phénomènes entraînent le vieillissement de la mousse.

À l'échelle macroscopique, l'eau présente dans les bords de Plateau est soumise à la gravité ce qui induit une ségrégation, c'est le phénomène de drainage (Figure B. 7 (a)). Un gradient vertical de densité de mousse va apparaître, la mousse supérieure s'assèche tandis qu'elle se densifie en bas. La perte de liquide au niveau supérieur fragilise les bulles, la concentration des molécules tensioactives dans le film entre bulles diminuant. La cicatrisation du film par effet Marangoni (voir explication en B.2.1.6) est altérée.

Lorsque deux bulles de rayons différents sont en contact, l'interface va présenter une courbure due à la différence de pression. Les membranes n'étant pas tout à fait imperméables au gaz, une diffusion gazeuse de la plus petite bulle vers la plus grande va s'opérer, c'est le mûrissement (Figure B. 7 (b)). Ce phénomène entraîne la disparition progressive des plus petites bulles.

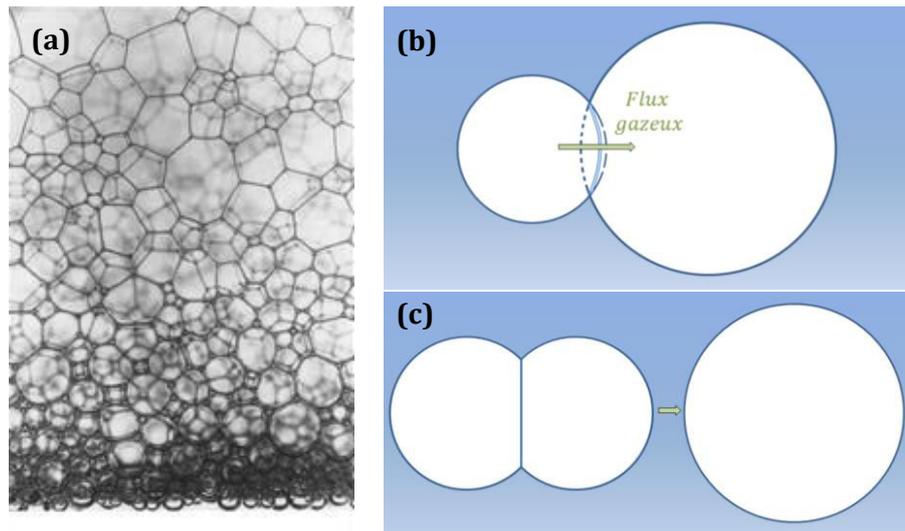


Figure B. 7. Sources d'instabilité : (a) Drainage [96] ; (b) Mûrissement ; (c) Coalescence.

Enfin, un phénomène beaucoup plus violent peut entraver la pérennité de la mousse, la coalescence (Figure B. 7 (c)). Sous l'effet de la gravité, la concentration en molécules tensioactives peut décroître, ce qui fragilise le film. Le film peut alors rompre ce qui entraîne la fusion des deux bulles voisines. Le phénomène de coalescence, tout comme celui de mûrissement aboutit à une diminution du nombre total de bulles, bien que les phénomènes soient tout à fait différents. Les phénomènes de coalescence en présence de deux bulles en mouvement ne seront pas détaillés ici. Le lecteur peut découvrir les principaux arguments de la modélisation d'un tel problème dans [97,98].

B.2.1.6 Effet Marangoni / Diffusion

Les phénomènes expliquant la stabilisation des films dans le cas idéal où ces derniers sont parfaitement au repos ont été exposés. Cependant, des phénomènes dynamiques interviennent à la fabrication ou peuvent survenir en cas de sollicitations macroscopiques de la mousse ou suite à des effets de vieillissement de la mousse.

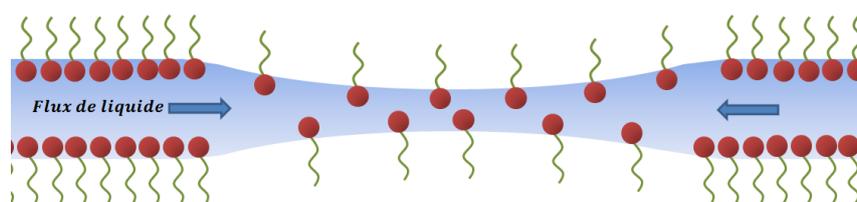


Figure B. 8. Effet Marangoni [91].

La solidité de la membrane provient de la formation d'une monocouche de tensioactifs donnant un caractère viscoélastique au film séparant deux bulles. Si une dilatation non uniforme du film se crée, une fluctuation de densité de tensioactifs apparaît à la surface créant un gradient de tension de surface d'autant plus important que l'interface est élastique. Ce gradient va créer une force de rappel élastique dans le plan de l'interface pour retrouver une surface où les tensioactifs sont répartis de façon homogène. Ce couplage entre gradient de concentration et gradient de force de rappel permet une « cicatrisation » des interfaces avant leur éventuelle rupture (Figure B.8). Ce phénomène, indispensable à la stabilité du film est appelé effet Marangoni [99].

B.2.1.7 Différences entre tensioactifs protéinique et synthétique

Les mousses aqueuses sont généralement stabilisées par des tensioactifs synthétiques et sont utilisées par exemple comme savon ou détergent. À l'inverse, les mousses de l'industrie agro-alimentaire sont principalement stabilisées à l'aide de protéine [100]. Pour les tensioactifs synthétiques, les propriétés à l'interface gaz/eau ou au niveau des films minces sont assez bien connues et les mécanismes de formation et de stabilité de mousses sont globalement identifiés. La CMC est souvent utilisée comme un simple critère de concentration pour la moussabilité. Pour la plupart des tensioactifs (qui sont des molécules chargées), la stabilité des films minces et de la mousse est principalement due à la répulsion électrostatique entre les molécules tensioactives qui couvrent les surfaces de films donnant une différence de pression entre l'intérieur de la bulle et le film (ou l'eau). En comparaison, les connaissances sur les systèmes protéiniques sont moins poussées. Il est important de déterminer si des critères simples de moussabilité peuvent être introduits, si des concentrations critiques peuvent être déterminées...

Il serait intéressant de connaître les différences (ou les ressemblances) entre les propriétés macroscopiques des mousses issus de tensioactifs synthétiques et protéiniques. Il a été montré que du point de vue du drainage, la viscosité surfacique de cisaillement dépend du tensioactif utilisé. Les protéines adsorbées à l'interface ont tendance à former des couches très viscoélastiques créant des limites de bords de plateaux solides tandis que le phénomène inverse est généralement constaté pour les tensioactifs synthétiques. La difficulté est de relier les phénomènes microscopiques aux propriétés macroscopiques.

Saint-Jalmes et al. [101] proposent d'étudier la différence entre les tensioactifs synthétiques et protéiniques grâce à deux systèmes différents : une solution de tensioactif synthétique (sodium dodecyl sulfate (SDS)) et une protéiniques (caséine de lait (CAS)). L'objet de cette étude est de proposer une approche multi-échelle et de les relier. Les concentrations varient entre 0,03 et 1 g/l pour la caséine et entre 0,05 et 5 g/l pour le SDS. Les résultats montrent que l'origine microscopique du caractère tensioactif des molécules de CAS et SDS est différente. Pour le tensioactif synthétique, les interactions électrostatiques répulsives entraînent la stabilité de films et de mousses. La densité surfacique de molécules tensioactives semble être le paramètre le plus important pour assurer une bonne stabilité de mousse. La tension de surface est fortement impactée par la concentration surfacique en tensioactifs. Pour la CAS, le mécanisme de stabilité est lié au confinement d'agrégats de CAS à l'intérieur des films minces. Ces agrégats sont piégés lorsque les bulles viennent en contact, ils n'étaient pas préalablement adsorbés. Le seuil de stabilité de film semble correspondre au seuil de percolation de ces agrégats dans le film. Avec ce type de mécanisme de stabilisation, la tension de surface dynamique sur un film ne peut être liée à la moussabilité macroscopique. Cependant, pour les deux tensioactifs, il y a une bonne corrélation entre la stabilité d'un film et celle de la mousse entière.

B.2.1.8 Tensioactif et suspension minérale

Les phénomènes responsables de l'entraînement d'air au sein de suspensions minérales vont être affectés par la présence de particules cimentaires et dans une moindre mesure par les granulats. Le phénomène semble relativement compris ou du moins maîtrisé pour les solutions aqueuses. Dans des suspensions minérales, plusieurs facteurs interagissent, rendant le phénomène complexe : procédé de fabrication, propriétés chimiques, dosage et nature du liant, présence de fines et leurs caractéristiques géométriques et chimiques, quantité d'eau, nature et dosage en entraîneur d'air, présence de superplastifiant, hydratation et prise du liant... L'air entraîné peut être vu comme une émulsion de gaz dans le système eau-liant si la fraction volumique d'air est faible. De la même manière que pour les solutions aqueuses, la formation puis la stabilité de mousse sont deux étapes différentes, toutes deux importantes. Les bulles sont intrinsèquement instables dans un fluide newtonien, mais pas obligatoirement dans une suspension minérale en raison de sa rhéologie particulière. Les trois phénomènes entraînant l'instabilité des mousses aqueuses : drainage, mûrissement et coalescence sont aussi sources d'instabilité des mousses minérales.

L'hydratation du ciment et/ou du gypse sont des phénomènes complexes, la composition du liquide entourant les bulles change continuellement durant la prise. En plus de l'eau de gâchage, des cations (Ca^{2+} , Al^{3+} , Na^+ et K^+) et des anions (OH^- et SO_4^{2-}) sont présents et leurs concentrations évoluent. Ces ions peuvent affecter la stabilité des bulles, positivement ou négativement. La présence de superplastifiant et son interaction avec l'entraîneur d'air peuvent également impacter la tension de surface et donc la quantité d'air retenue.

Selon Du et al. [78], la quantité de tensioactif au sein d'une suspension minérale peut se diviser en trois parties :

$$M = M_s + M_l + M_b \quad (\text{B. 7})$$

M est la quantité totale de tensioactif dans le système, M_s la masse adsorbée et/ou absorbée sur les particules solides, M_l la masse présente dans le liquide et enfin, M_b est la masse de tensioactif présente à l'interface air/liquide. L'hydratation en continu du liant impose un caractère dynamique à cette équation. La masse M_s contribue peu à la formation et à la stabilisation des bulles bien qu'elle puisse modifier la rhéologie de la pâte. C'est la masse M_b qui gouverne la stabilisation des bulles. Enfin, la masse M_l est essentielle, car elle est le complément de M_s et M_b . Néanmoins, la présence d'une quantité importante de molécules tensioactives dans la matrice peut avoir des effets néfastes à l'hydratation (effet retardateur de prise et/ou inhibiteur d'hydratation).

La formation de bulles dans une suspension concentrée ou dans le béton frais multiplie les interfaces. De l'énergie libre est introduite dans le système lors du mélange mécanique. Une augmentation de la quantité de tensioactif dans le mélange contribue à diminuer la tension de surface des différentes interfaces du système et, à travail de malaxage identique, peut permettre d'augmenter la quantité d'air occlus de la pâte. Le procédé de malaxage est donc très important pour générer une mousse. Au cours du malaxage, le cisaillement et l'élongation vont fortement conditionner la morphologie des constituants déformables tels que les bulles.

Plusieurs paramètres affectent la quantité d'air entraîné. Tout d'abord, l'augmentation de la finesse du ciment réduit l'air entraîné. Ce phénomène s'explique par une plus grande quantité M_s de tensioactif adsorbé sur les grains de ciment ce qui réduit la quantité disponible pour d'éventuelles interfaces air/liquide.

Les suspensions minérales formulées pour réaliser des mousses minérales présentent un comportement rhéologique plus complexe que celui de l'eau : ce sont des fluides à seuil dont le seuil d'écoulement augmente jusqu'à la prise. La composition chimique de ces mélanges est complexe et évolue aussi au cours du temps, jusqu'à la fin de l'hydratation. Les conditions de formation et de stabilisation de mousses au sein de ces fluides sont donc potentiellement différentes de celles rappelées précédemment. L'équation (B. 2) reste-t-elle licite au sein de tels fluides ? Evaluer les conditions de formation et de stabilité d'une bulle dans un fluide à seuil potentiellement adjuvanté en tensioactifs s'avère nécessaire.

B.2.2 Bulle(s) dans un fluide à seuil

B.2.2.1 Les fluides à seuil et le génie civil

Les fluides à seuil sont caractérisés par l'existence d'une contrainte minimale, dite contrainte seuil ou seuil de mise en écoulement τ_s qu'il convient d'atteindre pour passer de l'état solide à l'état liquide. Un grand nombre de fluides, provenant de secteurs industriels variés possèdent un comportement de ce type : pétrole, dentifrice, fluides alimentaires, boues, vases... [102]. Ces matériaux sont étudiés depuis longtemps et la caractérisation de leurs propriétés rhéologiques constitue un enjeu toujours d'actualité [102,103]. Il existe dans la littérature de nombreux travaux traitant de ce type de fluide. Deux modèles rhéologiques (reliant la contrainte de cisaillement τ [Pa] au taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ [s⁻¹] parmi les plus courants sont exploités pour modéliser le comportement de fluide à seuil : les modèles d'Herschel-Bulkley et de Bingham [104] l'équation (B. 8) :

$$\tau = \tau_s + k\dot{\gamma}^n \quad (\text{B. 8})$$

où τ_s représente la contrainte seuil, k la consistance et n l'index d'écoulement. Le modèle de Bingham correspond au cas particulier où $n = 1$. Ces paramètres rhéologiques macroscopiques retraduisent des effets liés à la microstructure [105]. De tels modèles de comportement sont souvent exploités pour modéliser l'écoulement de matériaux cimentaires utilisés dans les applications bâtiment et génie civil, couramment fabriqués à partir d'un mélange de constituants solides (sables, graviers, liants) de granulométrie variée et d'un fluide dispersant (généralement de l'eau) ainsi que d'adjuvants. Les phénomènes de prise et de durcissement liés aux réactions d'hydratation du liant peuvent être transcrits sous forme de règles d'évolution des paramètres rhéologiques des modèles en fonction du temps.

B.2.2.2 Inclusion solide dans un fluide à seuil

En première approche, la bulle dans un fluide à seuil peut être assimilée à une inclusion solide. Une telle hypothèse assimile la bulle à un objet indéformable, ce qui est assez réducteur. Pourtant, différents éléments bibliographiques exploitent cette hypothèse, en particulier pour analyser le déplacement des inclusions dans le fluide à seuil. La majorité de ces travaux concernent l'étude d'objets sphériques [106], cylindriques [107] ou de formes diverses [108]. Ces études montrent que le déplacement de l'objet entraîne une « liquéfaction » du fluide dans une zone limitée autour de l'occlusion. Estimer dans de tels cas la force de traînée est alors possible analytiquement ou expérimentalement. En reprenant les principes de la sédimentation, d'autres études en dynamique s'intéressent à la vitesse finale d'occlusions sphériques en déplacement dans un fluide à seuil. L'influence de divers paramètres (contrainte seuil τ_s , rapport diamètre sphère et diamètre de la cuve) a pu être identifiée. Il apparaît que la vitesse finale dépend du nombre de sphères solides en mouvement [109,110]. Ces effets de sillage sont également étudiés par Gheissary et al. [111] dans du Carbopol®, qui démontrent une

plastification partielle du Carbopol® aux abords des sphères. Hariharaputhiran et al. [112] (pour une sphère) et Tokpavi et al. [107] (pour un cylindre) ont montré d'importantes différences entre les champs de vitesse prévus par les modèles et ceux mesurés autour d'une occlusion solide en mouvement dans un fluide à seuil en raison de l'asymétrie du champ de contrainte se développant entre l'amont et l'aval de l'écoulement.

B.2.2.3 Comportement de bulle(s) au sein d'un fluide à seuil

La formation et la stabilité d'une bulle d'air dans un fluide à seuil ont fait également l'objet de nombreux travaux pour lesquels les formes de bulle ne sont plus apparentées à des occlusions rigides. Snabre et al. [113] injectent de façon continue des bulles dans un fluide à seuil (gel de Carbopol®) grâce à une buse placée au fond d'une colonne verticale. Un modèle semi-empirique est alors mis en place afin de prédire le volume de la bulle lors de son détachement de la buse d'injection. Un modèle physique permet ensuite de déterminer la vitesse d'ascension des bulles en ligne en fonction de plusieurs paramètres : la viscosité du fluide, le diamètre de l'orifice, la hauteur de colonne... Chen et al. [114] traitent numériquement du même problème ce qui permet d'évaluer l'influence de nombres adimensionnels (nombre de Reynolds, de Bond, densité et viscosité adimensionnées) sur la déformation de la bulle lorsque celle-ci se trouve encore en contact avec la buse. Le modèle permet également de prédire l'apparition de bulles toroïdales lors de leur ascension, après qu'elles se soient décrochées de la buse et sous certaines conditions. Sikorski et al. [115] s'intéressent aussi à la vitesse et à la forme de bulles d'air au sein de gel de Carbopol®. Ils montrent expérimentalement que la vitesse d'ascension augmente linéairement avec le rayon de la bulle. Mougouin et al. [116] mettent également en évidence, dans cette configuration, la difficulté d'obtenir des essais répétables lorsque la contrainte seuil dépasse 10 Pa. Les contraintes internes ne permettent plus alors d'obtenir des trajectoires parfaitement verticales, même après des temps de relaxation supérieurs à 30 jours. Des effets de rémanence du sillage sont donc vraisemblables.

Quelques données bibliographiques portent sur l'étude des conditions de formation d'une bulle injectée dans un fluide à seuil. Terasaka et al. [117] injectent des bulles d'air de façon continue à l'aide d'une seringue au sein d'une solution de Carbopol® ou de xanthan, tous deux fluides à seuil. L'équation de Rayleigh modifiée proposée par Terasaka et al. [117] relie la contrainte seuil et la différence de pression nécessaire pour faire croître la surface de la bulle lorsque la bulle est accrochée à la buse. Le volume de la bulle, sa forme et la variation de sa pression interne semblent bien décrits par le modèle proposé. La création de la bulle suivante intervient après le décrochage de la précédente.

Il convient de constater que les données bibliographiques rappelées ci-dessus sont essentiellement focalisées sur l'analyse d'inclusions en mouvement dans le fluide à seuil. La littérature concernant les inclusions gazeuses statiques dans les fluides à seuil est plus rare. La littérature concernant les conditions d'arrêt d'une bulle au sein d'un fluide à seuil est également pauvre. Dubash et al. [118] développe mathématiquement deux conditions générales d'arrêt en adaptant un principe variationnel. La première condition est obtenue en minimisant la vitesse de déformation de la surface de la bulle, la seconde en maximisant l'effort appliqué par le fluide à seuil sur la surface de la bulle. Chacune de ces conditions aboutit à un nombre de Bingham critique, fonction notamment de la viscosité et du seuil du fluide considéré et montrant une grande importance de la forme de la bulle, $Bm_{cr} = 0,58$ (pour une sphère, pour le cas le plus restrictif). Le modèle mathématique indique aussi que lorsque l'effet de seuil devient supérieur à l'effet de tension de surface, la bulle n'est plus obligatoirement sphérique. Sa forme peut être différente pour un même volume. Par la suite, Dubash et al. [119] souhaite confronter les prédictions du modèle théorique à l'expérimentation. Les effets de tension de surface sont ici négligés. L'air est injecté de façon lente et continue au centre d'une colonne transparente remplie de gel de Carbopol®. Il observe tout d'abord l'apparition d'une bulle sphérique

indiquant initialement une prédominance des effets de tension de surface. En grossissant, la bulle s'allonge jusqu'à son décrochage de la buse. La bulle prend alors une forme de goutte remontante. Cependant, les essais réalisés montrent que les 2 conditions d'arrêts proposées antérieurement sont inadaptées. Lors de l'injection continue, les bulles demeurent à l'arrêt bien que le modèle prévoit qu'elles soient en mouvement.

Comme pour le cas d'une bulle unique, peu de données, expliquant le comportement de deux bulles en contact (et leur éventuelle coalescence), existent en raison des propriétés rhéologiques complexes du fluide à seuil [120]. Les informations obtenues à partir d'une bulle simple ne peuvent être étendues à un système de deux bulles [121]. La majorité des travaux sont réalisés en injectant de façon consécutive deux bulles dans le liquide à l'aide d'une petite buse à la base d'une colonne ou à l'aide d'un diffuseur poreux [106]. L'étude quasi-statique de la coalescence entre deux bulles, situées dans un même plan horizontal, est réalisée en injectant simultanément de l'air via deux buses voisines [59]. Les bulles en grossissant finissent par entrer en contact puis coalescent avant leurs éventuels décrochages. Quelques études sont également réalisées en dynamique. Des observations qualitatives [28,29] sur les paramètres tels que les propriétés rhéologiques, la taille de bulle, la fréquence d'injection sont présentées. Liu et al. [124] développent une approche numérique retraçant l'évolution de la coalescence entre trois bulles alignées horizontalement et en mouvement.

Sur la base de ces données bibliographiques, l'exploitation d'un fluide à seuil de type Carbopol® s'avère adaptée à la visualisation directe de la formation des bulles et à l'étude de leur stabilité. Un montage expérimental spécifique doit être conçu à cette fin.

B.3 Matériaux et méthodes

Le fluide modèle retenu pour cette partie de l'étude est un gel de Carbopol® aux propriétés rhéologiques contrôlées.

Les six molécules tensioactives sélectionnées pour l'étude sont présentées. La capacité de ces molécules tensioactives à diminuer la tension de surface est tout d'abord analysée avec un tensiomètre. Deux expériences complémentaires sont ensuite mise en place afin d'évaluer le pouvoir moussant (dans l'eau) en fonction de la nature et du dosage en tensioactif.

Afin d'étudier le comportement de bulle(s) au sein de fluide à seuil et l'impact de tensioactif sur les conditions de contact entre bulles, un protocole expérimental a été développé. Cette démarche repose principalement sur l'étude de la géométrie de bulles formées dans le Carbopol® suivie grâce à un système de traitement d'image en fonction de la pression interne de la bulle.

B.3.1 Matériaux

B.3.1.1 Carbopol®

Le Carbopol® 676 fournie par Lubrizol®, est un polymère acide polyacrylique lié en croix (Figure B. 9), synthétisé dans du benzène [125].

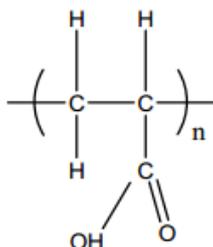


Figure B. 9. Structure moléculaire du Carbopol®.

La poudre de Carbopol® est ajoutée à l'eau puis l'ensemble est neutralisé à la soude. Le seuil de mise en écoulement de ce gel augmente avec la concentration en Carbopol®. Afin d'assurer une bonne homogénéité du gel, il est longuement mélangé avant chaque expérience (6h minimum) puis laissé au repos pendant 24h. Ce matériau modèle, aux propriétés rhéologiques maîtrisées permet de modéliser le comportement de suspensions minérales complexes et de contrôler visuellement le comportement de bulles/particules en son sein grâce à sa transparence. Les interactions physiques entre les différentes chaînes sont à l'origine du seuil de mise en écoulement de ces dispersions [126]. Ce matériau est couramment utilisé pour étudier expérimentalement le comportement de fluide à seuil [116,127,128]. Ces fluides présentent l'avantage de ne pas présenter de thixotropie.

B.3.1.2 Tensioactifs

Six tensioactifs différents sont utilisés pour réaliser des mousses minérales, Hostapur OSB, CTAB, Cetrimide, Neopor, AER Sika et Microair (Tableau B. 1). Ces tensioactifs commerciaux ne sont pas purs, la composition chimique exacte n'est pas connue.

Tableau B. 1. Caractéristiques des tensioactifs.

Nom	Formule chimique	Type de tensioactif	Fabricant	Etat
Hostapur OSB	90 % sodium alpha-olefin sulfonate (AOS)	Anionique	Clariant produkte	Solide
CTAB	Hexadécyle triméthyle ammonium bromide	Cationique	FeF Chemicals	Solide
Cetrimide	Tetradécyle triméthyle ammonium bromide	Cationique	FeF Chemicals	Solide
Neopor	2-butoxy éthanol éthylène glycol monobutyle éther; Fer (II) sulfate, heptahydrate	Hydrolysate de protéine aqueuse	Neopor System	Liquide
AER	Polymère Acrylnitrile (Polymère modifié)	Inconnu	Sika	Solide
Microair	Inconnue	PEG acide gras	Basf	Liquide

B.3.2 Méthodes

Le comportement rhéologique des gels de Carbopol® sont identifiés à l'aide d'un rhéomètre (Kinexus - Malvern®, Figure B. 10) avec une géométrie plan-plan de rayon R_d de 20 mm et un entrefer h de 1,5 mm. Les essais sont réalisés à température ambiante. Afin d'éviter un possible glissement, les plans sont rendus rugueux en collant un papier de verre dont la taille moyenne de grain est 115 μm (Figure B. 10 - droite).



Figure B. 10. Rhéomètre Kinexus - Malvern® (gauche) - Partie mobile de la géométrie plan/plan recouverte de papier de verre (droite).

Un précisaillement de 1 Pa pendant 5 secondes est appliqué afin d'obtenir une bonne répétabilité des essais. La mesure de contrainte est réalisée sous rampe logarithmique de taux de cisaillement imposé de 0,005 à 500 s^{-1} (Figure B. 11) en réalisant 20 mesures par décade (30 secondes par décade). Le précisaillement à 1 Pa pendant 5 secondes s'effectue à un taux de cisaillement supérieur à 0,005 s^{-1} (Figure B. 11). Ceci explique que l'essai ne démarre pas à la valeur cible de 0,005 s^{-1} , mais au taux de cisaillement supérieur permettant d'obtenir la précontrainte de 1 Pa.

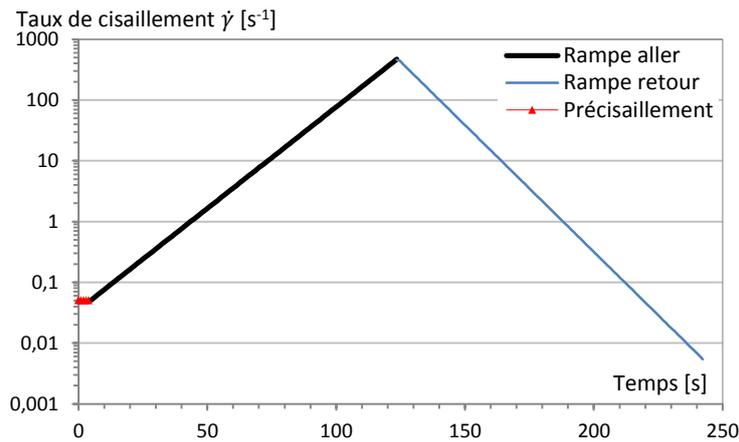


Figure B. 11. Protocole des essais rhéologiques.

Les relations (équations (B. 9) et (B. 10)) permettent de relier les paramètres macroscopiques relevés par l'appareil (couple C , vitesse de rotation Ω), aux taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ et contrainte de cisaillement τ . L'évolution de ces paramètres permet d'ajuster le modèle de comportement et ainsi d'identifier les paramètres rhéologiques du fluide (seuil de mise en écoulement τ_s , viscosité η ...) :

$$\dot{\gamma} = \frac{3\Omega R_d}{4h} \quad (\text{B. 9})$$

$$\tau_s = \frac{3C}{2\pi R_d^3} \quad (\text{B. 10})$$

B.3.2.1 Tension de surface, CMC

La tension de surface des différentes solutions est mesurée avec un tensiomètre Kruss K100C avec la méthode de l'anneau de Du Noüy. L'essai est réalisé suivant la norme ISO 4311:1979 [129]. Une solution de tensioactif est préparée puis insérée dans le récipient calibré du tensiomètre. Un barreau magnétique permet d'agiter la solution avant chaque mesure afin d'obtenir une bonne homogénéité. La solution est ensuite laissée au repos afin d'obtenir une surface plane. La tension de surface est obtenue suivant le protocole suivant :

1. L'anneau de rayon R_{aN} est au-dessus du réservoir, le capteur de force s'initialise à zéro.
2. L'anneau rencontre la surface et une faible force positive apparaît à cause de la force d'adhésion entre l'anneau et la surface.
3. L'anneau doit être poussé au travers de la surface (à cause de la tension de surface) ce qui cause une faible force négative.
4. L'anneau pénètre la surface et une faible force positive apparaît en raison des lignes de support de la bague.
5. L'anneau remonte au niveau de la surface.
6. La force croît à cause de la tension de surface.
7. La force maximale F_{max} est atteinte.
8. Après le maximum, la force décroît légèrement jusqu'à la rupture.

La tension de surface γ est calculée lors de l'étape 7 (Figure B. 12), à cet instant elle est reliée à la force maximale par l'équation (B. 11)).

$$F_{max} = \gamma \cdot L_{aN} \cdot \cos \theta \quad (\text{B. 11})$$

Avec L_{aN} , la longueur mouillée de l'anneau en platine. Ce métal possède une mouillabilité optimale en raison d'une grande énergie libre, l'angle de contact θ est nul. L'équation (B. 12) relie la tension de surface au rayon de l'anneau.

$$\gamma = \frac{F_{max}}{L_{aN}} = \frac{F_{max}}{2\pi R_{aN}} \quad (\text{B. 12})$$

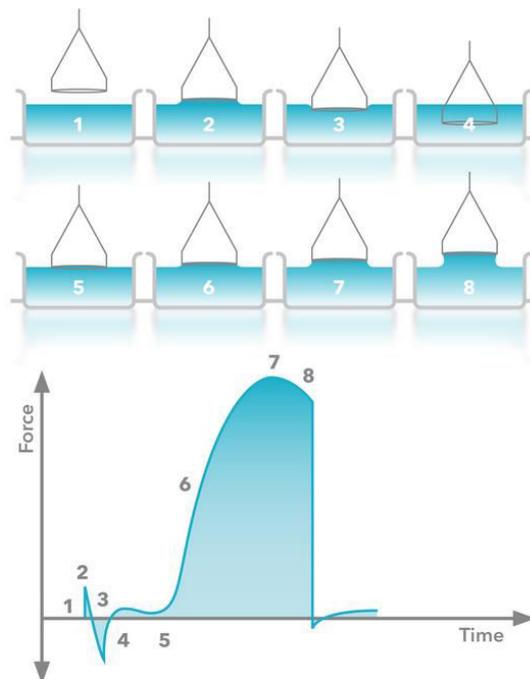


Figure B. 12. Protocole expérimental : Tension de surface [130].

Les mesures de tension de surface sont effectuées à partir d'une solution initiale qui est diluée entre chaque essai. Cette technique permet de mesurer la tension de surface et d'observer son évolution en fonction de la concentration et d'éventuellement détecter la CMC.

B.3.2.2 Pouvoir moussant

Afin de comparer la capacité des différentes solutions de tensioactifs à former des mousses, deux essais de pouvoir moussant sont réalisés. Le premier est réalisé au sein de l'École Nationale Supérieure de Chimie de Rennes (expérience réalisée avec l'aide de Mr. Loïc Lemiègre), le second au sein de notre laboratoire. Le principe général de ces deux expériences est similaire, de l'air est injecté en continu dans une solution aqueuse de tensioactif et la quantité de mousse produite est contrôlée.

Dans ce premier essai, une solution aqueuse de 500 ml de tensioactif est préparée. La solution est laissée au repos avant d'être transférée dans le ballon sphérique en évitant la formation de mousse (Figure B. 13 – gauche). Le débit d'air est réglé à 13 l/min. Le temps de la mesure débute dès que la mousse commence à remplir le béccher de récupération.

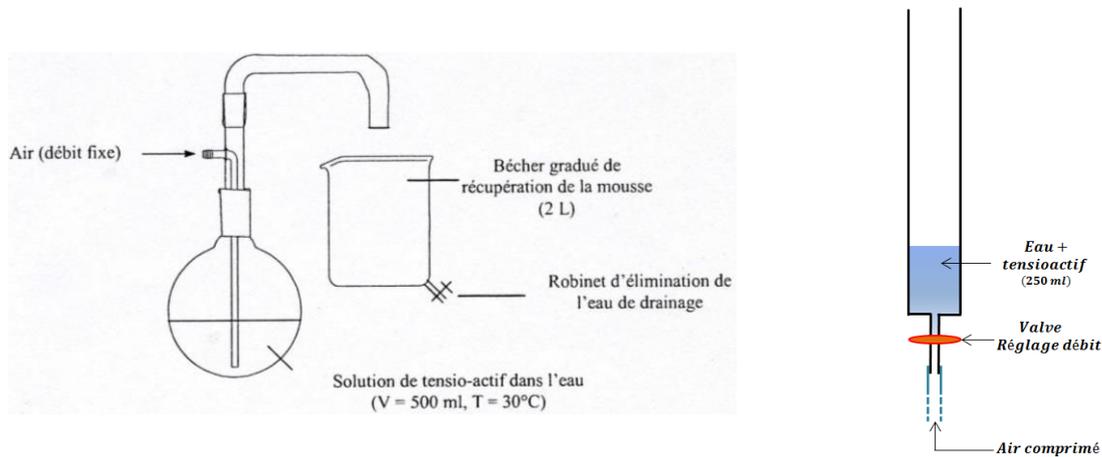


Figure B. 13. Pouvoir moussant : Schéma de principes Essai ENSCR (gauche) ; Essai LGCGM (droite).

La géométrie utilisée pour réaliser le second essai est différente. La solution de tensioactif est placée dans une colonne transparente de plexiglas (Figure B. 13 – verticale; 1 m de haut, diamètre 8 cm). Cette colonne est reliée par sa partie basse au circuit d'air comprimé. Une valve manuelle permet de contrôler le débit d'air entrant. La valve possède deux positions stables correspondant à deux types de débit, débit faible et débit fort. Ces débits sont répétables entre chaque expérience, mais n'ont pas été quantifiés. Les essais débutent à débit faible. Si ce débit n'est pas suffisant pour faire mousser la solution, le débit est augmenté au débit fort.

Au cours de cet essai, le volume de solution inséré est de 250 ml. La concentration en tensioactif est variable. L'ensemble des concentrations utilisées est présenté dans le Tableau B. 2. Cet essai permet de visualiser à partir de quelle concentration la moussabilité est satisfaisante.

Tableau B. 2. Pouvoir moussant, essai LGCGM. Concentrations en tensioactifs.

Essai	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Tensioactif	Hostapur OSB			CTAB			Cetrimide					
CMC [mg/l]	994			1070			1305					
Dosage/CMC	0,1	0,5	1	0,1	0,5	1	0,1	0,5	0,75	1	2	4
Dosage [%]	9,9E-5	5,0E-4	9,9E-4	1,1E-4	5,4E-4	1,1E-3	1,3E-4	6,5E-4	9,8E-4	1,3E-3	2,6E-3	5,2E-3
Essai	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	
Tensioactif	Neopor			AER			Microair					
CMC [mg/l]	-			-			3270					
Dosage/CMC	-			-			0,1	1	2	4	8	
Dosage [%]	1,0E-4	1,0E-3	1,0E-2	1,0E-4	1,0E-3	1,0E-2	3,3E-4	3,3E-3	6,5E-3	1,3E-2	2,6E-2	

B.3.2.3 Montage expérimental d'analyse de bulle dans le Carbopol®

Afin d'étudier le comportement de bulle(s) au sein du fluide à seuil modèle, le gel de Carbopol® est placé dans un container en Plexiglas® à base carrée (9 x 9 cm²) (Figure B. 14). De nombreux petits trous (diamètres 1 mm) régulièrement espacés de 2 mm sont percés sous la base de ce dernier afin d'insérer une aiguille (diamètre intérieur 0,5 mm) permettant l'injection de bulles d'air. L'injection des bulles est réalisée à l'aide d'une micropipette à volume variable (20 < V_s < 200 µl). Le volume maximal injectable de la pipette est noté V_{max} = 200 µl. La pression d'air dans la bulle est quant à elle mesurée lors de l'injection à l'aide d'un manomètre à capsule (précision ± 0,5 kPa). Le montage permet d'injecter une ou plusieurs bulles à hauteur désirée.

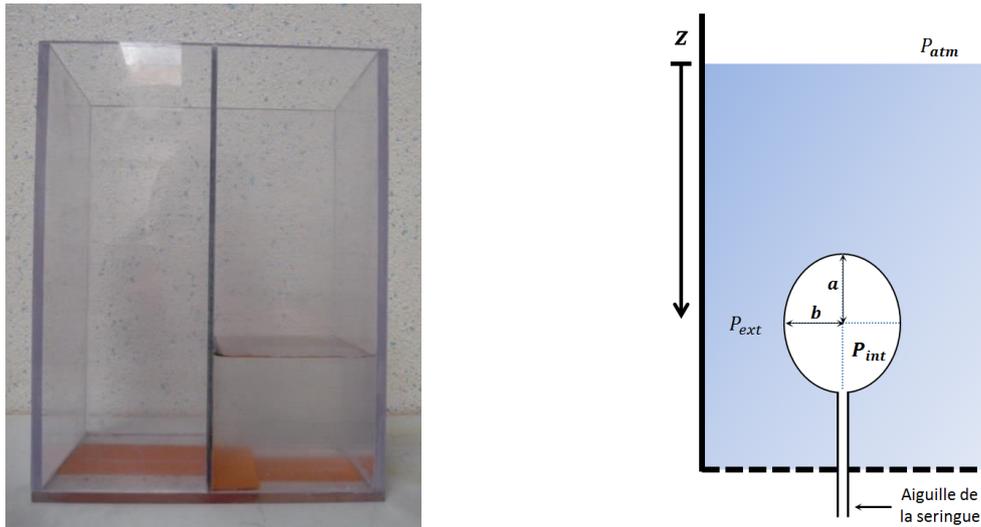


Figure B. 14. Container (gauche) ; Schéma de principe de l'injection d'une bulle (droite).

Une première bulle est injectée dans le fluide, sa pression interne P_{int} est mesurée à l'aide du manomètre à capsule. De l'air est ensuite injecté progressivement dans la bulle par palier de 2 kPa, le volume de la bulle V_b est déterminé à partir d'une photo numérique faisant l'objet d'un traitement d'image (procédure détaillée ci-après). Le rapport entre le volume mesuré V_b de la bulle et le volume maximal injectable à la mise en œuvre V_{max} (200 μ l) est nommé par la suite volume relatif : $V_r = V_b/V_{max}$. Le volume total (bulle + micropipette) est noté V_t (Figure B. 15) :

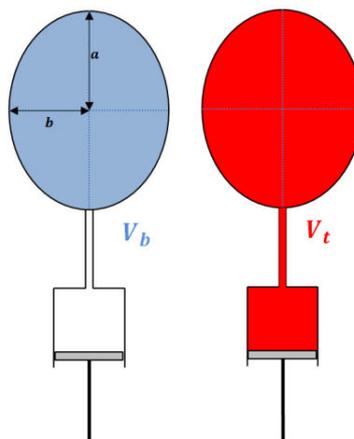


Figure B. 15. Volume de bulle V_b et volume total V_t .

Le volume des bulles injectées est obtenu par traitement d'image à l'aide du freeware ImageJ [131]. La procédure de traitement des images est préalablement étalonnée en insérant dans la zone d'étude un objet cylindrique de taille connue dans le gel de Carbopol®. L'aire d'un pixel est calibrée, $A_{pix} = 3,02 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2$.

La bulle est prise en photo (Figure B. 16 - gauche) puis l'image est binarisée (Figure B. 16 - centre). Le logiciel fournit le nombre de pixels appartenant à l'aire de la bulle puis trace le contour de l'ellipse équivalente (Figure B. 16 - droite). L'étalonnage précédemment effectué permet de revenir à l'aire des projections des différentes bulles et à la longueur des demi-axes : a = demi-grand axe et b = demi-petit axe de l'ellipse (Figure B. 15).

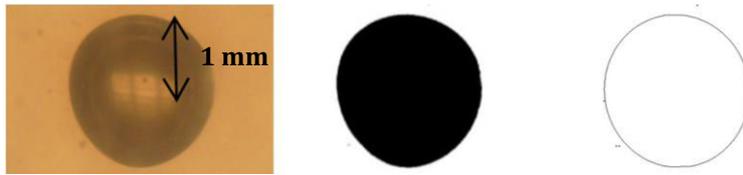


Figure B. 16. Analyse d'image ; Image initiale (gauche) ; image binarisée (centre) ; ellipse équivalente (droite).

Ces deux paramètres permettent de calculer le paramètre de sphéricité défini par : $s = b/a$. En supposant que la bulle présente une axi-symétrie suivant le demi grand-axe, le volume de la bulle peut être estimé par l'équation (B. 13) avec une précision de quelques pourcents :

$$V_b = \frac{4}{3}\pi ab^2 \quad (\text{B. 13})$$

B.4 Résultats expérimentaux

B.4.1 Caractérisation des tensioactifs et des mélanges Carbopol®-tensioactifs

B.4.1.1 Paramètres rhéologiques : consistance et index

Afin d'estimer l'influence de la concentration en Carbopol® sur le seuil de mise en écoulement, plusieurs essais rhéométriques sont réalisés. Le premier essai débute à une concentration en Carbopol® de 5 g/l. Le gel de Carbopol® est ensuite progressivement dilué.

Tableau B. 3. Effet de la concentration en Carbopol® sur le seuil de mise en écoulement.

Essai	Concentration en Carbopol® [g/l]	Seuil de mise en écoulement τ_s [Pa]
1	5,00	120
2	4,55	117
3	4,00	106
4	3,33	71
5	2,67	38
6	2,22	21
7	1,67	4

La Figure B. 17 - gauche indique une superposition des courbes de chargement et déchargement des essais réalisés avec les 7 solutions de gel de Carbopol® de concentrations différentes. Comme l'avait montré Ovarlez et al. [132], la non thixotropie du gel de Carbopol® est vérifiée. Les courbes divergent uniquement pour de faibles taux de cisaillement ($\dot{\gamma} < 0,1 \text{ s}^{-1}$). Le caractère élastique du fluide aux faibles déformations justifie cette divergence. Lors de la croissance de la vitesse de déformation, dès que $\tau \geq \tau_s$, le matériau s'écoule, le modèle d'Herschel-Bulkley peut être ajustée sur la courbe d'écoulement. Lors de la rampe décroissante, lorsque τ atteint la limite de contrainte seuil $\tau = \tau_s$, la vitesse de déformation s'annule. Le gel présente un comportement rhéologique de même nature pour différentes concentrations en Carbopol®.

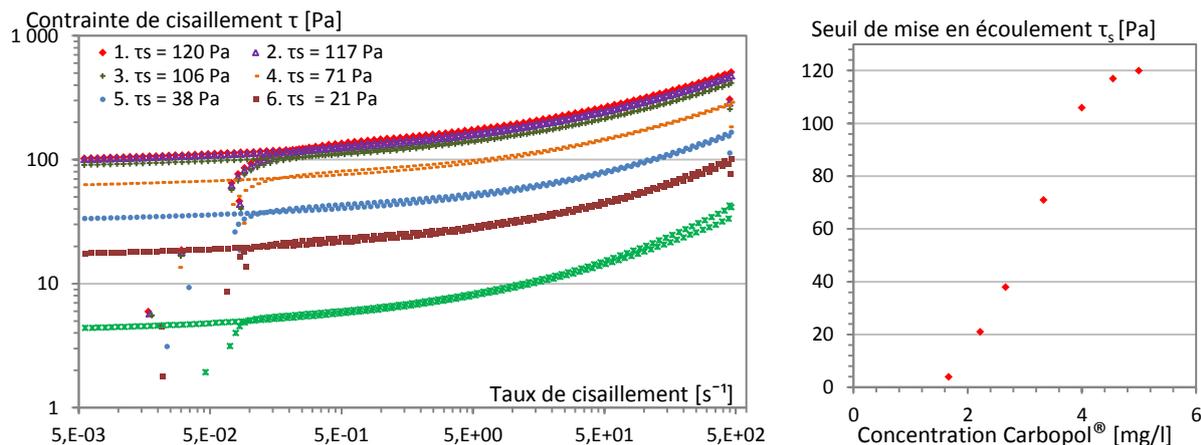


Figure B. 17. Rhéogramme de gel de Carbopol® de concentrations différentes (gauche) et seuil de mise en écoulement associés (droite).

Les valeurs de contrainte seuil du fluide modèle sont ainsi modulables en adaptant la concentration en Carbopol® (Figure B. 17 – droite). L'étude du comportement de bulles à différents stades du raidissement d'une pâte minérale réactive, de son état frais jusqu'au début de sa prise est ainsi réalisable.

B.4.1.2 Impact du tensioactif sur le seuil

Les suspensions minérales utilisées dans cette thèse sont adjuvantées. Afin de contrôler l'impact de ces adjuvants sur le fluide modèle, le seuil de mise en écoulement de gel de Carbopol® à diverses concentrations en tensioactif est étudié (la concentration en poudre de Carbopol® est identique). L'exemple présenté sur la Figure B. 18 correspond à l'ajout d'Hostapur OSB® (référence C07 - Tableau B. 4) dans un gel de Carbopol® de contrainte seuil $\tau_s = 37 Pa$.

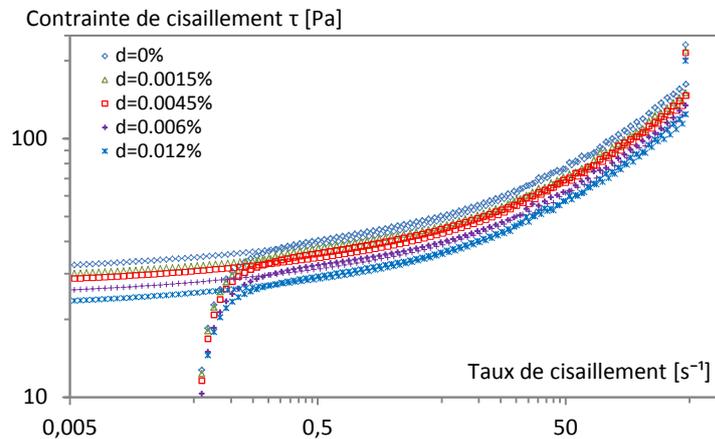


Figure B. 18. Rhéogramme du Carbopol® C07 pour différents dosages en tensioactif.

Des résultats similaires sont obtenus pour différents gels de Carbopols® de seuils initiaux différents. Les paramètres du modèle rhéologique sont identifiés en ajustant la loi de Herschel-Bulkley sur les enregistrements (Tableau B. 4). Comme le montrent la Figure B. 18 et le Tableau B. 4, l'augmentation du dosage en tensioactif d conduit à une diminution du seuil. Cette diminution atteint 30 % avec un ajout de seulement 0,012 % de tensioactif. La consistance k semble moins affectée (Equation (B. 8)). L'insertion de molécules tensioactives dans le Carbopol® présente notamment un intérêt pour l'étude des phénomènes de coalescence (cf. partie B.4.4).

Tableau B. 4. Paramètres du modèle d'Herschel-Bulkley (Equation (B. 8)).

Carbopol®	Dosage tensioactif d [%]	Concentration Carbopol® [%]	τ_s [Pa]	k [Pa $^{-1/n}$]	n
C01	0	0,271	71	12,02	0,351
C02	0	0,214	33	9,02	0,199
C04	0	0,272	26	11,68	0,161
C07-d1	0	0,356	37	9,02	0,195
C07-d2	0,0015	0,356	34	8,45	0,180
C07-d3	0,0030	0,356	34	8,70	0,180
C07-d4	0,0045	0,356	33	8,87	0,181
C07-d5	0,0060	0,356	30	7,83	0,180
C07-d6	0,0120	0,356	27	7,25	0,158
C11-c1	0,0030	0,440	34	10,66	0,179
C11-c2	0,0030	0,396	27	9,60	0,155
C11-c3	0,0030	0,356	18	8,68	0,114
C11-c4	0,0030	0,321	15	7,23	0,100
C10-c1	0	0,440	40	9,29	0,198
C10-c2	0	0,396	27	7,32	0,143
C10-c3	0	0,356	18	7,31	0,100
C10-c4	0	0,321	13	5,93	0,086

B.4.1.3 Tension de surface, CMC

Les résultats des essais CMC sont présentés Figure B. 19. Il faut noter qu'un repos de 2 minutes est réalisé entre chaque mesure de tension de surface. La tension de surface de l'AER Sika est impossible à déterminer, car ce produit en poudre est extrêmement difficile à dissoudre dans l'eau. La CMC du Neopor n'a pu également être déterminée. Une première mesure a été effectuée avec une solution dont la concentration évoluait de 6300 mg/l jusqu'à 150 mg/l, sans succès, les résultats ne permettant pas d'identifier une CMC. Une seconde manipulation, à partir d'une concentration initiale de 100000 mg/l jusqu'à 1200 mg/l a été effectuée, mais la rupture de pente, caractéristique d'une CMC n'a pas été observée. Le Neopor semble être un tensioactif peu puissant, à sa concentration maximale (100000 mg/l), la tension de surface n'atteint que 44 mN/m. Le comportement singulier des tensioactifs protéiniques énoncé par Saint-Jalmes et al. [101] se retrouve ici.

Les tensioactifs CTAB et Cetrimide (cationiques) présentent un comportement très similaire, leurs CMC sont très proches ($CMC_{CTAB} = 1305$ mg/l et $CMC_{Hostapur\ OSB} = 994$ mg/l). Les tensions de surface atteintes à la CMC sont basses et très proches (37,9 et 37,3 mN/m). Ces similitudes sont normales, ces molécules sont toutes deux de même nature et leurs compositions chimiques sont très proches. L'Hostapur OSB (anionique) a également un comportement assez semblable. Il semble toutefois légèrement plus puissant, la CMC est atteinte à une concentration plus faible et la valeur de tension de surface à cette concentration est plus faible, $\gamma_{CMC} = 34,3$ mN/m. Le Microair est le tensioactif obtenant la tension de surface la plus faible, $\gamma_{CMC} = 25,2$ mN/m à la concentration de 3270 mg/l.

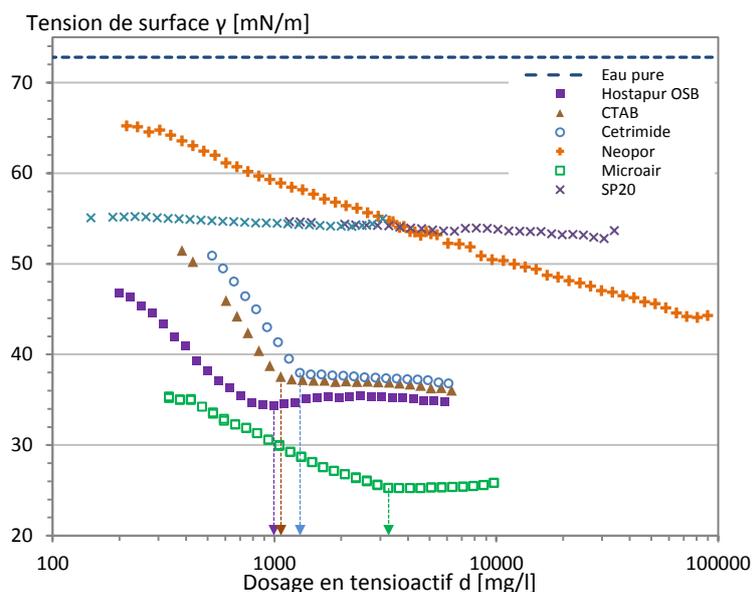


Figure B. 19. Evaluation de la CMC.

Enfin, la tension de surface du superplastifiant utilisé dans la formulation des mousses minérales (partie C de ce mémoire) a été évaluée sur une gamme de concentration assez large. Le rôle de ce composé est de faciliter la dispersion de particules fines dans une suspension concentrée afin de conserver une rhéologie identique tout en diminuant la quantité d'eau. Il apparaît que le superplastifiant SP20 va également impacter la tension de surface (Figure B. 19). Ce résultat avait été pressenti par Łażniewska-Piekarczyk [133].

Tableau B. 5. Essais CMC.

Nom	Formule chimique	Type de tensioactif	CMC [mg/l]	γ_{CMC} [mN.m ⁻¹]
Hostapur OSB	90 % sodium alpha-olefin sulfonate (AOS)	Anionique	994	34,3
CTAB	Hexadécyle triméthyle ammonium bromide	Cationique	1070	37,3
Cetrimide	Tetradécyle triméthyle ammonium bromide	Cationique	1305	37,9
Neopor	2-butoxy éthanol éthylène glycol monobutyle éther; Fer (II) sulfate, heptahydrate	Hydrolysate de protéine aqueuse	Inaccessible	Pas de CMC
AER Sika	Polymère Acrylnitrile (Polymère modifié)	Inconnu	Inaccessible	Inaccessible
Microair	Inconnue	PEG acide gras	3270	25,2

B.4.1.4 Pouvoir moussant

Les essais réalisés à débit et concentration constante selon le protocole de mesure de l'ENSCR permettent un premier classement des tensioactifs. Pour chacun des essais, la solution de tensioactif a un dosage égal à la CMC. La CMC du Neopor et de l'AER Sika n'ayant pu être déterminée, l'essai de pouvoir moussant est réalisé avec un dosage de 0,01 % pour ces deux tensioactifs.

L'essai de moussabilité ENSCR n'a été concluant que pour deux tensioactifs, l'Hostapur OSB et le Neopor. La mousse issue de la solution d'Hostapur OSB est formée de petites bulles monodisperses. La mousse s'accumule progressivement dans le bécher gradué de 2 litres et celui-ci est rempli au bout de 5 minutes et 40 secondes. La mousse issue du Neopor est légèrement plus polydisperse. Quelques rares bulles coalescent entre elles et le remplissage du bécher gradué est légèrement plus rapide (5 minutes). Une fois le bécher rempli, les mousses sont laissées au repos et leurs volumes diminuent progressivement. La diminution du volume de la mousse est causée par le drainage qui fragilise les films entre bulles qui finissent par rompre. Ces deux mousses, bien qu'étant légèrement différentes disparaissent au même rythme. Au bout de 10 minutes les mousses ont perdu 90 % de leurs volumes initiaux. Ce premier essai de moussabilité désigne l'Hostapur OSB et le Neopor comme meilleurs tensioactifs.

Le protocole expérimental développé au LGCGM permet d'affiner les résultats. Sur ce nouveau montage, le débit d'air injecté est variable. Le débit maximal atteint est supérieur au débit imposé de l'essai de moussabilité de l'ENSCR. Les résultats sont présentés dans le Tableau B. 6. Le code couleur gris clair signifie que la moussabilité est bonne à faible débit, la mousse est produite abondamment et monte petit à petit dans la colonne de plexiglas. Au bout d'un moment, l'essai doit être arrêté pour éviter que la mousse n'atteigne le haut de la colonne et ne s'en échappe. Le code couleur gris intermédiaire signifie que le faible débit n'a pas suffi à faire mousser la solution, mais que le passage au débit élevé a permis à la mousse de se former. Enfin, le code couleur gris foncé signifie que la solution n'a jamais produit de mousse.

Tableau B. 6. Résultats des essais de moussabilité du LGCGM.

Concentration	Hostapur	CTAB	Cetrimide	Microair	Concentration	AER	Neopor		Mousse à bas débit
CMC/10	1	4	7		0,0001%	16	13		Mousse à fort débit
CMC/2	2	5	8	19	0,001%	17	14		Ne mousse pas
CMC	3	6	9	20	0,01%	18	15		
2 CMC			10	21					
4 CMC			11	22					
8 CMC			12	23					

L'Hostapur OSB présente une très bonne moussabilité, la mousse se forme sans problème, même à très faible concentration (1/10 CMC). Une solution de CTAB à sa valeur de CMC mousse à faible débit. La moussabilité à des concentrations inférieures n'est possible qu'en augmentant le débit d'air. La moussabilité du Cetrimide et du Microair est relativement identique, la formation de mousse à la CMC n'est possible qu'avec un fort débit d'air. Néanmoins, la solution de Cetrimide parvient à mousser à faible débit avec une concentration valant 8 CMC contrairement à celle du Microair. Enfin, le Neopor présente une bonne moussabilité à faible débit d'air pour une concentration de 0,01 %. À cette même concentration, l'AER Sika parvient à former de la mousse, mais uniquement à fort débit.

Il ressort de ces deux essais que l'Hostapur OSB est le tensioactif le plus performant. Il présente une bonne moussabilité même à très faible concentration. Le Neopor semble également être un bon tensioactif puisqu'il a moussé à une concentration de 0,01 % lors de l'essai de moussabilité de l'ENSCR. À l'inverse, l'AER Sika et le Microair ont un pouvoir moussant faible. Le classement issu de ces essais de moussabilité est présenté dans le Tableau B. 7 ci-dessous :

Tableau B. 7. Moussabilité : Classement des tensioactifs.

Classement	1	2	3	4	5	6
Tensioactif	Hostapur OSB	Neopor	CTAB	Cetrimide	Microair	AER

Ces essais sont réalisés dans l'eau. Au sein d'une suspension minérale, les molécules tensioactives sont en présence de nombreux composés, il est probable que ce classement évolue.

B.4.2 Comportement d'une bulle dans le fluide à seuil

B.4.2.1 Protocole de visualisation

Le montage utilisé permet de mesurer la pression interne d'une bulle et sa taille. Afin d'évaluer la pertinence de notre protocole expérimental, la validité de la loi des gaz parfaits est examinée durant l'étape d'injection. La pression est contrôlée à l'aide du manomètre à capsule (pas de 2 kPa) tandis que le volume de bulle V_b est mesuré via l'analyse d'images (Figure B. 20). Chaque image de la Figure B. 23 est prise tous les 5 pas de pression, soit tous les 10 kPa.

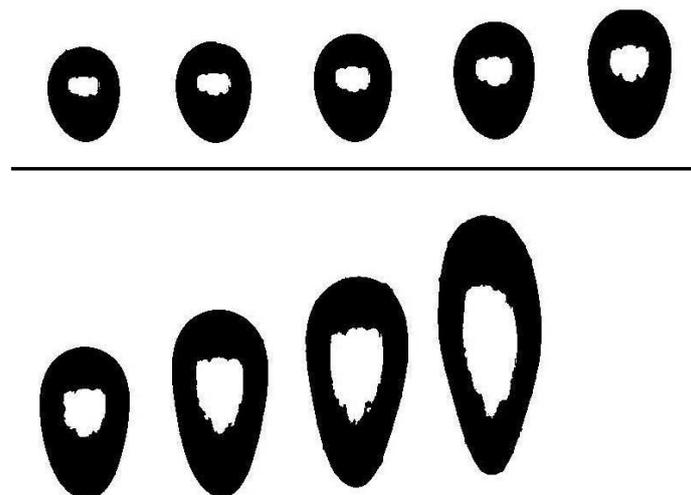


Figure B. 20. Remontée d'une bulle durant l'injection (pas de 10 kPa - Carbopol® : $\tau_s = 71$ Pa).

La bulle est initialement proche d'une forme sphérique (Figure B. 20). L'augmentation de la pression interne de la bulle entraîne sa déformation, principalement de sa partie supérieure.

Ceci s'explique par un léger gradient de pression dû à l'effet de la pesanteur au sein du fluide, entre les parties inférieure et supérieure de la bulle. La partie inférieure de la bulle est plus contrainte que la partie supérieure. La croissance de la bulle par la partie supérieure consomme moins d'énergie et devient rapidement très anisotrope. Enfin, la bulle finit par remonter à la surface sous l'effet de la poussée d'Archimède (les conditions de stabilité d'une bulle seront étudiées dans la partie B.4.3). La remontée de bulle s'effectue en forme de goutte d'eau inversée (Figure B. 20), cette forme a déjà été observée par Dubash et al. [119].

Le suivi de la taille et de la forme de 4 bulles de volumes relatifs initiaux différents V_{r0} (1, 0,61, 0,44 et 0,25) placées dans ce même gel de Carbopol® ($\tau_s = 71$ Pa) est présenté sur la Figure B. 22. Différents constats généraux s'imposent. Au début de l'injection, la bulle est quasiment sphérique (s proche de 1) et garde cette forme dans un premier temps. Puis en grossissant la bulle perd progressivement sa sphéricité. Lorsque la bulle est devenue trop volumineuse, elle se déforme fortement et sa sphéricité devient inférieure à 0,66.

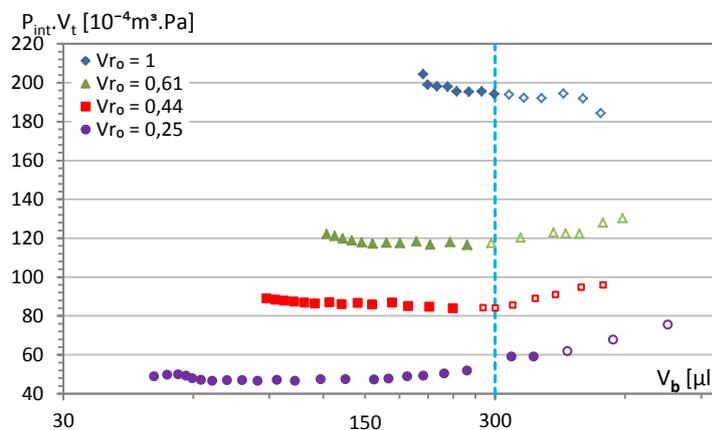


Figure B. 21. Variation du produit $P_{int} \cdot V_t$ en fonction du volume de bulle V_b mesuré ($\tau_s = 26$ Pa).

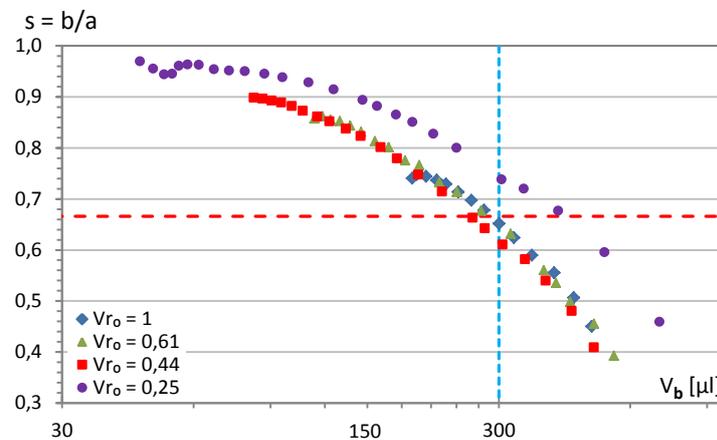


Figure B. 22. Variation du critère de sphéricité s , en fonction du volume de la bulle V_b ($\tau_s = 71$ Pa).

Ces résultats sont aussi exploités afin d'analyser le domaine dans lequel la loi des gaz parfaits reste vérifiée, $P_{int} \cdot V_t = \text{constante}$, où V_t représente le volume total occupé par le gaz lors de l'injection (Figure B. 21) à chaque palier de pression. À partir du volume de bulle (calculé à partir des images) V_b supérieur à $300 \mu\text{l}$, la loi des gaz parfaits n'est plus vérifiée, ce qui traduit une mesure non satisfaisante de V_b . Cette limite technique correspond globalement à un critère de sphéricité inférieur à 0,66 (quel que soit le volume initial de bulle). Au-delà de ces limites de validité, le traitement d'image réalisé sur des projections 2D ne permet plus une bonne estimation du volume de la bulle. Il est probable que la symétrie de révolution initiale ne soit plus respectée et que l'assimilation de la bulle à un volume ellipsoïdal n'est plus licite.

B.4.2.2 Sphéricité / Influence du seuil

Afin de montrer l'influence du seuil de cisaillement du fluide sur la croissance des bulles, trois bulles de volumes relatifs initiaux différents sont insérées dans deux gels de Carbopol® de contraintes seuils différentes : $\tau_s = 71 \text{ Pa}$ et $\tau_s = 33 \text{ Pa}$.

Le volume V_b de la bulle est augmenté par injection et mesuré, pour chaque palier de 2 kPa de la pression d'injection. Quel que soit le volume relatif initial V_{r0} , le volume de la bulle située dans le gel de Carbopol® à faible contrainte seuil sera plus grand (Figure B. 23). Pour une même pression, une forte contrainte seuil du fluide semble freiner la croissance des bulles. L'augmentation P_p de la pression interne à produire dans une cavité sphérique pour faire croître et plastifier sa surface est directement proportionnelle au seuil de cisaillement. Une solution analytique du problème (posé en coordonnées sphériques) est donnée dans le cas d'une sphère au sein d'un matériau élasto-plastique parfait sur la base du critère de Von Mises [134]. L'équation (B. 14) est une application de cette solution à notre étude :

$$P_p = \frac{2}{3} \tau_s \tag{B. 14}$$

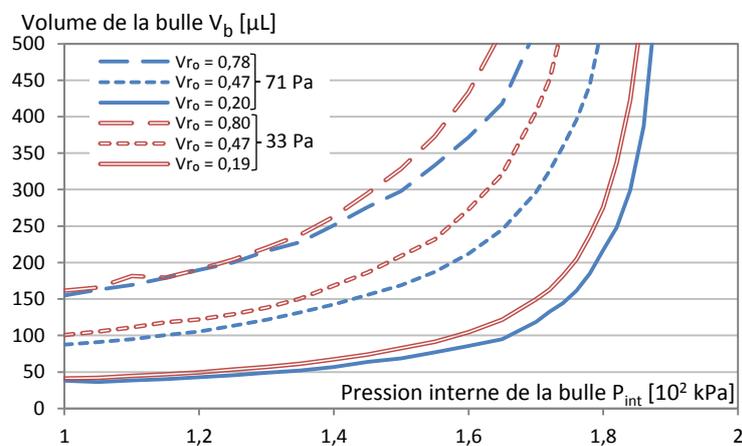


Figure B. 23. Evolution du volume en fonction de la pression interne de la bulle.

En présence d'un fluide à seuil, lors de la croissance de la bulle, l'équilibre en pression résulte de la combinaison des effets liés au fait que l'état de contrainte satisfait le critère de plasticité autour de la bulle et des effets de tension de surface (en combinant les équations (B. 8) et (B. 14)). Enfin, le retour à l'état de pression interne initial ne conduit pas à la configuration géométrique initiale de la bulle, montrant ainsi l'effet de la plastification. Ce phénomène a souvent été mis en évidence dans la littérature dans des manips d'écoulement de bulles dans un fluide [116,128].

Afin de mettre en évidence l'impact du seuil de mise en écoulement sur la forme prise par une bulle, une nouvelle série d'expériences est réalisée. Une bulle de volume relatif initial $V_{r0} = 0,5$ est injectée dans trois gels de Carbopol® de contraintes seuils différentes : $\tau_s = 40 \text{ Pa}$, 27 Pa , 16 Pa . La poursuite de l'injection se traduit par une diminution de la sphéricité de la bulle (Figure B. 24), plus marquée pour de faibles contraintes seuils. La sphéricité initiale des bulles injectées est plus marquée pour le gel ferme ($\tau_s = 40 \text{ Pa}$).

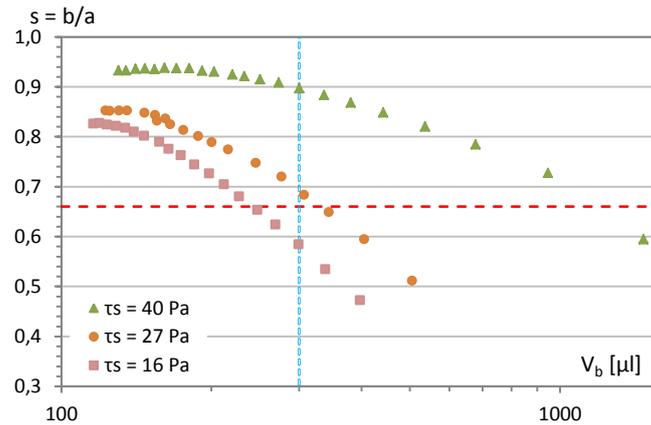


Figure B. 24. Evolution de la sphéricité avec l'augmentation du volume de la bulle V_b , pour $V_{r0} = 0,5$.

Dans les gels plus fermes, l'augmentation du volume de la bulle est associée à une sphéricité relativement constante tant que $V_b < 300 \mu\text{l}$. La croissance du volume peut être considérée comme isotrope. Les bulles finissent par remonter à la surface, le volume limite qu'elles atteignent avant de remonter augmente avec la contrainte seuil.

B.4.2.3 Equation d'équilibre des contraintes à l'interface

La présence du seuil de mise en écoulement modifie les conditions de croissance d'une bulle ainsi que sa géométrie. Une modification de la loi de Laplace (B. 2) prenant en compte ses deux paramètres est envisagée. L'équation de Laplace modifiée prend la forme :

$$P_{int} - P_{ext} = \gamma \left(\frac{2a}{b^2} \right) + f(\tau_s, s) \quad (\text{B. 15})$$

Où f , est une fonction dépendante de la contrainte seuil τ_s et de la sphéricité à identifier (équation (B. 15)). Pour analyser le problème, la solution analytique correspondant au problème développé ci-avant est utilisée (et détaillée dans l'annexe B.1). Une cavité sphérique de rayon interne a , centrée dans une sphère de rayon externe R , est soumise à une augmentation de pression interne P (Figure B. 25). Le matériau est considéré élasto-plastique parfait. L'augmentation de la pression interne entraîne la formation d'une zone plastifiée jusqu'à $r = r_p$.

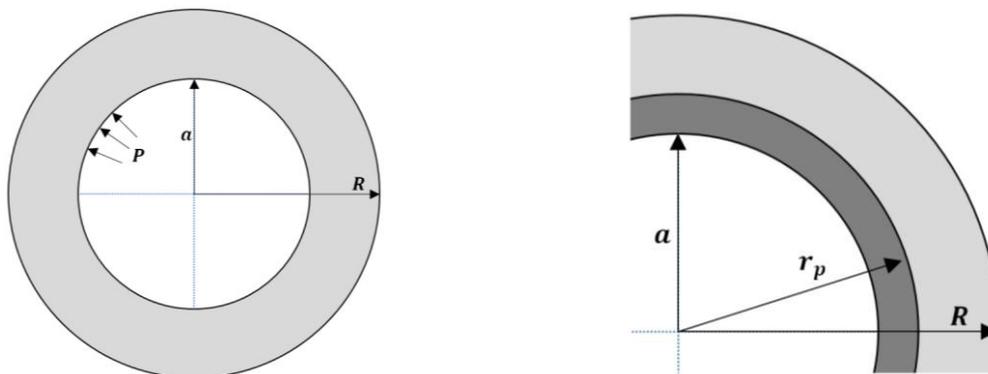


Figure B. 25. Géométrie et chargement appliqué à la sphère sous pression (gauche) ; Progression de la zone plastique à partir de la surface intérieure (droite).

Dans le cas d'une petite bulle placée dans un gel de Carbopol®, il n'y a pas réellement d'enveloppe externe, alors $R \gg a$. D'après les calculs développés en annexe, la plastification démarre en $r = a$ lorsque la pression interne atteint P_E tel que :

$$P_E = \frac{2}{3} \left(1 - \frac{a^3}{R^3} \right) \tau_s \quad (\text{B. 16})$$

Dans notre cas, cette pression critique devient égale à :

$$P_P = \frac{2}{3} \tau_s \quad (\text{B. 17})$$

L'augmentation de pression au-delà de P_P voit la zone plastifiée se développer jusqu'à $r = r_p$ (Annexe B.1) :

$$P = \frac{2}{3} \tau_s \left[1 + 3 \ln \left(\frac{r_p}{a} \right) \right] \quad (\text{B. 18})$$

Le rayon de la zone plastifiée augmente avec celui de la bulle, mais n'est pas identifiable dans le gel de Carbopol®. Une adaptation de la formule de Laplace (équation (B. 3)) est proposée en tenant compte des conclusions des expériences présentées dans la partie B.4.2.2. Les bulles ne conservant pas leur forme sphérique, une différence de pression moyenne liée à la tension de surface correspondant au sommet de la bulle est considérée. Cette équation (B. 19) est valable lors d'une phase de croissance de bulle:

$$P_{int} = P_{ext} + \gamma \left(\frac{2a}{b^2} \right) + \frac{2}{3} \tau_s \left[1 + 3 \ln \left(\frac{r_p}{a} \right) \right] \quad (\text{B. 19})$$

À l'inverse, lors d'une phase de décroissance de bulle, le seuil de mise en écoulement s'oppose au retour à une pression interne plus faible. En phase de contraction l'équation (B. 19) est modifiée :

$$P_{int} = P_{ext} + \gamma \left(\frac{2a}{b^2} \right) - \frac{2}{3} \tau_s \left[1 + 3 \ln \left(\frac{r_p}{a} \right) \right] \quad (\text{B. 20})$$

La composante plastique des équations précédentes reprend le formalisme de la solution d'une cavité sphérique en expansion dans un matériau élasto-plastique parfait. Il faut intégrer, dans notre cas, le fait que les bulles dans le Carbopol® ne restent pas sphériques. La composante plastique doit donc intégrer une fonction de la sphéricité s . En première approche, une évolution linéaire est proposée en pondérant la composante plastique par le produit $K.s$, où K est une constante à identifier.

$$P_{int} = P_{ext} + \gamma \left(\frac{2a}{b^2} \right) + \frac{2}{3} K.s. \tau_s \left[1 + 3 \ln \left(\frac{r_p}{a} \right) \right] \quad (\text{B. 21})$$

Afin d'évaluer simplement la part de chaque monôme de l'équation, l'application numérique suivante est proposée : une bulle de 2 mm de diamètre dans un gel de Carbopol® de seuil de cisaillement de 30 Pa. La tension de surface du Carbopol® est considéré égale à celle de l'eau ($\gamma_0 = 72,7$ mN/m). Le gradient de pression lié à la tension de surface à l'interface de la bulle avec le gel est de 72,7 Pa alors que la composante plastique serait supérieure à 20 Pa. Ces deux contributions peuvent assez facilement être de même ordre de grandeur. Par contre si la zone plastifiée devient très grande ($r_p \gg a$), la composante liée à la zone plastifiée devient vite prédominante.

Afin d'ajuster le paramètre K (équations (B. 19) et (B. 20)), une approche expérimentale est mise en œuvre. Une bulle est insérée dans un gel de Carbopol® de seuil connu puis de l'air est injecté par pas de pression successifs (2 kPa). Lorsque la pression a atteint la valeur cible ($P_{cible} = P_0 + 50$ kPa ou $P_0 + 70$ kPa, où P_0 est la pression interne de la bulle en début d'essai), la

consigne en pression est inversée. La pression est abaissée par pas successifs de 2 kPa pour revenir à la pression initiale P_0 . L'expérience est menée sur 12 bulles de tailles diverses insérées dans des gels de Carbopol® de seuils de mise en écoulement différents (26 à 101 Pa). Des bulles de différents volumes sont introduites, induisant des valeurs de sphéricité plus ou moins grandes, dépendant du seuil du gel de Carbopol®. L'ensemble des conditions de ces essais est recensé dans le Tableau B. 8.

Tableau B. 8. Equation de Laplace modifiée - Protocole expérimental.

Essai	Seuil τ_s [Pa]	Sphéricité		Volume V_b [μ l]	
		Initiale	Finale	Initial	Final
1	26	0,87	0,73	103,2	102,3
2	26	0,79	0,53	106,9	109,3
3	26	0,79	0,66	174,1	169,9
4	26	0,76	0,45	151,4	148,9
5	40	0,95	0,89	94,8	90,7
6	40	0,89	0,57	129,6	119,7
7	40	0,88	0,81	156,5	163,3
8	64	0,92	0,88	108,0	106,8
9	64	0,96	0,93	91,4	92,0
10	64	0,93	0,87	133,1	121,9
11	101	0,90	0,83	84,2	80,8
12	101	0,82	0,75	86,0	79,5

L'évolution de la sphéricité en fonction du pas de pression, de ces 12 essais, est présentée Figure B. 26. Les phases de croissance de bulles correspondent aux courbes en trait plein. Lorsque la pression cible est atteinte, le retour à la pression de départ aboutit à des géométries de bulles différentes de celles des bulles initiales, cet effet est d'autant plus marqué que le seuil du fluide est bas. Cette non réversibilité est en partie liée à l'anisotropie de la croissance, visualisée par une large évolution de s , qui est plus importante lorsque le seuil du fluide est faible et/ou que la pression cible est forte. Une différence de pression statique entre le haut et le bas de la bulle peut expliquer le phénomène. La variation de sphéricité est moins importante lors de la phase de décroissance, peut-être en raison de l'effet mémoire du fluide à seuil.

Dans les cas où s reste stable en croissance (pression cible faible et/ou bulle très sphérique au départ, seuil de cisaillement du fluide fort) une évolution sensible de s est notée lors de la phase de décroissance. Il est fort probable que la formation de la zone plastifiée autour des bulles soit à l'origine de cette évolution puisqu'au passage de la pression cible, un incrément de pression est « consommé » pour inverser le sens de plastification. L'augmentation de volume lors de la phase de croissance est réalisée tout en conservant une valeur élevée de sphéricité, la zone plastifiée doit sensiblement avoir la même épaisseur tout autour de la bulle. Lors du retour à la pression initiale, le léger gradient de pression statique existant entre les parties haute et basse la bulle explique que le retour à la pression de départ ne permette pas de retrouver la forme initiale de bulle.

En revanche, lorsque la sphéricité a beaucoup évolué lors de la phase de croissance, le retour se fait avec une modification assez faible de la sphéricité. La croissance anisotropique de la bulle lors de la phase de croissance a créé une zone plastifiée de grande épaisseur au-dessus du haut de la bulle. Le retour à la pression cible s'effectue principalement par une légère remontée du bas de la bulle où la zone plastifiée est de faible épaisseur, contrairement à la zone supérieure qui est « bloquée » par la zone plastifiée très épaisse développée lors de la phase de croissance.

La géométrie de la zone plastifiée est paramétrée par le rayon plastique r_p qui reste inconnu. Faut-il considérer que r_p correspond à la dimension caractéristique du domaine (bord de la boîte...) ou à une distance finie qu'il reste à identifier ?

La géométrie de cette zone plastifiée dépend vraisemblablement du seuil et il est raisonnable de penser que des bulles au sein d'un gel de Carbopol® avec un fort seuil de mise en écoulement créent des zones plastifiées de plus faible volume lors de leurs croissances.

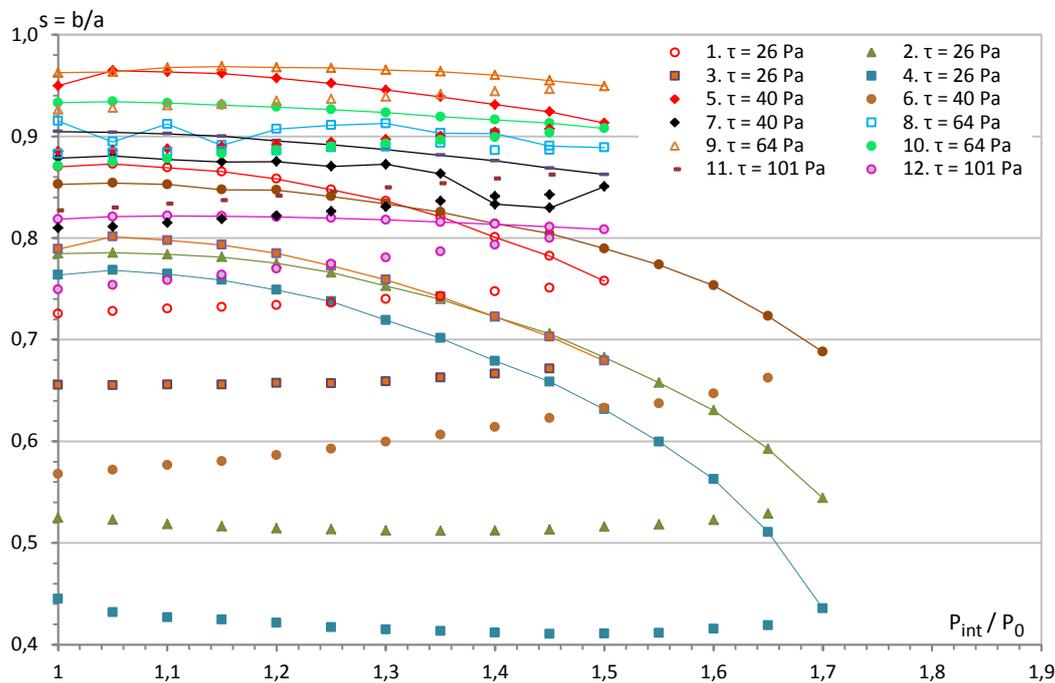


Figure B. 26. Evolution de la sphéricité de bulle en fonction du pas de pression.

Expérimentalement, la mesure de P_{ext} , pression au sein du fluide en dehors de la zone plastifiée n'est pas directement accessible. Pour déterminer le paramètre K et évaluer r_p , le produit $P_{int} \cdot V_t$ est analysé (Figure B. 26). Les paramètres K et r_p sont ajustés pour rendre minimales les variations de ce produit par rapport à sa valeur moyenne durant toute la durée de l'expérience (augmentation de pression interne puis retour à la pression initiale). Pour l'ajustement, la tension de surface du Carbopol® est prise égale à celle de l'eau. Cette optimisation conduit à obtenir $K = 1,1$. Cet ajustement est caractéristique de $r_p/a = 2$. Le produit $2/3 \cdot K [1 + 3 \ln(r_p/a)]$ vaut alors approximativement $7/3$. Au final, l'équation d'équilibre des pressions modifiées proposée pour illustrer la phase de croissance est :

$$P_{int} = P_{ext} + \gamma \left(\frac{2a}{b^2} \right) + \frac{7}{3} \tau_s s \quad (B. 22)$$

Lors de la phase de décroissance, l'équation d'équilibre des pressions modifiée devient :

$$P_{int} = P_{ext} + \gamma \left(\frac{2a}{b^2} \right) - \frac{7}{3} \tau_s s \quad (B. 23)$$

L'expérience réalisée permet d'émettre une hypothèse quant à l'importance du seuil et de la sphéricité sur l'évolution de la pression interne d'une bulle. Il apparaît que la présence du seuil de mise en écoulement s'oppose à la croissance de la bulle lors de l'augmentation de pression. À l'inverse, lors de la diminution de pression, le seuil s'oppose au retour au volume initial. Ce phénomène permet de mieux comprendre la non-réversibilité du phénomène, les bulles ne retrouvant pas leurs formes initiales après le retour à la pression initiale. Ce constat est à rapprocher des effets de rémanence cités par la bibliographie lors d'écoulements dans les fluides à seuil qui conduisent à des problèmes de répétabilité des mesures (plastification locale au contact de la bulle ou sphère mentionnée par [108-112,135]).

Cependant, l'importance du terme prenant en compte l'effet de seuil dans l'équation de Laplace modifiée est relativement faible (de l'ordre de quelques dizaines de Pascal) comparativement aux autres pressions en jeu (par exemple $P_{\text{atm}} \approx 10^5 \text{ Pa}$). La présence d'un seuil de mise en écoulement au sein du fluide permet donc l'immobilisation de bulles, mais son influence sur les niveaux de pression mis en jeu semble assez faible. La répétition de cette expérience avec un dispositif plus précis (mesure du volume et de pression améliorée) permettrait de quantifier plus précisément l'influence du seuil sur la relation de pression autour d'une bulle. Ce développement constitue une perspective intéressante de ces travaux préliminaires.

B.4.3 Perte d'équilibre

Après l'étude de la stabilité d'une bulle dans un fluide à seuil, les essais réalisés permettent aussi d'analyser les conditions de perte d'équilibre de la bulle.

La stabilité de la bulle dans le fluide à seuil résulte de l'équilibre entre la poussée d'Archimède ascendante et la force de traînée s'opposant au mouvement de la bulle dans le fluide à seuil. La poussée d'Archimède est une simple fonction du volume de fluide déplacé et de la différence de masse volumique. La force de traînée d'une sphère immergée dans un fluide à seuil fait intervenir l'équivalent d'un maître couple (la section maximale de la bulle suivant un plan horizontal) et la valeur de la contrainte seuil. L'expression de la force de traînée induite par le seuil peut être approximée en considérant le cas du mouvement d'une sphère rigide de rayon b dans un fluide plastique parfait [136]. L'expression simplifiée de cette force de traînée est :

$$F_t = 12\pi\tau_s b^2 \quad (\text{B. 24})$$

En toute rigueur cette expression doit être revue en présence d'une bulle déformable pour laquelle les conditions de cisaillement à l'interface peuvent être très différentes de celles constatées en présence d'une occlusion rigide. L'effet de la rugosité de l'occlusion va affecter le coefficient de l'équation (B. 24) sans modifier sa forme générale. Le cas de sphères rigides lisses et rugueuses étudié par Ahonguo et al. [137] illustre le propos. Lors des essais, l'augmentation de volume d'une bulle de faible sphéricité se traduit essentiellement par l'expansion de sa partie supérieure, sa partie inférieure demeurant quasiment immobile (Figure B. 20). En conséquence, l'effort de traînée s'opposant à la croissance directionnelle de la bulle est estimé à la moitié de l'effort de traînée d'une sphère rigide immergée dans un fluide plastique parfait (équation (B. 24)). La stabilité de la bulle dans le fluide à seuil est donc garantie si l'effort de traînée reste supérieur à la poussée d'Archimède :

$$6\pi\tau_s b^2 > \Delta\rho g \frac{4}{3}\pi ab^2 \Leftrightarrow \frac{2}{9\tau_s} \Delta\rho g a < 1 \quad (\text{B. 25})$$

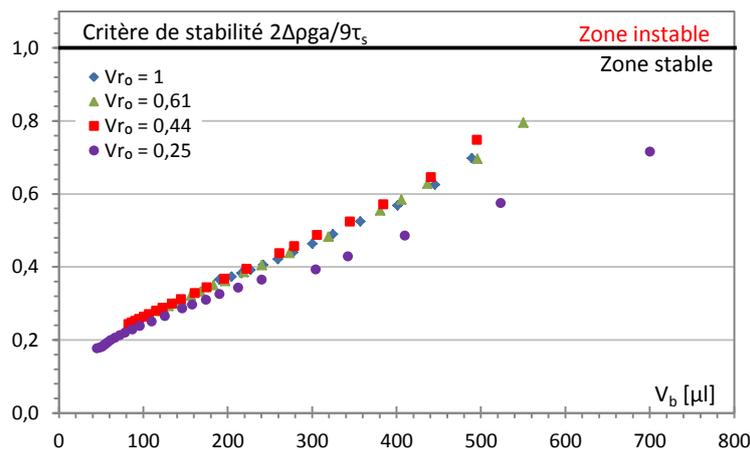


Figure B. 27. Evolution du coefficient de stabilité $2\Delta\rho ga/9\tau_s$ en fonction du volume de bulle V_b .

Différents essais sont réalisés en injectant de l'air dans différentes bulles placées dans du Carbopol® jusqu'à leur perte de stabilité. L'évolution de la valeur du paramètre de stabilité est présentée sur la Figure B. 27. Le critère de stabilité est vérifié pour l'ensemble des résultats présentés et tend vers 1, sa valeur critique, pour les bulles de grandes tailles pour lesquelles la perte de stabilité est constatée durant l'incrément de volume suivant. Au-delà des simplifications retenues pour sa formalisation, le critère simple de stabilité proposé semble pertinent, bien qu'au moment de la remontée des bulles, leur perte de symétrie compromet considérablement la méthode de calcul utilisée pour identifier leurs volumes (analogie à une ellipse).

B.4.4 Coalescence

Après avoir étudié les conditions de stabilité et d'instabilité d'une seule bulle, une expérimentation spécifique est mise en place afin d'initier une étude du contact entre deux bulles et la stabilité du film ainsi créé.

B.4.4.1 Protocole expérimental

Les bulles enfermées dans les suspensions concentrées peuvent être amenées à entrer en contact. Ces phénomènes se rencontrent très souvent dans l'élaboration de matériaux à forte porosité [1xx]. Afin de visualiser le phénomène, le montage expérimental développé pour analyser la formation des bulles et leur stabilité est réutilisé. Deux bulles de volumes relatifs initiaux égaux $V_{r0} = 0,5$ sont insérées à la base du montage à une distance fixée l'une de l'autre, et ce, à l'aide de deux micropipettes identiques. Leurs volumes sont simultanément augmentés jusqu'à formation puis rupture de la membrane se formant entre les deux bulles. L'essai est réalisé avec deux dosages en Hostapur OSB. L'ajout du tensioactif modifie les propriétés rhéologiques du gel de Carbopol® (Figure B. 28).



Figure B. 28. Contours des bulles avant puis après rupture de la membrane (gauche) ; Contact entre 2 bulles de tailles différentes (droite).

Les conditions de contact entre bulles sont analysées en retenant les images correspondant à l'état juste avant et juste après la rupture de la membrane créée entre les deux bulles. Lorsque le gel de Carbopol® n'est pas adjuvanté, la coalescence entre les bulles entrant en contact est immédiate, aucune membrane n'est créée. La présence de l'Hostapur OSB avec un dosage de 0,0015 % conduit à la création d'une membrane entre les bulles (Figure B. 28 - gauche haut). Le volume relatif d'une bulle juste avant la rupture atteint en moyenne $V_r = 0,86$. Lorsque le dosage en Hostapur OSB est multiplié par trois, la membrane est plus stable (Figure B. 28 - gauche bas). Le volume relatif moyen d'une bulle atteint $V_r = 3,15$ juste avant la rupture. Les dosages supérieurs à $d = 0,0045$ % ne sont pas présentés ici, la membrane étant très stable, la coalescence n'a pas lieu, les bulles finissent par remonter sous l'effet de la poussée d'Archimède. Il est intéressant de noter qu'au-dessus d'un dosage très faible en tensioactif, 0,0045 %, les phénomènes de coalescence disparaissent. Un faible apport de tensioactif permet donc une amélioration considérable du maintien des bulles au sein du gel de Carbopol®. Les phénomènes de coalescence sont stoppés.

Au sein d'une suspension, les bulles enfermées n'ont pas forcément la même taille. En cas de contact, le gradient de pression interne peut induire un phénomène de mûrissement conduisant à une évolution des volumes des bulles (Figure B. 7 (b)). Les conditions d'interaction entre deux bulles de tailles différentes sont donc étudiées. Deux bulles de volume relatif $V_{r1} = 0,25$ et $V_{r2} = 0,75$ sont insérées dans un gel Carbopol® adjuvanté avec un dosage en tensioactif $d = 0,003$ % qui permet la formation d'une membrane stable au contact. La différence de taille et donc de pression au sein des bulles se traduit par l'apparition d'une membrane courbe. La pression est supérieure dans la bulle de gauche (Figure B. 28 - droite) ce qui explique la pénétration de cette dernière dans celle de droite. Aucun mûrissement n'a été constaté après plusieurs heures. La diffusion gazeuse au sein de la membrane de gel de Carbopol® est certainement trop lente pour compromettre la stabilité.

B.4.4.2 Forme à la rupture

Lors de la fabrication de matériaux cimentaires, les bulles enfermées au sein de la suspension sont amenées à se rencontrer. L'évolution du seuil au cours du temps, lors de la prise, engendre une modification des conditions de coalescence. Pour étudier un tel cas, deux bulles de volume relatif initial $V_{r0} = 0,5$ distantes de 2 mm sont introduites dans 4 gels de Carbopol® de contraintes seuils différentes. Le dosage en tensioactif est identique dans ces 4 gels de Carbopol®, $d = 0,003$ %. La Figure B. 29 permet de comparer les résultats en présentant l'état juste avant et juste après la rupture de la membrane créée entre les deux bulles (pour une pression intérieure différente).

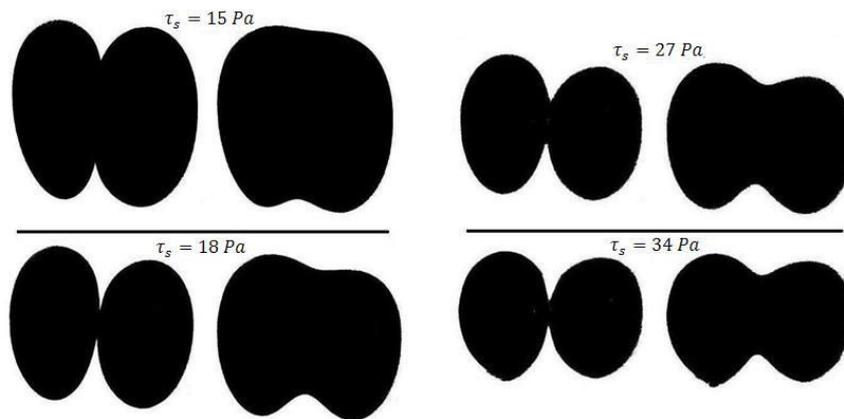


Figure B. 29. Evolution des conditions de coalescence en fonction du seuil ; avant rupture (gauche) ; après rupture (droite).

Lorsque la contrainte seuil augmente, les deux bulles croissent moins facilement et conservent plus longtemps leurs formes sphériques initiales, même après rupture de la membrane. À la coalescence, les deux bulles couplées prennent la forme d'une alvéole contractée en son centre. Cette forme n'est possible qu'en raison de la présence de la contrainte seuil. Son effet tend à conserver la forme des bulles et s'oppose à l'effet de la tension de surface qui tend logiquement à former une bulle sphérique de surface minimale (bulle unique).

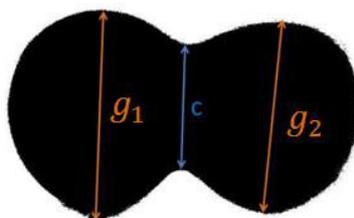


Figure B. 30. Paramètres géométrique des bulles après coalescence.

Le contour des bulles associées constitue un indicateur direct de l'amplitude de la contrainte seuil. À cette fin un indicateur géométrique I_{gc} est proposé et correspond au rapport entre la longueur de la connexion c créée entre les deux bulles et la moyenne des résidus des deux grands axes principaux g_1 et g_2 (équation (B. 26) - Figure B. 30). L'évolution de g en fonction de la contrainte seuil (Figure B. 31) retraduit les observations de la Figure B. 29.

$$I_{gc} = \frac{2c}{g_1 + g_2} \tag{B. 26}$$

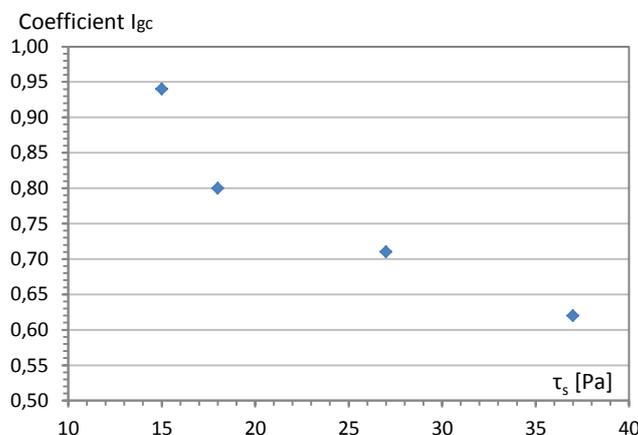


Figure B. 31. Evolution du coefficient I_{gc} en fonction de la contrainte seuil τ_s .

B.5 Conclusion

Les 6 molécules tensioactives retenues dans le cadre de cette étude sont caractérisées grâce à deux approches complémentaires. Dans un premier temps, la capacité de ces molécules à faire chuter la tension de surface est évaluée grâce à un essai au tensiomètre. Cet essai a également mis en évidence, pour certaines molécules tensioactives, une CMC. Au regard de cet essai, l'Hostapur OSB, le CTAB et le Cetrimide présentent un comportement similaires. Le Microair abaisse fortement la tension de surface à contrario du Neopor.

Le pouvoir moussant de ces molécules est ensuite analysé. L'Hostapur OSB semble être le tensioactif le plus performant suivi par le Neopor, ce qui peut paraître surprenant au regard de sa faible capacité à abaisser la tension de surface. Le Cetrimide et le CTAB présentent un comportement intermédiaire tandis que le Microair et l'AER Sika présentent un faible pouvoir moussant.

Ces différents constats pourront être ré-analysés au regard des essais de fabrication de mousses minérales. Les performances de ces produits identifiées dans l'eau peuvent en effet se voir largement modifiées dans les suspensions très concentrées.

Les conditions de formation, de croissance, de stabilité et l'évolution de la forme des bulles dans un fluide à seuil partiellement représentatif d'une suspension minérale sont assez différentes de celles attendues dans un fluide newtonien. L'utilisation d'un fluide à seuil modèle, transparent montre que :

- L'introduction d'un tensioactif induit une réduction de la contrainte seuil, mais est favorable à la stabilité de la membrane entre deux bulles en contact.
- Le dosage en tensioactif est un paramètre important pour la stabilité d'une interface entre deux bulles en contact. Le risque de coalescence peut être maîtrisé.
- Une contrainte seuil élevée favorise la production de bulles sphériques et la conservation de cette sphéricité dans une gamme de volume étendue.
- La stabilité des bulles injectées dans un fluide à seuil se traduit par une forte anisotropie de la croissance des bulles avant leur remontée sous l'effet de la poussée d'Archimède.
- La présence d'un seuil de cisaillement dans le fluide environnant la bulle affecte la distribution des pressions au voisinage de la bulle. Pour écrire correctement les relations de pression, il convient donc de tenir compte des effets d'une zone plastifiée se formant autour de la bulle en cours d'expansion qui vient se cumuler aux effets de la tension de surface déjà pris en compte dans l'équation de Laplace. Une forme approchée de cette relation modifiée est proposée.
- Le contact entre deux bulles au sein d'un fluide à seuil présente des spécificités intéressantes. La coalescence est largement différente de celle constatée au sein d'un fluide newtonien. La présence du seuil conduit à la conservation, au moins partielle, de la forme des bulles entrant en contact.

Ces différents aspects sont à garder à l'esprit pour interpréter la morphologie interne des mousses minérales pour lesquelles, la structure de la mousse « liquide » générée à l'état frais sera figée par l'augmentation du seuil de cisaillement lors de la prise et du durcissement.

PARTIE C : Formulation et caractérisation des mousses minérales

C.1 Introduction

Six molécules tensioactives sont analysées dans la partie B. Certaines d'entre elles montrent de bonnes aptitudes à réduire la tension de surface d'une solution aqueuse. Les essais de moussabilité permettent d'évaluer leur pouvoir moussant. Ces propriétés permettent de distinguer différents groupes de tensioactifs. Lors de la conception d'une mousse minérale, les tensioactifs sont mis en contact avec une grande variété d'espèces chimiques, non présentes en solution aqueuse. De plus, le comportement rhéologique particulier d'une suspension concentrée doit sensiblement modifier les conditions de formation de mousse minérale stable jusqu'à la prise. Les travaux réalisés sur le Carbopol® dans la partie B permettent de comprendre le comportement d'une bulle au sein de tel fluide. Les interactions intervenant lors du contact entre deux bulles ainsi que le rôle du tensioactif ont également été mis en évidence. L'ensemble de ces précédents travaux permet de guider la réalisation des mousses minérales.

Dans cette partie du mémoire, les différents matériaux utilisés pour réaliser les mousses minérales sont tout d'abord présentés. Les différents liants minéraux utilisés sont caractérisés par une prise hydraulique rapide, nécessaire aux procédés de fabrication choisis : un sulfate de calcium particulier, le Kerysten® couplé à du ciment Portland ou du ciment Prompt. La fabrication des mousses minérales repose sur l'utilisation de deux méthodes de moussage traditionnelles (méthode par mousse préformée et par malaxage simple) et d'une méthode innovante, la méthode dissociée. Les grands principes de ces méthodes sont présentés. Les dispositifs expérimentaux permettant la caractérisation des propriétés des échantillons tout au long de la fabrication sont ensuite introduits : Contrôle à l'état frais (densité, rhéologie...) puis à l'état durci (masse volumique, conductivité thermique, résistance à la compression, modules d'Young mécanique et acoustiques).

L'analyse des performances des mousses minérales est ensuite abordée. Ces résultats permettent notamment d'établir un lien entre l'aptitude des tensioactifs à former des mousses aqueuses et des mousses minérales. Les essais physiques, acoustiques, thermiques et mécaniques réalisés permettent de vérifier si les formulations et les procédés choisis permettent d'atteindre les objectifs fixés dans la Partie A. Pour rappel, une masse volumique maximale de 600 kg/m^3 est considérée, une conductivité thermique maximale de $0,2 \text{ W/(m.K)}$ est fixée et une résistance mécanique minimale de 2 MPa est attendue. Une étude visuelle de l'influence des tensioactifs sur la structure des mousses durcies permet de confirmer l'influence du réseau poreux sur les performances mécaniques. Enfin, une analyse à une échelle plus fine, réalisée au MEB, permet d'étudier les interactions entre les tensioactifs et les conditions d'hydratation du sulfate de calcium et du ciment.

C.2 Matériaux et méthodes

C.2.1 Matériaux

C.2.1.1 Sulfate de calcium : Kerysten®

Le Kerysten® est un sulfate de calcium anhydre sous la forme β anhydrite III' ($\text{CaSO}_4 \cdot \varepsilon \text{H}_2\text{O}$). Le sulfate de calcium est présent dans la nature sous sa forme hydratée, le gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Il existe de nombreuses applications pour ce produit dans le bâtiment, enduit (plâtre), isolation thermique, protection au feu [138], chape, cloison... Le gypse est présent abondamment à l'état naturel, expliquant son utilisation ancienne dans le bâtiment. Le gypse peut cristalliser sous des formes diverses en fonction des conditions externes. Dans le cas du Kerysten®, la déshydratation est réalisée à pression atmosphérique. La déshydratation se fait selon la voie β : un chauffage à 110-120°C à pression atmosphérique transforme le gypse en hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$). L'hémihydrate est un sulfate de calcium métastable qui a la particularité d'être stable à température ambiante en atmosphère sèche, sinon il s'hydrate en gypse. L'augmentation de la température à 170°C transforme l'hémihydrate en anhydrite γ ($\text{CaSO}_4 \cdot \varepsilon \text{H}_2\text{O}$) dans lequel il peut subsister de l'eau en très faible quantité. Enfin, entre 300 et 350°C, l'anhydrite γ soluble se transforme en anhydrite β . L'anhydrite β est une phase du sulfate de calcium anhydre. C'est aussi une phase métastable, puisqu'à température ambiante, elle s'hydrate en hémihydrate en présence d'humidité avec une cinétique rapide. Les différentes phases du sulfate de calcium sont présentées dans la Figure C. 1. La déshydratation du gypse peut également être réalisée à plus forte pression. Ce processus (déshydratation par voie α) est détaillé par Aranda [139].

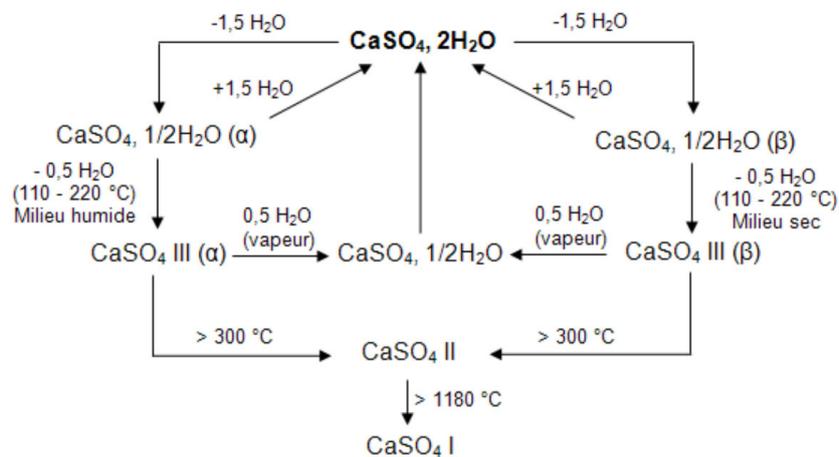


Figure C. 1. Réactions chimiques au sein de la branche β du système $\text{CaSO}_4 - \text{H}_2\text{O}$ [139].

Des techniques industrielles permettent également de synthétiser du sulfate de calcium depuis le milieu du XX^{ème} siècle. Les gypses synthétiques proviennent généralement des sous-produits de fabrications industrielles ou résultent du traitement d'effluents contenant de l'acide sulfurique (H_2SO_4). Les sources de production de gypses synthétiques sont majoritairement les fabrications d'acides : acide phosphorique (phosphogypse), acide fluorhydrique (fluorogypse), acide borique (borogypse), acides organiques.

Le sulfate de calcium utilisé dans cette étude diffère des sulfates de calcium commerciaux en raison d'une technique de déshydratation particulière mise en place par l'entreprise K&Co® grâce à un four flash. Ce procédé innovant a abouti au dépôt d'un brevet [140]. La cuisson permet de produire du sulfate de calcium à granulométrie très fine, les grains ont une taille

moyenne d'environ 20 μm . Les techniques classiques de cuisson aboutissent à des grains de taille comprise entre 100 et 2000 μm . Le fabricant fourni les données suivantes : masse volumique = 2600 kg/m^3 , surface spécifique = 3756 cm^2/g . Les plâtres commerciaux ont généralement une surface spécifique aux alentours de 3000 cm^2/g .

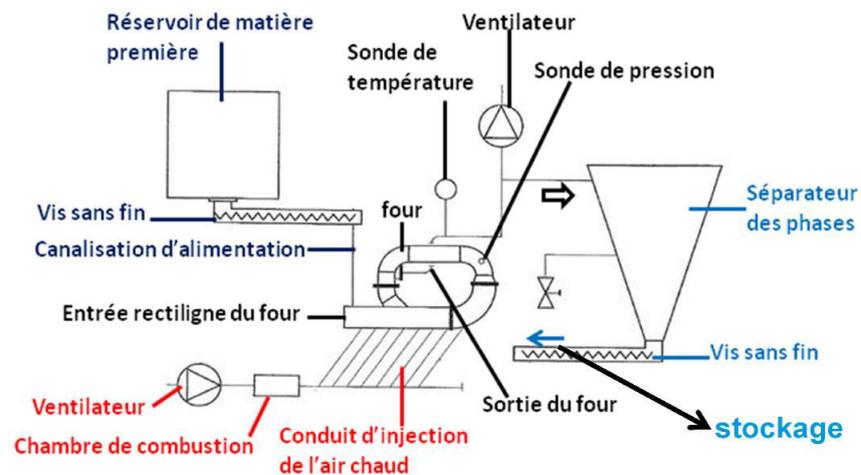


Figure C. 2. Schéma de principe du four flash [126]

Le schéma de principe du fonctionnement du four flash est présenté Figure C. 2. Le gypse synthétique est inséré dans le four et rapidement calciné par de l'air chaud (495°C) circulant à une vitesse de $9 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ dans le four toroïdal placé en dépression. Le matériau calciné est entraîné par l'air chaud dans le tore. La couche externe des grains est rapidement déshydratée contrairement au centre. Ceci crée une différence de pression entre les différentes couches du grain conduisant à son éclatement. Le phénomène est favorisé par la dépression ($0,1 P_{\text{atm}}$) régnant dans le tore. La granulométrie diminue rapidement pendant que la surface spécifique augmente. Ce procédé présente l'avantage de réaliser successivement le séchage des grains, la calcination de la matière première et la micronisation des grains.

Comparativement aux méthodes de calcination classique, cette technique présente de nombreux avantages :

- Faible encombrement du four.
- Pouvoir d'échange thermique bien supérieur (matière première en suspension dans l'air chaud).
- Faible inertie thermique.
- Faible temps de séjour du matériau dans le foyer (moins d'une minute).
- Température de calcination plus faible.

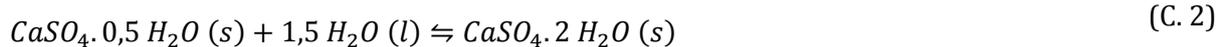
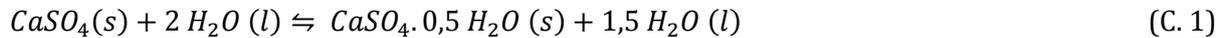
Ce procédé permet de produire par voie sèche un sulfate de calcium très réactif en raison de sa grande surface spécifique. Le procédé est peu énergivore et se base sur l'utilisation de gypse naturel, désignant le Kerysten® comme un liant relativement écologique.

Des analyses DTX et ATG/FX réalisées par Aranda [139] permettent de déterminer la composition exacte du Kerysten® :

Tableau C. 1. Composition minéralogique du Kerysten® [139].

Eléments	Pourcentage massique
Hémihydrate	75,7
Anhydrite β III'	21,7
Carbonate de calcium	2,6

Le Kerysten® est principalement composé d'hémihydrate et d'anhydrite β III'. Le Kerysten® contient également une faible quantité de carbonate de calcium (CaCO_3). L'hydratation s'effectue en deux étapes. La première, très rapide, correspond à la transformation de l'anhydrite III' en hémihydrate et à la solubilisation de l'hémihydrate (équation (C. 1)). La seconde, plus longue correspond à l'hydratation progressive de l'hémihydrate (équation (C. 2)). Au cours de cette étape, la suspension minérale voit son seuil de mise en écoulement augmenter progressivement jusqu'à la prise (typiquement de 3 minutes). Celle-ci intervient après une période dite de latence où les propriétés macroscopiques de la suspension minérale n'évoluent pas.



C.2.1.2 Ciment Portland

Du ciment Portland (Durabat X-trem CEM 1 52,5 N – SR 5 CE PM-CP2 NF Lafarge, usine Le Teil) est utilisé en couplage avec le Kerysten® à une teneur limitée à 10 %, afin de ne pas contribuer à l'utilisation massive de ciment (décrite dans la partie A). Le ciment Portland CEM I 52,5 N utilisé est un ciment composé de 97% de clinker. Le clinker Portland est obtenu par calcination d'un mélange, fixé avec précision, de matières premières (farine crue) contenant des éléments couramment exprimés en oxydes CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , MgO et de petites quantités d'autres matières. Le clinker contient au moins deux tiers de silicates de calcium ($3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ et $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$), la partie restante étant constituée de phases contenant de l'aluminium, du fer, ainsi que d'autres composants.

L'hydratation du ciment est un phénomène complexe se déroulant en plusieurs étapes principales :

- Adsorption : fixation de l'eau sur la surface des grains.
- Hydrolyse : Décomposition des parties solides.
- Dissolution rapide des phases anhydres du clinker (L'eau de gâchage est sous-saturée vis-à-vis des phases anhydres du clinker, qui se dissolvent).
- Obtention d'une solution sursaturée vis-à-vis de phases hydratées. Avec la dissolution des composés anhydres, l'eau de gâchage devient riche en calcium, silicium, sulfates, aluminium et alcalins. Le seuil de saturation des phases hydratées est atteint.
- Cristallisation progressive des minéraux.

C.2.1.3 Ciment Prompt

Une vingtaine de mousses minérales ont été réalisées avec un autre liant, du ciment Prompt, un liant à prise et durcissement rapides (jusqu'à moins de 3 minutes selon le dosage en eau). Ce ciment est obtenu par cuisson d'un calcaire très argileux (entre 500°C et 1200°C) conduisant essentiellement à la formation de $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (ciment dit bélitique) Il est caractérisé par un temps de prise beaucoup plus court que le ciment Portland. En revanche, ses performances mécaniques sont moins bonnes, NF P15-134 [141].

C.2.1.4 Adjuvants

Afin de maîtriser l'ouvrabilité et le temps de prise des liants étudiés, des adjuvants complémentaires sont ajoutés aux suspensions minérales. Selon la norme NF EN 934-2 [142], un adjuvant est un « produit incorporé au moment du malaxage du béton ou mortier à une dose inférieure ou égale à 5 % en masse de la teneur en ciment du béton ou mortier, pour modifier les propriétés du mélange à l'état frais et/ou durci ».

Chaque adjuvant est défini par une fonction principale, caractérisée par la ou les modifications majeures qu'il apporte aux propriétés des bétons, des mortiers ou des coulis, à l'état frais ou durci. L'efficacité de la fonction principale de chaque adjuvant peut varier en fonction de son dosage et des différents composants du béton. Les adjuvants sont classés en différentes catégories, en fonction de leur fonction principale :

- Les superplastifiants
- Les accélérateurs de prise
- Les retardateurs de prise
- Les tensioactifs
- Les hydrofuges de masse
- ...

Un adjuvant présente généralement une ou plusieurs fonctions secondaires qui sont le plus souvent indépendantes de la fonction principale. Les suspensions minérales contiennent généralement plusieurs adjuvants pouvant interagir entre eux.

Pour la réalisation des mousses minérales, l'utilisation de 3 adjuvants a été nécessaire :

- Superplastifiant - SP20 (K&Co®) : Le taux de gâchage des mélanges étant relativement bas, le superplastifiant permet d'avoir une bonne fluidité de pâte fraîche.
- Retardateur de prise - Retardan P (Tricosal®) : La grande surface spécifique du Kerysten® le rend très réactif, sa prise est trop rapide.
- Tensioactifs : Les 6 tensioactifs utilisés ont été présentés dans la partie B.3.1.2. La présence de molécules tensioactives est nécessaire au maintien de la structure des mousses jusqu'à la prise.

Il existe de très nombreux superplastifiants ayant des actions diverses sur les contacts entre grains. Néanmoins le principe de fonctionnement général est commun [133]. Les molécules de superplastifiant sont munies de sites qui vont s'adsorber à la surface des grains. La longue molécule de superplastifiant présente d'autres sites chargés. Des répulsions électrostatiques apparaissent entre les molécules adsorbées et maintiennent les grains à distance ce qui améliore la fluidité du mélange potentiellement très concentré [143]. Le superplastifiant utilisé est le SP20 (K&Co®). Il contient 75 % de polycarboxylate et 25 % de chaux. Il est possible que le superplastifiant joue également le rôle de tensioactif ou que son interaction avec les autres molécules en annule les effets [133]. Le SP20 est réputé entraîneur d'air par son producteur.

Le retardateur de prise agit sur la solubilité des différents constituants anhydres en se précipitant sur les surfaces des grains (ciment ou Kerysten®). Le mouillage des grains est modifié par un voile protecteur qui se crée autour des grains. La dissolution est plus lente, le début de la prise est décalé. Le retard sera d'autant plus grand que la quantité de retardateur est élevée. Le retardateur de prise utilisé est du Retardan P (Tricosal®), la poudre est pure (sel de calcium de N-polyoxyméthylène-amino acide). Des essais préliminaires sont menés afin de déterminer le dosage optimal en retardan P® permettant la réalisation des mousses minérales.

Les méthodes de fabrication (mousse préformée, malaxage simple et dissociée) sont présentées dans la partie C.2.2. Ces méthodes requièrent un temps de procédé de quelques minutes après la réalisation de la pâte. Un temps de début de prise minimal de 7 minutes est nécessaire.

Les dosages en fluidifiant, en retardateur de prise et en tensioactif utilisés dans chaque mousse sont présentés dans le Tableau C. 5 pour les mousses de ciment Prompt (méthode dissociée), puis pour les mousses de Kerysten® dans le Tableau C. 6 (mousse préformée), dans le Tableau C. 8 (méthode par malaxage simple et méthode dissociée).

C.2.1.5 Plâtre à mouler et billes de polystyrène

Afin de créer des échantillons modèles présentant des occlusions de granulométrie contrôlée, des billes de polystyrène de tailles connues sont insérées dans une suspension de sulfate de calcium (plâtre à mouler hémihydrate β - Carcar - Espagne). Ce plâtre commercial est composé à 85 % d'hémihydrate et 15 % de calcaire. Ce plâtre, permettant de réaliser des pâtes moins fluides que le Kerysten®, est préféré pour réaliser les suspensions modèles. Les billes de polystyrène sont moins sensibles à la poussée d'Archimède dans ces matrices moins fluides.

Les billes de polystyrène utilisées sont disponibles en grande distribution. Elles sont semblables aux billes de polystyrène présentées dans la partie A.5.1.1.4. Un tamisage a été réalisé pour classer ces billes en 4 catégories. Pour chaque classe granulaire, 400 billes sont pesées afin de déterminer la masse volumique des billes. Le volume est déterminé à partir du rayon moyen de la classe granulaire considérée.

Tableau C. 2. Dimensions des billes appartenant aux différentes classes granulaires.

	Billes 34	Billes 35	Billes 36	Billes 37
r_{mini} [mm]	1	1,25	1,575	2
r_{maxi} [mm]	1,25	1,375	2	2,5
r_{moyen} [mm]	1,11	1,41	1,89	2,25
ρ_{bille} [kg/m ³]	54,5	50,2	32,0	25,9

C.2.2 Méthodes, procédés de moussage et caractérisations

Les deux techniques de moussage les plus fréquemment employées pour la fabrication de mousses minérales ont été détaillées dans la partie A (moussage chimique, moussage mécanique). Ces techniques présentent chacune leurs avantages et leurs inconvénients. Dans cette étude, trois méthodes mécaniques, sont utilisées : la méthode par mousse préformée, par malaxage simple et la méthode dissociée.

C.2.2.1 Méthode par mousse préformée

Les cas étudiés correspondent uniquement à des mousses de Kerysten®. Une mousse aqueuse est préalablement fabriquée en incorporant le tensioactif considéré dans 100 ml d'eau. La mousse aqueuse est alors fabriquée grâce à un batteur (type batteur de cuisine). Une suspension minérale (Kerysten® + ciment Portland + 175 ml d'eau) est ensuite fabriquée grâce au malaxage simple de l'ensemble des constituants pendant 2 minutes dans un malaxeur à mortier classique. La mousse aqueuse est ensuite progressivement incorporée dans la suspension minérale et fortement malaxée grâce au batteur de cuisine. Le fort dosage en tensioactif permet de conserver une quantité d'air importante dans la suspension. La pâte aérée est ensuite coulée dans des moules cylindriques de 80 mm de diamètre. Les mousses produites avec cette méthode sont appelées KMP. Cette technique est couramment utilisée dans la littérature [23,45,55,61,65,67,71,81,84,144].

C.2.2.2 Méthode par malaxage simple

Une dizaine de mousses sont également fabriquées à l'aide d'un malaxage simple d'une suspension contenant principalement du Kerysten®. L'ensemble des éléments solides (Kerysten®, ciment, superplastifiant, retardateur de prise, tensioactif) est malaxé pendant 2 minutes afin d'obtenir une pâte homogène (le protocole expérimental diffère légèrement si le tensioactif est en solution, il est alors dilué dans l'eau de gâchage). La totalité de l'eau est ajoutée en 10 secondes. Le malaxage à vitesse lente se poursuit pendant 20 secondes, soit 30 secondes au total après le début de l'ajout de l'eau. La vitesse du malaxeur est ensuite augmentée et le malaxage rapide est maintenu pendant 1 minute 30. Ce malaxage permet d'introduire une quantité d'air plus ou moins importante au sein de la suspension. La suspension aérée est ensuite coulée dans des moules cylindriques. La technique de fabrication est similaire à la technique par malaxage rapide développée dans la bibliographie, partie A.5.1.2 bien que la vitesse de rotation du malaxeur soit assez faible. Les mousses produites avec cette méthode sont appelées KMS.

C.2.2.3 Méthode dissociée

Une méthode de fabrication alternative a été développée au LGCGM, la méthode dissociée. La grande majorité des mousses minérales de cette étude sont produites avec cette technique. Par souci de confidentialité, cette méthode ne sera pas précisément décrite. Les grands principes de fabrication ainsi que la composition des gâchées sont néanmoins révélés.

La fabrication débute par la production d'une suspension minérale. Le procédé employé est le même que celui développé pour la méthode par malaxage simple dans le paragraphe précédent. Cependant, pour une suspension très concentrée, le malaxage simple peut ne pas être suffisant pour entraîner une quantité d'air importante dans la suspension. La méthode dissociée permet, en rajoutant une phase de moussage, d'augmenter la quantité d'air introduit dans la pâte et ainsi permettre d'augmenter la porosité des mousses. Cette fabrication, en deux temps, justifie le nom donné à cette méthode. Les mousses produites avec cette méthode sont appelées Kdis.

Après fabrication de la pâte aérée, elle subit le moussage particulier propre à la méthode dissociée et est mise en moules dans des cylindres de 80 mm de diamètre. Le contrôle du moussage permet de cibler la masse volumique de la mousse formée avec une précision satisfaisante, garantissant une répétabilité de production. Bien que la méthode ne soit pas détaillée, il faut noter que l'ensemble des opérations est réalisé :

- À température ambiante,
- Sans dégagement de CO₂,
- À l'aide d'une pâte très fluide,
- Avec un dosage en tensioactif faible ($d < 0,2 \%$),
- Avec un temps de prise rapide (< 10 minutes).

L'ensemble de ces conditions de fabrication rend la production peu énergivore et moins impactante pour l'environnement que les deux principales méthodes présentées dans la partie A.5.2.1. (moussage chimique et moussage mécanique). Le caractère écologique est fortement renforcé par l'utilisation du Kerysten®, un matériau dont la production est beaucoup moins énergivore qu'un ciment ordinaire, car réalisée grâce un four flash peu énergivore.

C.2.2.4 Production des échantillons

Quelle que soit la méthode, les échantillons produits sont rapidement démoulés (environ 20 minutes après le début de la fabrication). Leur hauteur est généralement voisine de 220 mm. Dans quelques cas, les échantillons présentent des hauteurs plus faibles, jusqu'à 150 mm (mousse de ciment Prompt par exemple). Les échantillons sont ensuite conservés une semaine dans le laboratoire à température ambiante ($T = 20^{\circ}\text{C}$), pression atmosphérique et humidité relative moyenne ($\text{HR} \approx 60\text{-}70\%$). Ils sont ensuite placés dans une salle sèche ($T = 25^{\circ}\text{C}$, $\text{HR} \approx 50\%$).

Après un temps de conservation en salle sèche supérieur ou égal à un mois, la masse des échantillons est stabilisée. La partie centrale, plus homogène, est débitée grâce à une scie à ruban puis rectifiée pour obtenir des cylindres de 80 mm de hauteur. Les échantillons extraits présentent ainsi un élancement de 1. Cette préparation permet de s'affranchir des surfaces inférieures et supérieures des échantillons potentiellement affectées par le fond de moule ou l'interface avec l'air (surfaces plus fermées générant une zone de mousse plus hétérogène).

C.2.2.5 Masse volumique de pâte

La masse volumique de la pâte fraîche est mesurée immédiatement après la fin du procédé (malaxage ou moussage selon la méthode) par pesée d'un pot à densité. Ce pot cylindrique, de 250 ml, permet d'obtenir la masse volumique de la pâte fraîche notée $\rho_{\text{p\^ate}}$. L'erreur maximale de cette mesure est estimée à 3 % (erreur liée au remplissage : 0,5 mm d'erreur sur la hauteur du pot et à l'erreur de pesage).

C.2.2.6 Rhéométrie et étalement

La prise très rapide du Kerysten® ne permet pas de faire des essais aux rhéomètres (comme ceux réalisés avec le Carbopol®, cf. partie B). Un essai d'étalement, simple et rapide d'exécution, développé par Roussel et Coussot [145] permet de remonter à certaines propriétés rhéologiques du fluide tel que le seuil de mise en écoulement. La pâte est versée dans l'anneau, de volume V_{anneau} . Ce dernier est ensuite doucement levé pour laisser la pâte s'écouler librement. Au bout d'une minute environ, la galette atteint son rayon maximal $R_{\text{étal}}$.



Figure C. 3. Essai étalement : Anneau FLS (gauche) ; Galette de pâte à la fin de l'essai (droite)

Le seuil de mise en écoulement de la pâte est alors déduit du rayon de la galette $R_{\text{étal}}$, de la masse volumique de la pâte fraîche $\rho_{\text{fra\^iche}}$ et du volume de pâte V_{anneau} , grâce à l'équation (C. 3) :

$$\tau_s = \frac{225\rho_{\text{p\^ate}}g}{128\pi^2R_{\text{étal}}^5}V_{\text{anneau}}^2 \quad (\text{C. 3})$$

Cet essai permet, sous certaines conditions, d'observer le phénomène de démixtion. Ce phénomène sera détaillé dans la partie C.6.2.4.

C.2.2.7 Porosité

La masse volumique apparente des échantillons de mousse minérale durcie est déterminée sur la zone centrale des échantillons débités ($H = 80 \text{ mm}$, $D = 80 \text{ mm}$). Le rapport entre la masse et le volume de ce cylindre permet de trouver la masse volumique apparente ρ des échantillons. Une erreur sur la masse, mais surtout sur le volume des échantillons est possible. L'erreur maximale sur la mesure de masse volumique est estimée à 4 %.

La porosité Φ correspondant au pourcentage de vide dans les échantillons dépend du rapport entre la masse volumique apparente ρ et la masse volumique réelle de la matrice ρ_r selon l'équation (C. 4) :

$$\Phi = 100 \left(1 - \frac{\rho}{\rho_r} \right) \quad (\text{C. 4})$$

La principale difficulté est de déterminer la masse volumique de la matrice ρ_r . En effet, le procédé de fabrication conduit à l'entraînement mécanique d'une petite quantité d'air, même en absence de tensioactifs. Cette masse volumique réelle est mesurée à l'aide d'un pycnomètre sur la matrice solide réduite en poudre.

C.2.2.8 Essai thermique

La conductivité thermique des échantillons est déterminée grâce à la technique du fil chaud et l'appareil CTmetre (CSTB® - Figure C. 4 (gauche)). Pour la méthode du fil chaud, la source de chaleur se présente comme une source linéaire, infiniment longue, ayant une capacité thermique nulle et une conductivité thermique infinie. Elle correspond à l'élément linéique central de la Figure C. 4 (droite). Cette source idéale est placée entre deux faces isothermes préalablement rectifiées de l'échantillon à analyser. La perturbation thermique vient imposer un flux de chaleur linéique constant, la durée choisie est de 2 minutes.

La conductivité thermique de l'échantillon est obtenue en traçant la variation de température du fil chaud en fonction du logarithme népérien du temps. La courbe est une droite dont la pente donne accès à la conductivité thermique. Les essais sont réalisés sur des échantillons conservés à température et hygrométrie ambiantes. Les valeurs de conductivité sont donc surestimées (cf. partie A.5.1.3). En effet, les valeurs de conductivité sont traditionnellement établies pour une hygrométrie nulle. C'est le cas pour l'ensemble des données de la Figure C. 54.

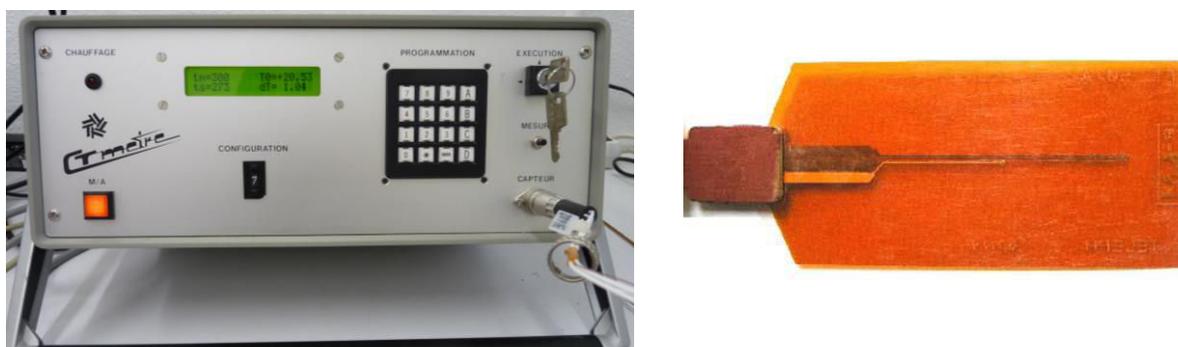


Figure C. 4. Méthode du fil chaud : Appareil CTmetre (gauche) [146]; sonde (droite).

C.2.2.9 Essais mécaniques

Afin de déterminer la résistance mécanique en compression R_c et le module d'Young E , une presse Instron® est utilisée (Figure C. 5 - gauche). Sans évaluation de la déformation propre du montage, il est difficile d'évaluer correctement le module d'Young du matériau testé. Des essais préliminaires sans prise en compte de ce phénomène fournissent des valeurs de module d'Young incohérentes, les valeurs obtenues étant très largement inférieures aux valeurs attendues. La déformation enregistrée par la presse correspond à la somme des déformations de la mousse et de la presse. Afin de connaître la déformation s'appliquant aux mousses, un essai à vide est réalisé afin de déterminer le comportement mécanique en chargement de la presse (compression sans matériau - Figure C. 5 - centre).



Figure C. 5. Presse Instron® (gauche) ; Essai à vide (centre) ; Essai de mousse en compression (droite).

L'essai à vide est réalisé dans le domaine élastique en supposant la mise en place d'un cylindre de diamètre $D = 80$ mm et de hauteur $H = 80$ mm. Le calcul de la contrainte est le même que si une mousse avait été mise en place. Cet essai permet de déterminer la relation entre la force appliquée (ou la contrainte σ) et la déformation de la presse ε_p pendant l'augmentation de la contrainte (Figure C. 6 – courbe bleue).

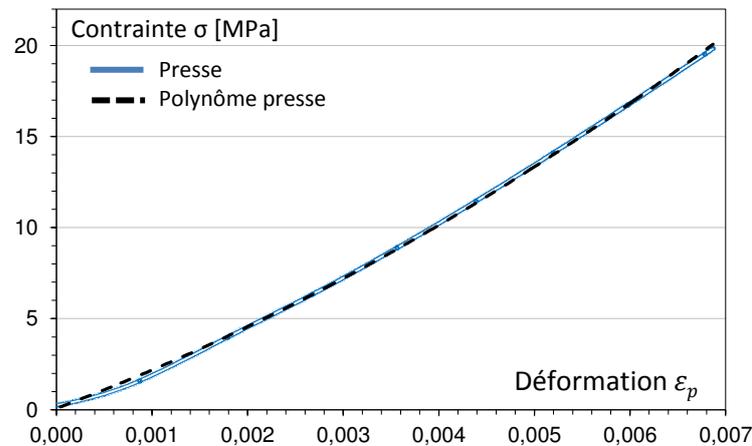


Figure C. 6. Essai à vide.

La relation entre contrainte σ et déformation de la presse ε_p lors de la phase de charge est modélisée par le polynôme d'ordre 2 suivant (Figure C. 6 – courbe en pointillés):

$$\varepsilon_p = -5,8 \times 10^{-6} \sigma^2 + 4,6 \times 10^{-4} \sigma \quad (C. 5)$$

La déformation de la mousse ε est obtenue en soustrayant la déformation de la presse de l'essai à vide ε_p à la déformation mesurée lors de l'essai $\varepsilon_{mesurée}$:

$$\varepsilon = \varepsilon_{mesurée} - \varepsilon_p \quad (C. 6)$$

Cette correction est d'autant plus grande que l'échantillon testé possède un grand module d'Young. En effet, lors de l'essai de compression d'un échantillon avec un module d'Young important, les déformations induites dans la presse seront élevées, induisant une correction plus forte (Figure C. 7).

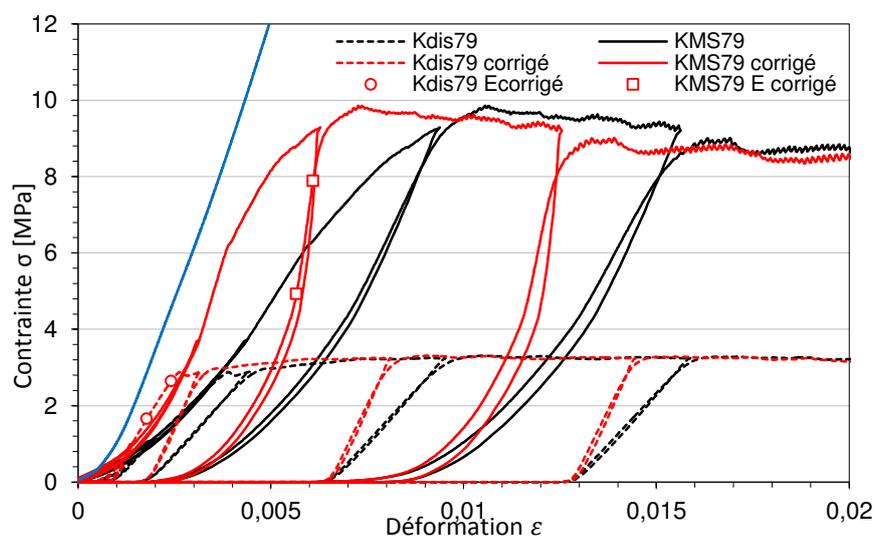


Figure C. 7. Correction du module d'Young de la mousse Kdis79 et de l'échantillon KMS79.

La Figure C. 7 montre l'importance de la correction sur deux échantillons de densités différentes issus d'une même pâte (CTAB – d = 0,0125 %). La mousse KMS79 est fabriquée par malaxage simple tandis que la Kdis79 subit la phase de moussage de la méthode dissociée ce qui entraîne une diminution de sa masse volumique (développé dans la partie C.6.3). La correction appliquée à la mousse la plus légère Kdis79 ($\rho = 563 \text{ kg/m}^3$) voit son module d'Young passer de 1053 à 1961 MPa. Dans le cas de l'échantillon beaucoup plus dense KMS79 ($\rho = 1258 \text{ kg/m}^3$), la correction entraîne une multiplication par plus de 3 du module d'Young par rapport à la valeur non corrigée (cf. Tableau C. 3). Ces constatations montrent que la correction sur le calcul de la déformation est nécessaire.

Tableau C. 3. Correction du module d'Young des échantillons Kdis79 et KMS79

	Kdis79 ($\rho = 563 \text{ kg/m}^3$)	KMS79 ($\rho = 1258 \text{ kg/m}^3$)
E initial [MPa]	1053	2083
E corrigé [MPa]	1961	6798

Dans le cas des échantillons issus de la méthode par malaxage simple, certains mélanges présentent des modules d'Young beaucoup plus élevés pouvant dépasser 20 MPa. La correction polynomiale proposée précédemment n'est plus adaptée, car elle diverge rapidement pour des valeurs supérieures à 20 MPa. Une correction linéaire est préférée :

$$\varepsilon_p = 3,1 \times 10^{-4} \sigma \quad (C. 7)$$

L'ensemble des résultats obtenus sur les mousses est corrigé à l'aide de la correction polynomiale (C. 5), car aucune mousse ne dépasse les 20 MPa de résistances mécaniques. Le choix de la correction à utiliser dans le cas des échantillons obtenus par malaxage simple dépendra de leur résistance en compression R_c .

La presse Instron® est pilotée en déplacement suivant les cycles de charge/décharge présentés dans le Tableau C. 4. La résistance à la compression R_c correspond à la charge maximale avant la rupture de l'échantillon.

Tableau C. 4. Essais mécaniques. Cycles de charge/décharge.

Phase n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Déplacement en fin de phase [mm]	0,05	0	0,15	0	0,35	0	0,75	0	1,25	0	10	0
Vitesse [mm.s ⁻¹]	0,01	0,1	0,01	0,1	0,01	0,1	0,01	0,1	0,01	0,1	0,01	0,1

Le module d'Young E des échantillons est calculé entre deux points correspondants à 50 et 80 % de la résistance à la compression. C'est sur cette portion de la courbe que la relation entre contrainte et déformation est la plus linéaire. Le module d'Young est systématiquement calculé durant une phase de charge. De façon conventionnelle, la résistance R_c correspond au maximum de la courbe déformation – contrainte. Le comportement mécanique des échantillons dépend fortement de la masse volumique. Certains échantillons produits avec la méthode par malaxage simple présentent un comportement fragile, représentatif d'un grand nombre des matériaux couramment utilisés en génie civil (Figure C. 17 – gauche)). Les courbes enregistrées en présence de mousse présentent un comportement post pic caractérisé par une résistance résiduelle importante pour des déformations élevées (Figure C. 7 et Figure C. 17 - droite). Ce point ne sera pas particulièrement discuté dans la suite du mémoire, l'analyse restant essentiellement focalisée sur l'évolution de R_c . L'étude de l'évolution du comportement mécanique en fonction de la compacité de la mousse formée constitue toutefois une perspective intéressante de valorisation de la base de données expérimentale.

C.2.2.10 Essais acoustiques

L'essai mécanique décrit dans la partie précédente (C.2.2.9) entraîne la destruction des échantillons. Des essais non destructifs ont été développés ces dernières années pour contourner ce problème. Les essais acoustiques par exemple, consistent à étudier les conditions de propagation d'ultrasons dans un matériau afin d'en déduire leurs propriétés mécaniques. Les ultrasons sont des vibrations élastiques de fréquence f . L'onde ultrasonore est caractérisée par sa longueur d'onde λ_{onde} et sa célérité c telle que :

$$\lambda_{onde} = \frac{c}{f} \quad (C. 8)$$

Les trois types d'ondes principalement utilisés dans le contrôle non destructif sont :

- Onde longitudinale (ou de compression). Le déplacement des points du milieu de propagation s'effectue dans la même direction que celle de la propagation.
- Onde transversale (ou de cisaillement). Le déplacement des points du milieu s'effectue perpendiculairement à la direction de propagation.
- Onde de Rayleigh (ou de surface). L'onde se propage à la surface d'un matériau élastique (en général un solide), avec une amplitude qui décroît avec la profondeur.

Deux essais acoustiques différents sont utilisés : mesure du temps de propagation d'une onde (appareil Pundit®) et mesure de la fréquence de résonance (appareil Erudite®). Ces techniques sont généralement utilisées pour des matériaux plutôt denses et/ou homogènes.

Pour ces deux essais, l'utilisation de capteurs piézo-électriques est nécessaire. Ce capteur est un transducteur, il convertit une déformation mécanique en un signal électrique proportionnel à la valeur de la déformation. L'effet piézoélectrique est un effet réciproque : les substances piézoélectriques ont la propriété de se déformer sous l'action d'une polarisation électrique. Lorsque le contact à sec entre échantillon et capteur n'est pas suffisant pour transmettre les ultrasons, un agent de couplage est ajouté pour permettre une bonne transmission des ondes. Ces liquides présentent une forte viscosité. Leur utilisation est surtout nécessaire pour la transmission des ondes transversales.

Le premier essai consiste à relever la vitesse de propagation des ondes longitudinales et transversales. L'appareil utilisé est composé des deux capteurs piézoélectriques reliés au boîtier principal. Les piézoélectriques sont placés en vis-à-vis de l'échantillon (Figure C. 8). Le Pundit® est relié à l'ordinateur ce qui permet un affichage en temps réel du signal reçu.



Figure C. 8. Pundit®. Appareil de mesure de la vitesse des ultrasons

Les vitesses de propagation V_L et V_T sont reliées aux modules d'Young acoustique $E_{a,P}$ [Pa] et au coefficient de Poisson ν par les équations suivantes :

$$E_{a,P} = \rho \cdot V_T^2 \frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \quad (\text{C. 9})$$

$$\nu = \frac{1}{2} \frac{V_L^2 - 2V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \quad (\text{C. 10})$$

Dans la seconde expérience, l'objectif est d'obtenir la fréquence de résonance d'un matériau de longueur L et de masse volumique ρ . L'opérateur choisit une fréquence de départ et une fréquence d'arrivée. Le balayage en ces deux fréquences s'effectue avec un pas fréquentiel réglé manuellement par l'utilisateur. L'amplitude du signal entrant est également réglable (entre 0 et 2 V), les fréquences pouvant aller de 1 Hz à 100 000 Hz. Le piézoélectrique (situé à gauche sur la Figure C. 9 (gauche)) transforme la consigne électrique en mouvement mécanique qui est transmis via un contact ponctuel à l'échantillon. Au cours des différents essais, un problème de transmission du signal est apparu. Ce problème est supprimé en collant une pastille métallique (Figure C. 9 - droite) permettant d'avoir une bonne transmission entre la tige du piézoélectrique et l'échantillon à tester.

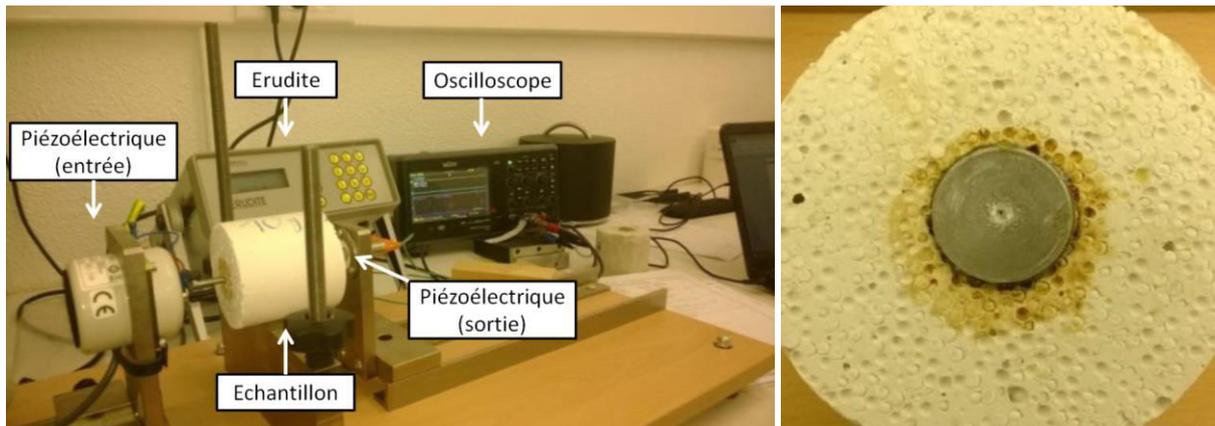


Figure C. 9. Erudite®. Appareil de mesure de la fréquence de résonance (gauche) ; pastille métallique (droite).

Le module d'Young acoustique $E_{a,E}$ [Pa] est relié à la fréquence de résonance f_r par l'équation (C. 11) suivante :

$$E_{a,E} = 4. \rho. f_r^2. L^2. 10^{-6} \quad (\text{C. 11})$$

C.2.2.11 Méthodes de visualisation

Trois modes de visualisation sont utilisés. Dans un premier temps, les visualisations de la structure des mousses sont obtenues à l'aide d'une caméra CCD ordinaire permettant un grossissement $\times 1000$. Cet outil est caractérisé par une profondeur de champ réduite pénalisant la qualité des images. Il a été préféré l'utilisation d'un scanner de bureau afin de réaliser des visualisations sur des coupes obtenues par usinage des échantillons. Cette méthode de numérisation peut, en fonction de la pixellisation choisie, être insuffisante pour analyser des détails trop fins.

Afin d'obtenir des informations sur la qualité du réseau cristallin des mousses minérales produites, des essais au microscope à balayage électronique (MEB) sont réalisés. Un des objectifs est de comprendre l'influence de la nature et du dosage en tensioactif sur l'hydratation du liant. Le microscope (Hitachi-TM1000) permet d'observer la topographie de la surface d'un échantillon massif, en donnant l'impression d'une vision en relief.

Le MEB se compose de plusieurs éléments distincts :

- La colonne électronique est composée d'un canon à électrons, de plusieurs lentilles électromagnétiques (« condenseurs »), d'un certain nombre de bobines électriques d'alignement et de réglage et d'un dispositif de balayage électronique du faisceau d'électrons. La source d'électrons est obtenue en chauffant un filament de Tungstène à environ 2800°C. Cette colonne est maintenue sous vide.
- Une chambre « objet », où est introduit l'échantillon.
- Un ensemble de détecteurs qui permet de recueillir toutes les émissions électroniques et électromagnétiques issues de l'objet à analyser.
- Un système de visualisation des images et d'exploitation des informations en provenance de l'échantillon.
- Un ensemble de pilotage et de contrôle informatique.

C.3 Mousse de ciment Prompt

Une première étude de mousses minérales est effectuée sur le ciment Prompt. Cette première étape permet de mettre en place la démarche de l'étude plus détaillée sur le Kerysten®.

C.3.1 Formulation et propriétés des suspensions concentrées

Une vingtaine de mousses (notées P01 à P20) sont fabriquées selon la méthode dissociée, à partir de ciment Prompt. La composition, identique pour toutes les gâchées (hormis la nature et le dosage en tensioactif), est détaillée dans le Tableau C. 5:

Tableau C. 5. Ciment Prompt : Composition des gâchées utilisées avec la méthode dissociée.

Constituants	Ciment Prompt	Eau	Superplastifiant	Retardateur de prise	Tensioactif
Masse [g]	1000	330	10	0	Nature et dosage variables

Les masses volumiques de pâte des mousses de ciment Prompt sont présentées en annexe. La masse volumique de la pâte est évaluée sur l'échantillon PMS00 : $\rho_{\text{pâte,PMS00}} = 1500 \pm 30 \text{ kg/m}^3$. Cette pâte est ferme et son étalement est faible. Le rayon de la galette n'atteint que 9,5 cm. Le seuil associé est évalué à 216 Pa d'après la formule proposée par Roussel [145].

C.3.2 Performances des mousses de ciment Prompt

Les résultats obtenus sur les échantillons de mousses de ciment Prompt sont confrontés aux objectifs fixés dans la partie A de faible densité ($\rho < 600 \text{ kg/m}^3$), de caractère isolant ($\lambda < 0,2 \text{ W/(m.K)}$) et de fonction partiellement porteuse ($R_c > 2 \text{ MPa}$). Tous les résultats sont synthétisés dans l'Annexe C.1.

C.3.2.1 Performances thermiques

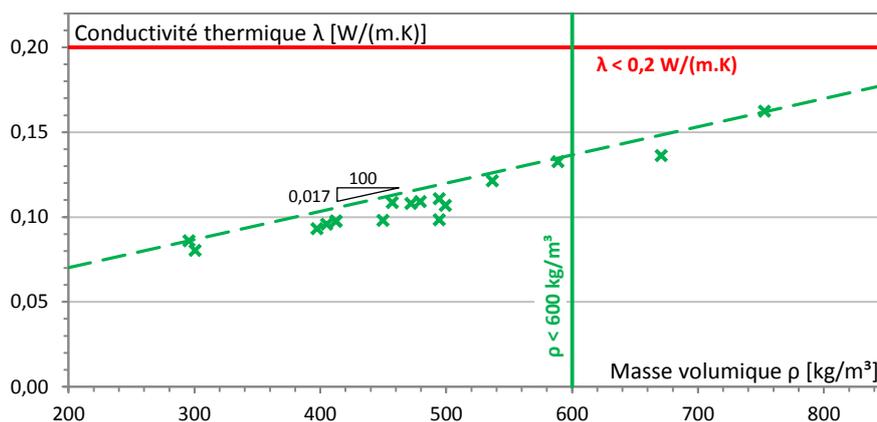


Figure C. 11. Conductivité thermique des mousses de ciment Prompt.

La Figure C. 11 révèle de bonnes aptitudes des mousses de ciment Prompt pour l'isolation. L'ensemble des mousses réalisées possède une conductivité thermique inférieure à la valeur maximale de conductivité thermique fixée. Une relation de proportionnalité reliant masse volumique et conductivité est décrite par l'équation (C. 12) :

$$\lambda = 1,7 \times 10^{-4} \rho + 0,037 \quad (\text{C. 12})$$

C.3.2.2 Performances mécaniques

La résistance en compression de l'échantillon PMS00 obtenu par malaxage simple, sans tensioactif est évaluée à 28 MPa, ce qui est assez faible comparativement à un ciment Portland. Les mousses de ciment Prompt présentent des résistances mécaniques faibles. La Figure C. 12 révèle qu'aucune mousse de ciment Prompt ne parvient à satisfaire le critère de résistance mécanique minimale de 2 MPa. La courbe en pointillés de la Figure C. 12 correspond à une résistance maximale atteignable (équation (C. 13)) :

$$R_{c,max} = 0,0026 \times \rho - 0,51 \quad (C. 13)$$

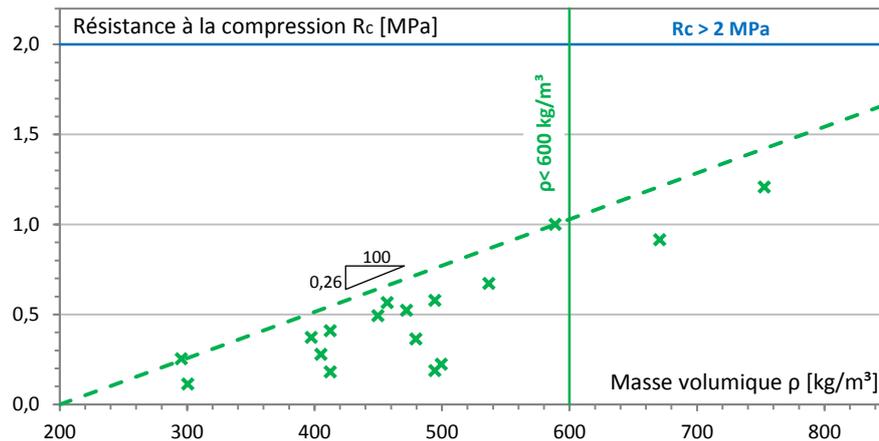


Figure C. 12. Résistance à la compression des mousses de ciment Prompt.

Les piètres performances mécaniques de ces mousses s'expliquent probablement par de mauvaises conditions de conservation. Après fabrication, les mousses sont laissées à l'air ambiant. Ces conditions de stockage entraînent une évaporation rapide de l'eau et une mauvaise hydratation du ciment. La structure porale aérée accélère fortement ce phénomène de séchage. Ainsi, une conservation dans une atmosphère plus humide aurait probablement abouti à une forte augmentation de la résistance mécanique des mousses de ciment Prompt.

C.4 Mousse de Kerysten® : méthode par mousse préformée

C.4.1 Formulation

Dans le cas de la méthode par mousse préformée. Une mousse aqueuse est tout d'abord fabriquée puis ajoutée à la suspension minérale qui a été préparée en parallèle. La composition d'une gâchée type est donnée dans le Tableau C. 6. Les échantillons de mousse ainsi obtenus sont notés KMP01 à KMP09. L'ensemble des compositions et performances associées est référencé dans l'annexe C.1.

Tableau C. 6. Mousse préformée : composition des gâchées

Constituants	Kerysten®	Ciment Portland	Eau	Superplastifiant	Retardateur de prise	Tensioactif
Masse [g]	450	50	175 + 100	3	0,03	Nature et dosage variable

C.4.2 Performances thermomécaniques des mousses minérales durcies

Une dizaine de mousses sont fabriquées à l'aide de la méthode par mousse préformée (présentée dans la partie C.C.2.2.1). Leurs propriétés thermomécaniques sont synthétisées dans le Tableau C. 7. La fabrication de ces mousses n'est possible qu'en présence d'un taux de gâchage élevé et un dosage en tensioactif important.

Tableau C. 7. Mousse préformée : Effet du tensioactif sur les propriétés thermomécaniques.

	KMP01	KMP02	KMP03	KMP04	KMP05	KMP06	KMP07	KMP08	KMP09
Tensioactif	Hostapur	Hostapur	Hostapur	Hostapur	Cetrimide	Cetrimide	Neopor	Neopor	Neopor
d [%]	0,012	0,012	0,012	0,012	0,05	0,10	0,48	0,48	0,48
ρ [kg/m ³]	745	667	595	560	819	763	382	417	512
λ [W/(m.K)]	0,22	0,21	0,19	0,16	0,26	0,25	0,09	0,09	0,12
R _c [MPa]	3,22	2,81	2,70	1,53	4,89	3,66	0,10	0,16	0,41
E [MPa]	1659	1517	810	1063	578	290	514	131	369

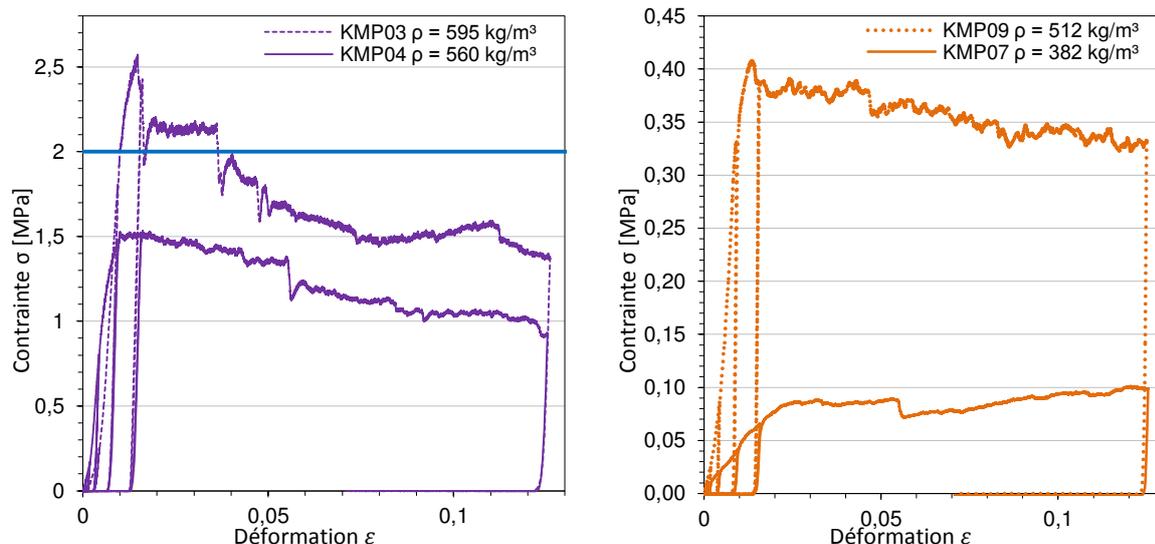
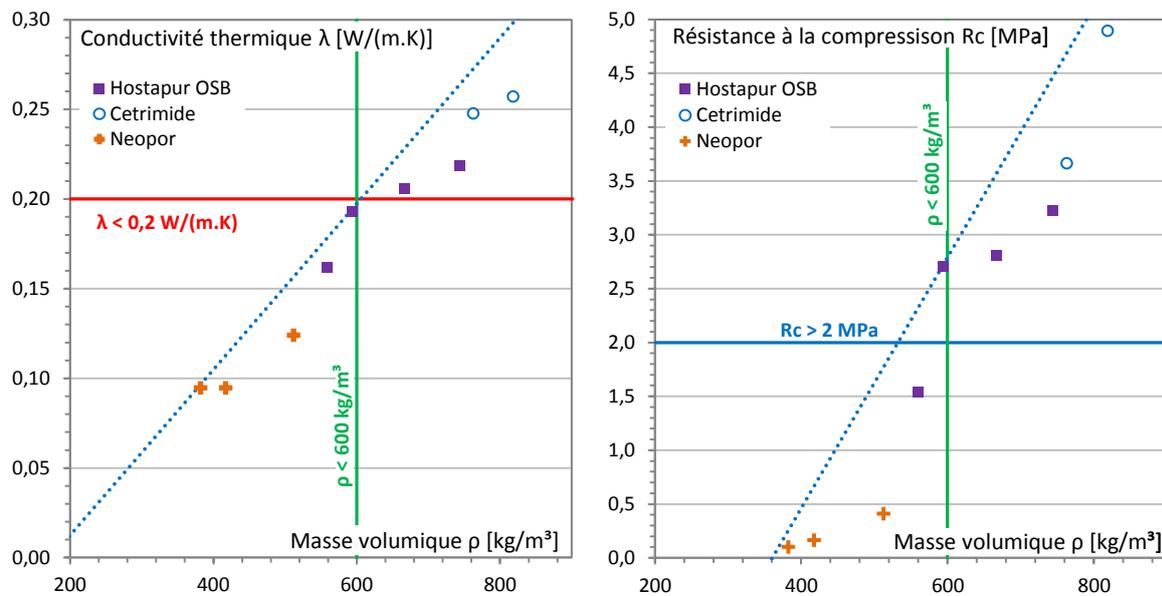


Figure C. 13. Mousse préformée : Essais en compression mousses KMP03 - KMP04 (gauche) ; KMP09 - KMP07 (droite).

La Figure C. 13 présente quatre exemples d'essais de compression réalisés sur ces mousses. Quelle que soit la masse volumique de l'échantillon, le comportement post-pic reste notable. Dans le cas KMP07, le pic est quasiment absent et la courbe est caractéristique d'une compaction progressive de l'échantillon. L'ensemble des performances thermomécaniques de ces mousses est présenté sur la Figure C. 14. Une certaine proportionnalité entre la masse volumique et la résistance mécanique apparaît. La valeur maximale de conductivité thermique est donnée par l'équation (C. 12) :

$$\lambda_{max} = 4,6 \times 10^{-4} \rho - 0,08 \quad (C. 14)$$



Une seule mousse satisfait simultanément les critères de résistance mécanique minimale, de conductivité thermique maximale et de légèreté : l'échantillon KMP03 contenant 0,012 % d'Hostapur OSB (Figure C. 14 – droite). Cependant, la marge de manœuvre est faible, car le critère de résistance minimal est difficile à satisfaire pour des masses volumiques inférieures à 600 kg/m³. La résistance maximale atteignable est donnée par l'équation (C. 15) :

$$R_{c,max} = 0,0117 \times \rho - 4,2 \quad (C. 15)$$

De plus, cette méthode manque de flexibilité. En effet, la masse volumique du produit dépend exclusivement de la nature et du dosage en tensioactif, aucun réglage en densité n'est possible.

Enfin, plusieurs raisons abordées ultérieurement dans ce mémoire peuvent expliquer les résistances mécaniques moyennes de ces mousses :

- L'augmentation du taux de gâchage altère la résistance de la matrice minérale.
- L'augmentation du dosage en tensioactif gêne les réactions d'hydratation du liant (voir partie C.C.8).
- La méthode de fabrication crée une structure porale peu résistante (voir partie D).

C.5 Mousse de Kerysten® : Méthode par malaxage simple

C.5.1 Formulation et propriétés des suspensions minérales

Les mousses fabriquées par malaxage simple sont toutes des mousses de Kerysten®. Le liant est composé à 90 % de Kerysten et de 10 % de ciment Portland. Seuls la nature et le dosage en tensioactif varient. La composition d'une gâchée est donnée dans le Tableau C. 8 ci-dessous :

Tableau C. 8. Composition des gâchées utilisées avec la méthode par malaxage simple et méthode dissociée.

Constituants	Kerysten®	Ciment Portland	Eau	Superplastifiant	Retardateur de prise	Tensioactif
Masse [g]	900	100	350	12	0,1	Nature et dosage variable

La masse volumique de la pâte est calculée par pesée des moules dans lequel la mousse vient d'être coulée (Figure C. 15). La masse volumique de la pâte coïncide donc avec la masse volumique de la mousse fraîche. L'évolution de la masse volumique de pâte est présentée sur la Figure C. 15 :

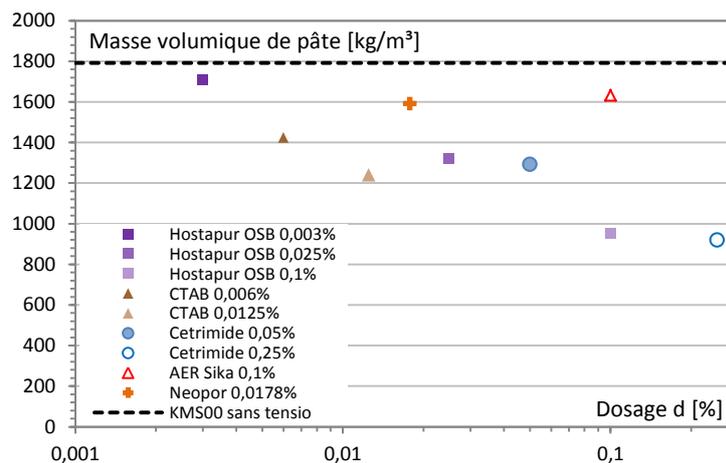


Figure C. 15. Malaxage simple : Evolution de la masse volumique de pâte

La masse volumique de l'échantillon sans tensioactif KMS00 ($\rho = 1792 \text{ kg/m}^3$) est représentée sous la forme de pointillés noirs. Plusieurs dosages en tensioactif ont été testés pour les tensioactifs du groupe 1. La masse volumique de pâte diminue logiquement avec l'augmentation du dosage en tensioactif. La masse volumique des mousses est donc directement en lien avec la quantité de tensioactif introduite dans la suspension minérale. Seul un dosage en tensioactif a été testé pour l'AER Sika et le Neopor. À ces dosages, ces pâtes ont une masse volumique d'environ 1600 kg/m^3 .

C.5.2 Performances thermomécaniques

L'effet sur les propriétés thermomécaniques des échantillons durcis produit par malaxage simple est maintenant étudié. Les propriétés des mousses produites par malaxage simple sont présentées dans le Tableau C. 9. Les résultats sont notamment comparés à l'échantillon KMS00 dans lequel aucun tensioactif n'a été ajouté. La masse volumique de cet échantillon durci est $\rho_{KMS00} = 1564 \pm 30 \text{ kg/m}^3$.

Tableau C. 9. Malaxage simple : Effet du tensioactif sur les propriétés thermomécaniques des mousses.

	KMS00	KMS25	KMS26M	KMS20	KMS80	KMS79	KMS32	KMS29	KMS148	KMS99
Tensioactif	-	Hostapur	Hostapur	Hostapur	CTAB	CTAB	Cetrimide	Cetrimide	Neopor	AER Sika
d [%]	0	0,003	0,025	0,1	0,006	0,0125	0,05	0,25	0,0178	0,1
ρ [kg/m ³]	1564	1621	1391	926	1511	1258	1246	1106	1594	1542
$\rho_{\text{pâte}}$ [kg/m ³]	1792	1708	1320	950	1424	1240	1292	920	1592	1632
λ [W/(m.K)]	0,63	0,65	0,54	0,32	0,61	0,50	0,48	0,42	0,62	0,62
R _c [MPa]	33,0	30,4	6,2	0,7	12,8	9,9	14,5	12,3	32,0	28,9
E [MPa]	30443	28896	1254	749	13774	6798	7167	1473	31758	22318

Le choix des dosages en tensioactif de cette série obtenue par malaxage simple a été effectué au regard des résultats de caractérisation des mousses de Kerysten®. L'ensemble des essais sur les mousses correspondantes est présenté dans la partie C.6.3.

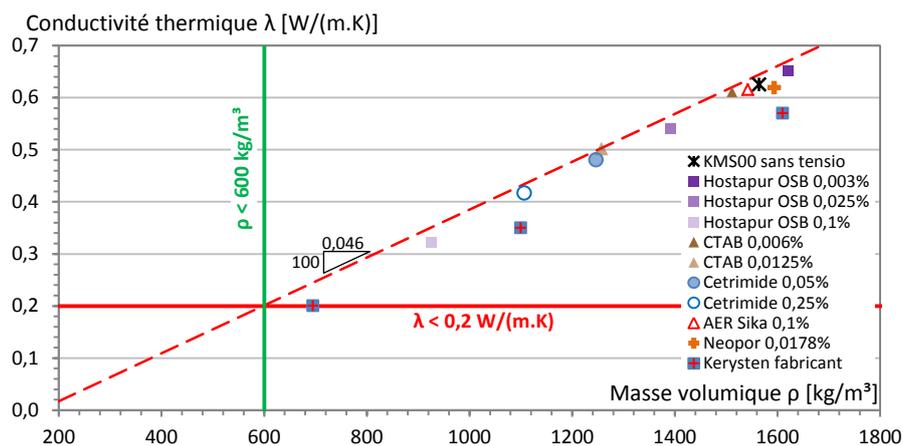


Figure C. 16. Malaxage simple : Conductivité thermique des mousses.

Pour l'ensemble des mousses produites par malaxage simple, il apparaît que la conductivité thermique évolue linéairement avec la masse volumique (Figure C. 16) et suit l'équation suivante :

$$\lambda = 4,6 \times 10^{-4} \rho - 0,075 \quad (\text{C. 16})$$

La conductivité thermique s'avère simplement reliée à la quantité d'air présente dans l'échantillon et ne semble pas affectée par d'éventuels problèmes de cristallisation due à un dosage trop important de tensioactif. La Figure C. 16 présente également des valeurs de conductivités fournies par le fabricant K&Co sur des mousses de Kerysten®. Ces mousses sont produites grâce à trois taux de gâchages différents ($E/L = 0,4$; $0,7$ et $1,3$) et l'ajout d'agent stabilisant (carboxyméthyle cellulose) pour éviter la ségrégation pour les mélanges les plus fluides. Les valeurs de conductivité obtenues sont plus faibles que celles des mousses réalisées au LGCGM, la compacité de la matrice étant moins importante.

Le comportement mécanique des échantillons dépend beaucoup de leur masse volumique. Deux exemples sont présentés dans la Figure C. 17. La mousse KMS25 contient un dosage très faible en tensioactif (Hostapur OSB). La quantité d'air entrainé est négligeable. La masse volumique de l'échantillon est légèrement supérieure à celle de KMS00 (+3,5 %). Cette petite différence provient probablement de l'incertitude des mesures. Le comportement mécanique de ces échantillons est fragile (Figure C. 17 - gauche), caractérisé par un pic de résistance. La rupture est franche et la résistance résiduelle post-pic n'est pas marquée. Ce comportement est similaire à ceux observés sur bétons et mortiers normaux.

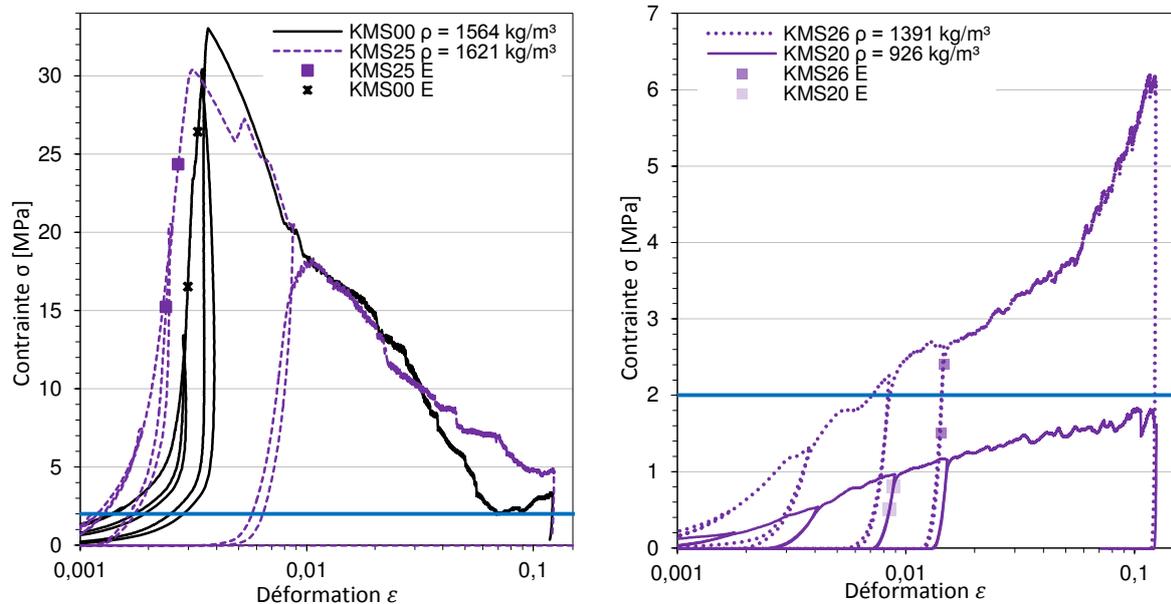


Figure C. 17. Malaxage simple : Essais en compression : KMS00 et KMS25 (gauche) ; KMS26 et KMS20 (droite).

La quantité d'air entrainé en raison de l'augmentation du dosage en Hostapur OSB fait diminuer la masse volumique des échantillons KMS26 et KMS20. Le comportement mécanique diffère drastiquement de celui des deux échantillons précédemment cités, plus solides. Le comportement mécanique est ductile, il n'y a pas de pic de résistance comme cela avait été constaté. Il est probable que la structure s'effondre localement, à l'endroit le plus sensible (présence d'une grosse bulle par exemple) puis que l'effort soit ensuite repris par la structure. Ce phénomène permet d'expliquer l'accroissement général de la contrainte observé. Cette croissance est ponctuée de petites chutes locales traduisant un endommagement local. Les performances mécaniques sont très faibles au regard des densités considérées, ces mousses sont sur-dosées en tensioactif. Il est difficile de déterminer la résistance à la compression avec des matériaux ayant ce genre de comportement mécanique.

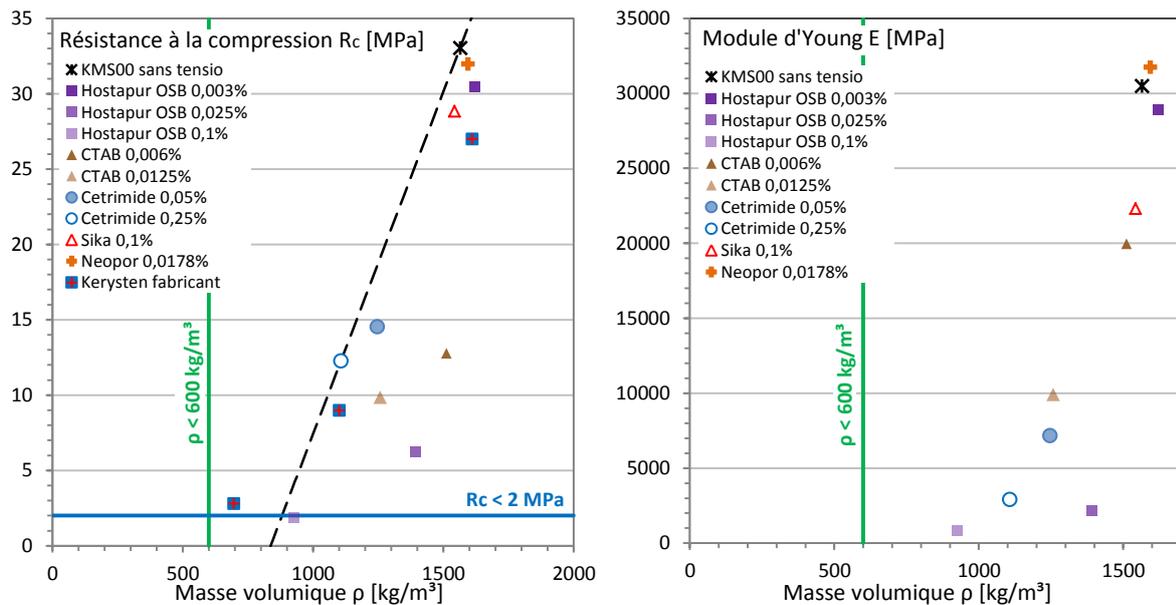


Figure C. 18. Malaxage simple : Résistance à la compression (gauche) et module d'Young (droite).

Pour les tensioactifs du groupe 1, la masse volumique diminue logiquement avec une augmentation du dosage en tensioactif, comme cela a été montré sur la masse volumique de la pâte (Figure C. 19). Contrairement aux propriétés thermiques, les performances mécaniques ne sont pas proportionnelles à la masse volumique. En réduisant la masse volumique sous l'effet du malaxage simple, les tensioactifs du groupe 1 impactent lourdement les propriétés mécaniques des mousses durcies. Il est également possible qu'en plus de modifier la quantité d'air, les tensioactifs modifient l'état du réseau cristallin ou la qualité de cristallisation. Des visualisations MEB sont présentées dans la partie C.C.8 afin d'évaluer l'occurrence de telles interactions. Ainsi, une masse volumique n'est pas associée à une valeur de résistance mécanique unique (Figure C. 18). L'effet semble moins sensible vis-à-vis du module d'Young.

L'AER Sika et le Neopor n'ont pas modifié la quantité d'air entraîné dans la pâte, les propriétés thermomécaniques sont ainsi sensiblement identiques à celles de l'échantillon sans tensioactif KMS00. L'échantillon KMS25 contient un faible dosage en Hostapur OSB ce qui n'a pas permis d'entraîner une quantité significative d'air ce qui explique ses bonnes performances mécaniques. Enfin, les valeurs obtenues sur des mousses de Kerysten® par K&Co sont plus faibles que celles obtenues au LGCGM en raison de leur taux de gâchage plus élevé.

C.6 Mousse de Kerysten® : Méthode dissociée

C.6.1 Formulation

La méthode dissociée est une méthode de production en deux temps. La première étape correspond à la formation d'une suspension minérale aérée par malaxage, en suivant un protocole identique à celui présenté pour la méthode par malaxage simple (partie C.C.5). La composition des gâchées est identique à celle présentée précédemment dans le Tableau C. 8. À nouveau, seuls la nature et le dosage en tensioactif varient. Les paramètres de la méthode dissociée sont également adaptés en fonction de la masse volumique de mousse sèche désirée. Les échantillons de mousse ainsi obtenus sont notés Kdis01 à Kdis150. L'ensemble des compositions et performances associées est référencé dans l'annexe C.1.

C.6.2 Propriétés des suspensions concentrées

Les suspensions minérales utilisées pour fabriquer des mousses de Kerysten® n'ont pas systématiquement été caractérisées (étalement, masse volumique). Les différentes informations recueillies sont référencées dans l'annexe C.1. La Figure C. 19 présente exclusivement les masses volumiques des suspensions minérales utilisées avec la méthode dissociée. Ces données viennent compléter les données présentées dans le cas de la méthode par malaxage simple.

C.6.2.1 Masse volumique

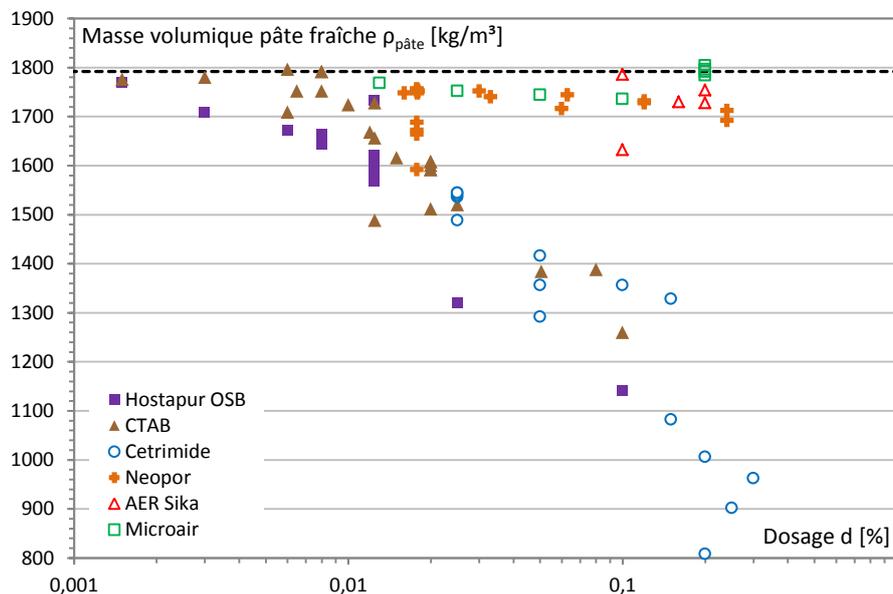


Figure C. 19. Méthode dissociée : Evolution de la masse volumique de pâte en fonction de la nature et dosage en tensioactif.

La masse volumique de pâte de l'échantillon sans tensioactif est $\rho_{p\grave{a}te, KMS00} = 1792 \pm 30 \text{ kg/m}^3$ (référéncé KMS00 dans le Tableau C. 9). L'ajout de tensioactif est supposé changer la quantité d'air entraîné, le nombre et la distribution de taille de bulles et leur stabilité dans la pâte en diminuant la tension de surface γ . La masse volumique de pâte est comprise entre 808 et 1796 kg/m^3 (Figure C. 19).

Le choix du tensioactif et de son dosage modifie significativement la masse volumique de pâte. Les effets des tensioactifs peuvent être analysés selon les 2 groupes établis lors des essais de CMC. Le premier, composé de l'Hostapur OSB, du CTAB et du Cetrimide concerne les tensioactifs diminuant fortement la masse volumique de pâte. Par exemple, un ajout de 0,05 % d'un de ces tensioactifs conduit à une baisse d'environ 20 % de la masse volumique de pâte. La diminution atteint 50 % avec un ajout de 0,025 % de Cetrimide. Ce type de tensioactif semble adapté aux méthodes de moussage mécanique (par mousse préformée et malaxage rapide - partie B.4.1.4). Le second groupe, composé du Neopor, de l'AER Sika et du Microair, modifie peu la quantité d'air occlus lors du moussage préformée, quel que soit la nature et le dosage en tensioactif. La chute maximale observée est d'environ 10 %.

Les essais CMC (partie B) ont déjà mis en évidence des comportements très proches des tensioactifs du 1^{er} groupe (Hostapur OSB, CTAB et Cetrimide). Il est assez logique que ces tensioactifs aient un comportement semblable au regard de leur capacité à former puis contenir des bulles au sein de la suspension minérale. Ces tensioactifs diminuent fortement la tension de surface (cette diminution atteint environ 50 % à la CMC). Ces trois tensioactifs présentent également une moussabilité satisfaisante (très bonne pour l'Hostapur OSB et intermédiaire pour le CTAB et le Cetrimide).

Les essais CMC montrent un faible effet du Neopor, la tension de surface diminuant peu. En revanche, les essais de moussabilité réalisés dans l'eau pure ont montré de bonnes capacités du Neopor à créer une mousse aqueuse stable. Cependant, au sein des suspensions minérales, la quantité d'air entraîné s'avère très faible. Il est possible que la rhéologie de la pâte ne permette pas de piéger l'air en son sein en raison de la faible modification de tension de surface induite par le Neopor. Des interactions chimiques entre des composés de la suspension minérale et le tensioactif sont également possibles.

Le Microair présente un comportement inverse au Neopor dans l'eau. Ce tensioactif est celui qui permet d'atteindre la tension de surface la plus basse. En revanche, il est incapable de former de la mousse lors de l'essai de moussabilité, quel que soit sa concentration ou le débit d'air. Sa faible aptitude à former une mousse stable dans de l'eau pure explique pourquoi la quantité d'air entraîné dans une suspension minérale est aussi faible.

L'analyse de l'influence de la nature et du dosage en tensioactifs sur la masse volumique de pâte permet de dresser plusieurs constats :

- Les tensioactifs appartenant au premier groupe (Hostapur OSB, CTAB et Cetrimide) permettent de modifier significativement la quantité d'air introduit dans la pâte par malaxage simple.
- Les tensioactifs appartenant au second groupe (Neopor, Microair, AER Sika) modifient peu la masse volumique de pâte.
- La capacité d'un tensioactif à entraîner de grosses quantités d'air dépend de sa capacité à diminuer la tension de surface en solution aqueuse (essai CMC – partie B.4.1.3) et à former une mousse stable (essai moussabilité – partie B.4.1.4).
- Abaisser fortement la tension de surface (Microair) ou avoir la capacité de former de la mousse (Neopor) en solution aqueuse sont des conditions nécessaires, mais pas suffisantes à l'entraînement d'air dans une suspension minérale.

C.6.2.2 Rhéologie

Pour les échantillons réalisés selon la méthode dissociée, le comportement rhéologique de la pâte avant moussage est étudié grâce à l'essai d'étalement. Les valeurs d'étalement sont comprises entre 205 et 310 mm. Ces valeurs sont assez élevées au regard du faible taux de gâchage.

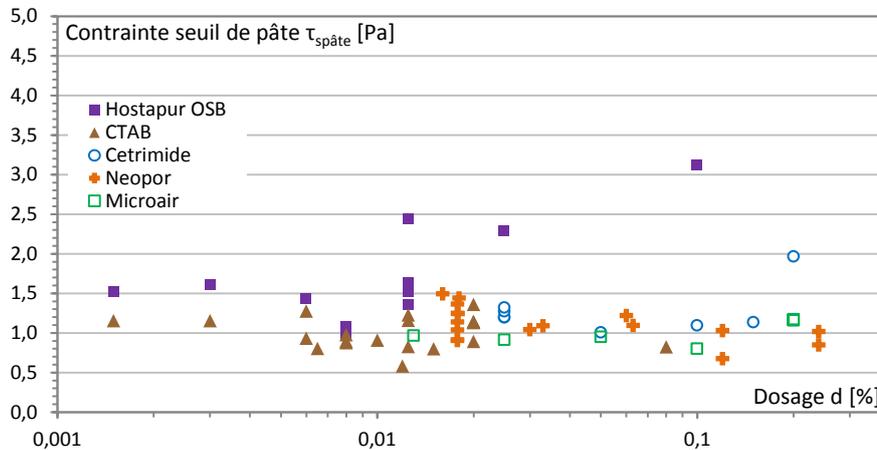


Figure C. 20. Méthode dissociée : Evolution de la contrainte seuil de pâte fraîche avant la phase de moussage en fonction du dosage en tensioactif.

Cette bonne fluidité de pâte témoigne d'une bonne interaction entre le superplastifiant SP20 et les tensioactifs. En utilisant la relation proposée par Roussel et al. [145], le seuil de mise en écoulement de la pâte se situe entre 1 et 2,5 Pa (Figure C. 20), valeur plutôt faible comparée à celle des bétons autoplaçants par exemple [148]. Néanmoins, cette fluidité de pâte est nécessaire pour le bon déroulement de la méthode dissociée.

La contrainte seuil des pâtes est peu affectée par le dosage en tensioactif (Figure C. 20). Ainsi, quel que soit le dosage en tensioactif, la fluidité de la pâte est assurée. La caractérisation de la pâte démontre que le superplastifiant assure parfaitement son rôle, la pâte est très fluide. De plus, aucune interaction néfaste entre superplastifiant et tensioactif n'apparaît ici. Le superplastifiant assure son rôle quel que soit la nature et le dosage en tensioactif. L'Hostapur OSB semble être le seul tensioactif du groupe 1 dont l'augmentation du dosage dans la pâte induit une légère augmentation du seuil. Pour ce tensioactif, un entrainement d'air important dans la pâte se traduit par une sensible rigidification. Ceci n'est pas visible pour le CTAB ou le Cetrimide.

C.6.2.3 Répétabilité

Afin de vérifier qu'il existe une bonne répétabilité de la fabrication de la pâte produite par malaxage simple (puis de la mousse associée, partie C.C.6.3.4), un essai de répétabilité est réalisé. Six suspensions minérales de composition identique sont analysées. Ces suspensions contiennent 0,008 % d'Hostapur OSB. Les résultats sont présentés sur la Figure C. 21. La masse volumique moyenne de pâte est 1651 kg/m^3 . Le coefficient de variation associé à ces 6 mesures est très faible $c_{ppâte} = 0,5 \%$ indiquant une excellente répétabilité de la masse volumique de pâte. L'écart type associé est de $7,9 \text{ kg/m}^3$. Le seuil présente également une très bonne stabilité, la valeur moyenne est $3,27 \text{ Pa}$, l'écart type vaut $0,08 \text{ Pa}$, le coefficient de variation, $c_{\tau_{spâte}} = 2,5 \%$. Les étalements sont de 28 cm ces mousses, mais atteignent 28,5 cm pour les deux mousses Kdis145 et Kdis146. Ceci permet d'expliquer les valeurs de seuil légèrement plus faibles calculés (Figure C. 21).

Le choix de la composition de pâte retenue pour cet essai de répétabilité s'est porté sur le tensioactif et le dosage aboutissant à de très bonnes performances thermomécaniques de mousse minérale (elles sont détaillées dans la partie C.C.6.3).

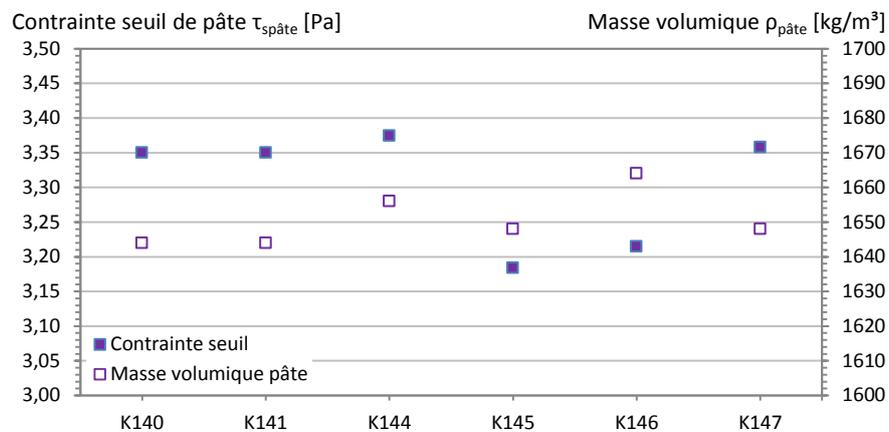


Figure C. 21. Essai de répétabilité. Caractéristiques de pâte.

C.6.2.4 Membrane et démixtion

La Figure C. 22 illustre un phénomène particulier apparu lors des essais d'étalement sous certaines conditions, le phénomène de démixtion.

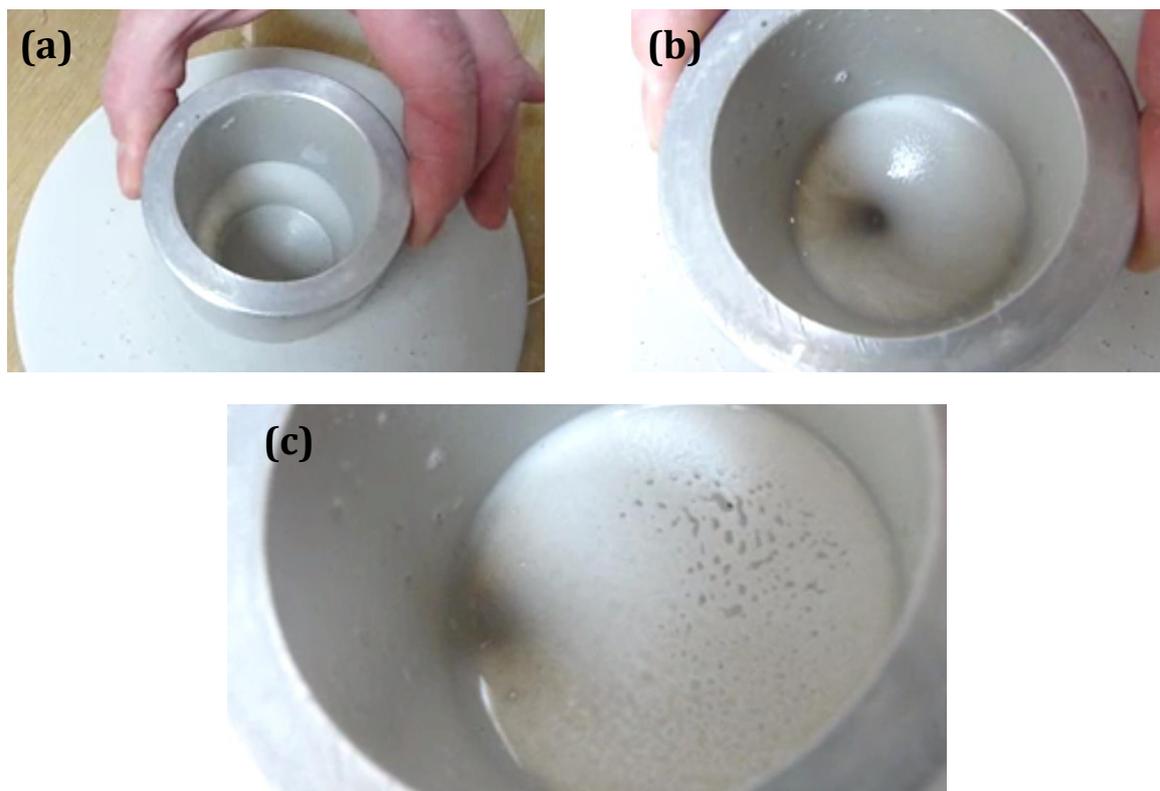


Figure C. 22. Essai d'étalement : mise en évidence du phénomène de démixtion.

Lors d'un essai d'étalement, l'anneau FLS est rempli puis levé. Dans certains cas, une membrane liquide (eau + tensioactif + liant) se forme entre la galette de pâte en expansion et l'anneau (Figure C. 22 (a)). Les particules solides s'écoulent progressivement de la paroi interne de l'anneau vers la galette via la membrane. Lorsque la quantité de particules présentes sur la paroi

du moule et sur la membrane diminue, le diamètre de cette membrane diminue jusqu'à la séparation de la galette et de la membrane (Figure C. 22 (b)). La membrane est alors légèrement conique, sa partie centrale, plus dense étant légèrement plus basse. Une goutte de suspension s'en échappe ponctuellement et rejoint la galette.

La densité de particules solides sur la membrane diminue progressivement. Au bout d'un moment, la densité de particules devient tellement faible que certaines zones de la membrane ne contiennent plus de particules solides (Figure C. 22 (c)). Ce phénomène est appelé *démixtion*, les particules minérales se séparent localement, la membrane n'étant plus formée que par de l'eau (avec adjuvants et tensioactif).

Le phénomène n'a pas été observé pour l'ensemble des suspensions fabriquées. Seuls les tensioactifs capables de former des membranes très solides permettent l'observation de ce phénomène. La *démixtion* dépend également de la concentration en tensioactif, celle-ci doit être élevée. Ces phénomènes de *démixtion* n'ont été observés qu'avec l'Hostapur OSB, le CTAB et le Cetrimide.

Le phénomène de *démixtion* n'est envisageable qu'avant la prise du liant hydraulique. Ainsi, à l'état frais, lorsque deux bulles se rapprochent au sein d'une suspension minérale, une membrane plus ou moins épaisse et stable peut se former. Ce phénomène a été étudié dans la partie B à l'aide du Carbopol®. Initialement, la membrane peut contenir des éléments minéraux, du gypse et du ciment. Dans le cas d'une *démixtion*, la majorité de ces membranes sont constituées uniquement d'eau et de tensioactif. Au moment de la prise, les éléments minéraux plus lourds peuvent être progressivement évacués par gravité. Dans un tel cas, lors du séchage des mousses, les membranes uniquement aqueuses éclatent et laissent apparaître des connectivités entre bulles. Une seconde configuration peut être étudiée. Les bulles exercent une action mutuelle de répulsion l'une envers l'autre les déformant au niveau du contact. Deux bulles de même rayon ont une pression interne égale et sont séparées par une membrane plane. Par contre, une membrane courbe sépare deux bulles de rayons différents. Dans les deux cas, la pression au sein de la membrane est telle que les éléments solides sont guidés vers des zones de plus basse pression, au niveau des bords de Plateau [91]. Tout ceci peut conduire à une connectivité entre bulles, conséquence directe de la *démixtion*. Dans le cas où ce phénomène est limité, la structure alvéolaire des mousses durcies présentera une porosité essentiellement fermée.

C.6.3 Performances thermomécaniques des mousses minérales durcies

C.6.3.1 Masse volumique

La production d'environ 150 mousses de Kerysten® a été réalisée selon la méthode dissociée à partir des pâtes précédemment étudiées. La réalisation d'une trentaine de ces mousses a échoué pour deux raisons principales :

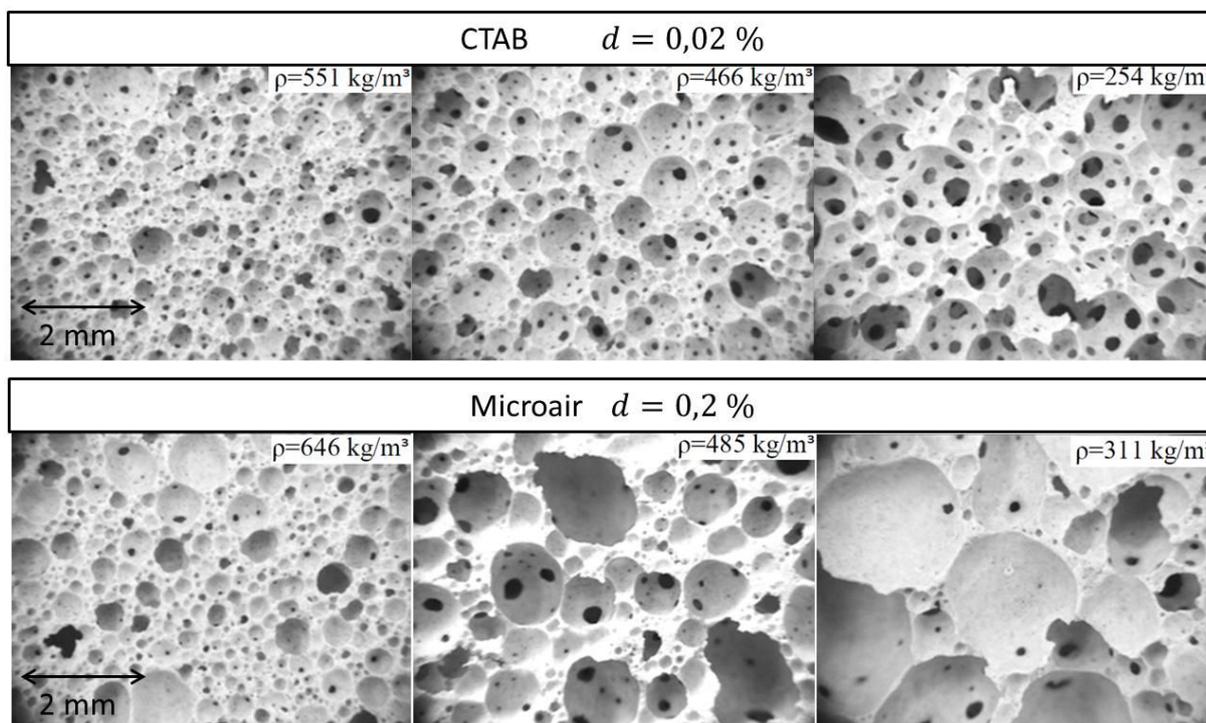
- La structure porale s'est effondrée avant la prise de la matrice.
- La structure porale est trop fragile pour pouvoir être caractérisée thermiquement et mécaniquement.

Dans le premier cas, un problème au niveau du dosage en tensioactif est apparu. L'effondrement intervient généralement à cause d'un manque de tensioactif, entraînant des coalescences en chaîne. L'effondrement peut également intervenir si le tensioactif n'est pas apte à maintenir de l'air dans une suspension minérale (cf. tensioactif groupe 2 – partie C.6.2.1).

Dans le second cas, la masse volumique cible étant trop faible ($\rho < 200 \text{ kg/m}^3$), la résistance mécanique des mousses est trop faible pour subir un essai de compression. Ces mousses ont également été écartées de l'étude. Enfin, la structure porale peut s'avérer trop fragile, malgré des masses volumiques ($\rho < 200 \text{ kg/m}^3$) en cas d'excès de tensioactif (cf. Analyse MEB partie C.C.8) qui pénalise la cristallisation du sulfate de calcium.

Au final, 118 mousses de Kerysten® sont moulées avec succès. Une large gamme de masses volumiques de produits finis est atteinte ($247 < \rho < 819 \text{ kg/m}^3$). Ces masses volumiques sont ensuite comparées à la masse volumique ρ_{KMS00} de l'échantillon sans tensioactif KMS00, afin d'obtenir leur porosité suivant l'équation (C. 4). Les mousses produites ont une porosité allant de 48 à 84 %.

Les structures porales observées sont très variées et dépendent de la nature et du dosage en tensioactif ainsi que de la masse volumique cible. La Figure C. 23 montre 6 vues en coupe de mousses de CTAB et Microair. Pour ces deux séries de mousses, les dosages en tensioactif sont maintenus égaux, mais la masse volumique cible est différente. En diminuant la masse volumique cible des mousses de CTAB, ($d = 0,02 \%$ - 551 à 254 kg/m^3), la structure porale, initialement monodisperse et présentant quelques connections entre bulles devient très connectée. Chaque bulle communique alors avec plusieurs bulles voisines. Le phénomène de démixtion, observé lors des essais rhéologiques permet la création de ce type de structure, très aérée. Ce phénomène est particulièrement visible sur les mousses très ouvertes comme celle de CTAB (Figure C. 23 – $\rho = 254 \text{ kg/m}^3$).



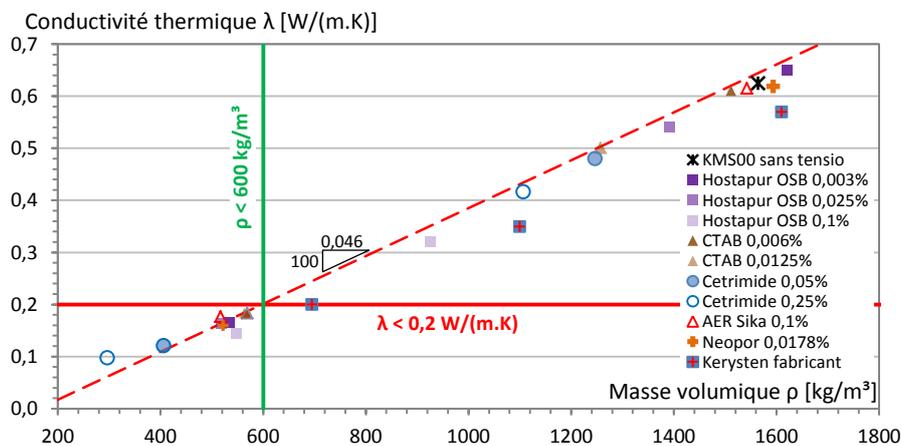
A contrario, certains tensioactifs ne sont pas aptes à former une structure porale ouverte et composée de petites bulles. La diminution de la masse volumique cible en présence de Microair

($d = 0,2\%$ - 646 à 311 kg/m^3) est associée à une évolution de la structure porale différente de celle du CTAB. La mousse à masse volumique élevée ($\rho = 646\text{ kg/m}^3$) est plutôt polydisperse et présente très peu de connections entre bulles. À faible masse volumique, la mousse de Microair est caractérisée par de très grandes bulles peu connectées. Lors du contact entre deux bulles, la membrane peut ne pas être suffisamment solide pour se maintenir lorsque l'ensemble des éléments solides se déplace. Les deux bulles coalescent de façon classique pour former une bulle plus grosse. C'est certainement ce phénomène qui est responsable de la structure porale composée de grosses bulles non communicantes de la mousse de Microair (Figure C. 23 ; $\rho = 311\text{ kg/m}^3$).

Ces deux séries de mousses sont réalisées avec un dosage en tensioactif fixé. Une modification du dosage entraînerait une évolution différente des structures porales lors de la diminution de masse volumique cible. L'étude détaillée de la structure porale et son lien avec les propriétés thermomécaniques de la mousse sont présentés dans la partie D.

C.6.3.2 Performances thermiques

La méthode du fil chaud fournit les différentes valeurs de conductivité thermique présentées et analysées ci-après. L'influence de la phase de moussage sur les propriétés thermiques est présentée sur la Figure C. 24. Cette figure permet de montrer l'impact de la phase de moussage de la méthode dissociée en superposant les résultats obtenus sur les mousses produites par méthode dissociée et par malaxage simple sur les mêmes formulations. Rappelons que la méthode par malaxage simple conduit à des masses volumiques toutes supérieures à 600 kg/m^3 (Figure C. 16). La phase de moussage permet de fortement augmenter la quantité d'air au sein de la pâte et ainsi de diminuer la conductivité thermique des mousses. Cette figure permet de constater que la relation entre masse volumique et conductivité thermique identifiée sur les mousses produites par malaxage simple (pointillés rouges Figure C. 16 et Figure C. 24) est à peu près respectée par les échantillons produits par méthode dissociée.



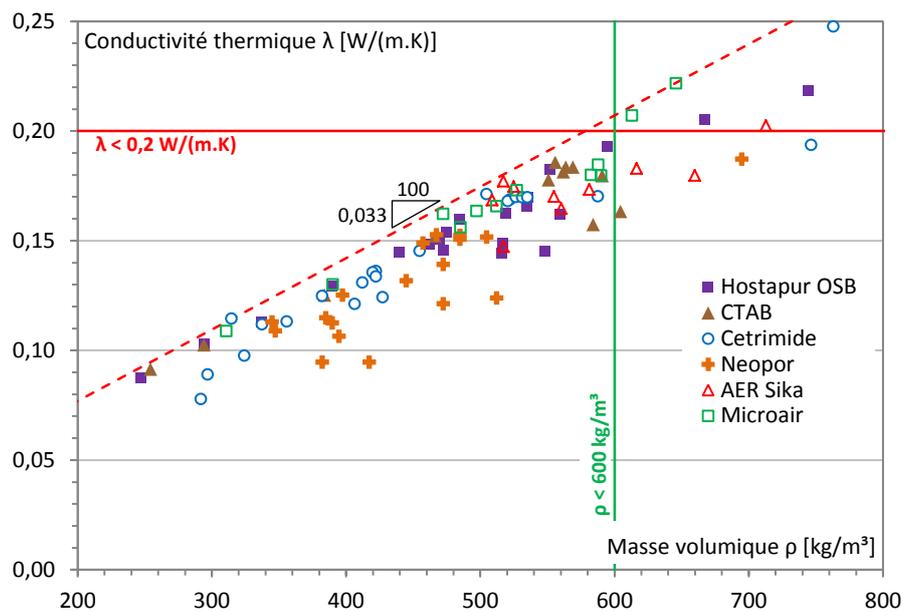


Figure C. 25. Conductivité thermique des mousses minérales.

Les mousses minérales ayant une masse volumique inférieure à 600 kg/m^3 ont une conductivité thermique inférieure à $0,2 \text{ W/(m.K)}$. Les objectifs en termes de masse volumique et conductivité thermique sont ici atteints simultanément pour la majorité des mousses minérales produites. Au regard de ces deux objectifs, le Neopor semble être le tensioactif le plus performant, il fournit les conductivités thermiques les plus basses.

Entre 247 et 600 kg/m^3 , les valeurs de conductivité thermique présentent une enveloppe maximale linéaire (ligne en pointillés sur la Figure C. 25) :

$$\lambda_{max} = 3,3 \times 10^{-4} \rho - 0,012 \quad (\text{C. 17})$$

Une diminution de la masse volumique de 100 kg/m^3 entraîne une diminution de la conductivité thermique de $0,033 \text{ W/(m.K)}$. Cette valeur est plus faible que la valeur proposée par Weigler et al. [80], $0,04 \text{ W/(m.K)}$ dans le cas d'un béton mousse de masse volumique plus forte (entre 600 et 1850 kg/m^3).

C.6.3.3 Performances mécaniques

L'effet de la phase de moussage de la méthode dissociée sur les propriétés mécaniques est présenté sur la Figure C. 26.

La diminution de la masse volumique entraîne une chute logique des propriétés mécaniques. La phase de moussage ne modifie pas les propriétés de la matrice, mais fragilise la structure porale qui rompt plus facilement sous un effort de compression. Cependant, cette phase de moussage permet à certaines mousses d'atteindre simultanément les critères de masse volumique et de résistance mécanique.

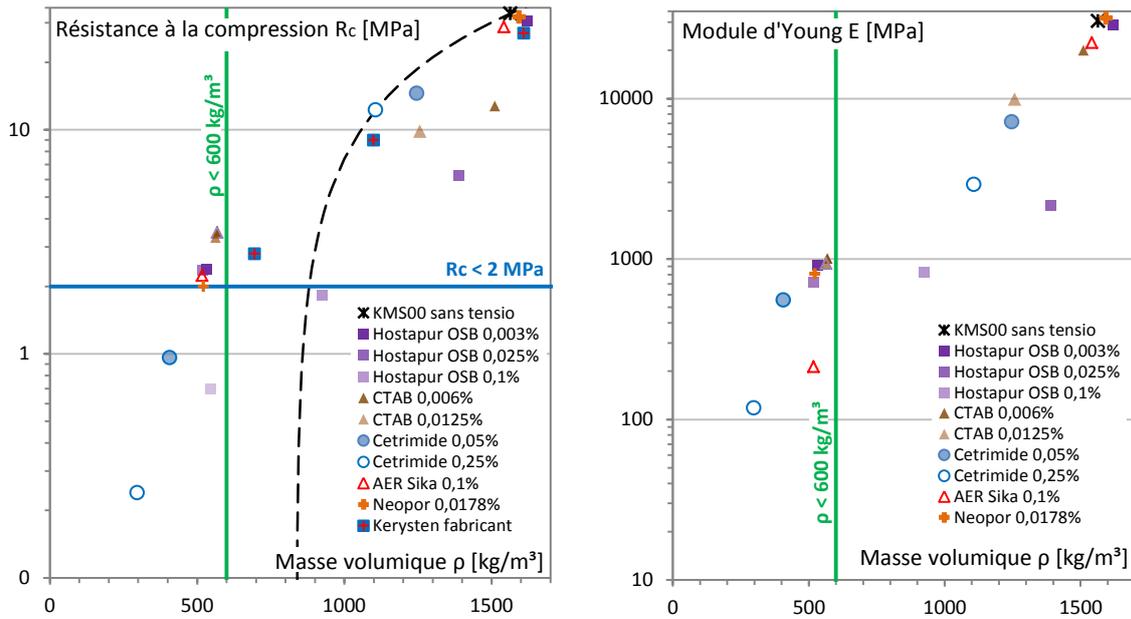


Figure C. 26. Comparaison des propriétés mécaniques des échantillons de même composition produits par malaxage simple et méthode dissociée.

Les performances mécaniques (Résistance à la compression R_c (Figure C. 27) et module d'Young E (Figure C. 29)) de l'ensemble des mousses produites par méthode dissociée sont présentées. En accord avec l'étude bibliographique, les essais révèlent que la résistance à la compression n'est pas une simple fonction de la masse volumique. Ce résultat a également été mis en évidence sur les échantillons produits par malaxage simple (partie C.C.5.2).

Entre 200 et 600 kg/m^3 , une courbe enveloppe de résistance maximale apparaît (Figure C. 27 - courbe en pointillés). Cette résistance maximale est reliée à la masse volumique par la relation suivante :

$$R_{c,max} = 0,01 \times \rho - 2 \quad (\text{C. 18})$$

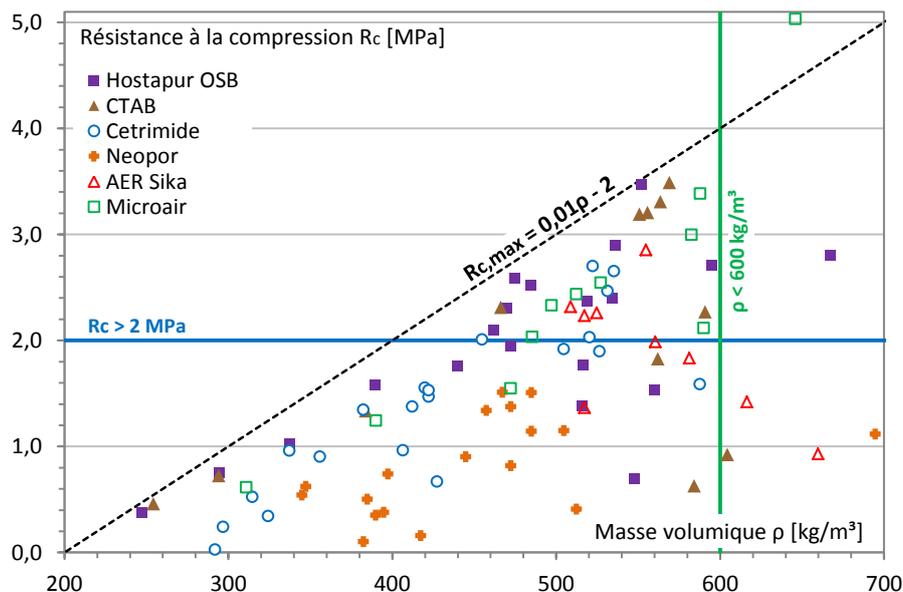


Figure C. 27. Méthode dissociée : Résistance à la compression des mousses minérales de Kerysten® durcies.

Une large gamme de résistances mécaniques (0,03 à 5,03 MPa) est atteinte et plusieurs valeurs de résistance sont possibles pour chaque masse volumique. La résistance à la compression est plus sensible que la conductivité thermique à la nature et au dosage en tensioactif. De plus, certaines mousses satisfont à la fois le critère de masse volumique et de résistance mécanique minimale. Au regard de ces deux objectifs, l'Hostapur OSB, le CTAB et le Cetrimide sont les meilleurs tensioactifs, car ils se rapprochent davantage de la courbe de résistance optimale (équation ((C. 18))).

Quelques exemples d'essais en compression sont présentés sur la Figure C. 28. Le comportement de ces mousses est encore une fois très ductile. Les mousses Kdis79 et Kdis82 ont sensiblement la même masse volumique et sont produites à l'aide de CTAB. Les performances mécaniques de la mousse Kdis79 ($d = 0,0125 \%$) sont cependant nettement supérieures à celle de Kdis82 ($d = 0,0015 \%$) (Figure C. 28 – gauche). Le dosage en tensioactif de la mousse Kdis82 étant très faible, cette mousse est probablement sous-dosée, ce qui expliquerait sa mauvaise résistance mécanique pénalisée par des défauts importants (induit par la coalescence par exemple). L'analyse de la structure porale réalisée dans la partie D.3.2.3 permet de confirmer cette supposition.

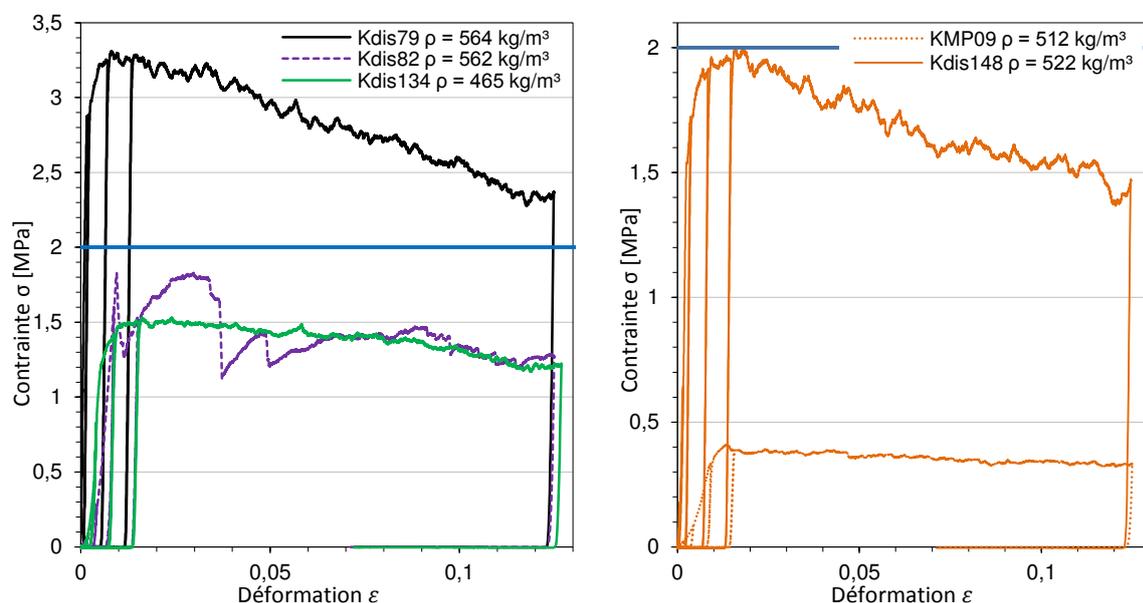


Figure C. 28. Essais en compression : Hostapur OSB Kdis79, Kdis82 et Kdis134 (gauche) ; Mousses Neopor KMP09 et Kdis148 (droite).

Les mousses KMP09 et Kdis148 issues du Neopor ont également une masse volumique très proche (Figure C. 28 – droite). La résistance mécanique de la mousse KMP09 est 5 fois plus faible que celle de Kdis148. Ces mousses sont fabriquées avec deux dosages différents en Neopor pouvant en partie expliquer la différence de performances observées. De plus, les techniques de fabrication utilisées sont différentes (KMP09 est réalisée avec la méthode par mousse préformée) et les taux de gâchages sont différents. En conséquence, la matrice minérale de KMP09 est moins compacte.

Quelle que soit la masse volumique considérée, les mousses fabriquées avec l'Hostapur OSB présentent les meilleures résistances à la compression. Bien que légèrement moins performants, le CTAB et le Cetrimide permettent la création de mousses possédant une bonne résistance à la compression. Ainsi, sans surprise, les mousses appartenant au premier groupe, fournissent les meilleures mousses minérales.

Le Microair diminue fortement la tension de surface quand il est dissout en solution aqueuse (essai CMC). Cependant, ce tensioactif a montré de mauvaises capacités à former des mousses (essai de moussabilité). Dans les faits, il est probable que la structure porale ne soit pas optimale pour supporter des charges, ce qui explique les performances mécaniques moyennes obtenues.

Enfin, les mousses produites avec du Neopor n'atteignent jamais la résistance minimale imposée de 2 MPa quel que soit le dosage testé. Deux hypothèses principales peuvent l'expliquer. La première hypothèse concerne la rhéologie de la pâte. La faible diminution de tension de surface (révélée par l'essai CMC) est suffisante pour former des mousses aqueuses (confirmé par l'essai de moussabilité), mais reste trop faible pour former des mousses minérales stables. La seconde hypothèse est l'incompatibilité chimique entre le Neopor et le processus d'hydratation du sulfate de calcium. En effet, le Neopor est le seul tensioactif d'origine naturelle (protéines modifiées, Tableau B. 1), sa composition chimique est très différente des autres tensioactifs. Une analyse MEB (partie C.C.8) de ces mousses apporte des éléments d'information sur ce point.

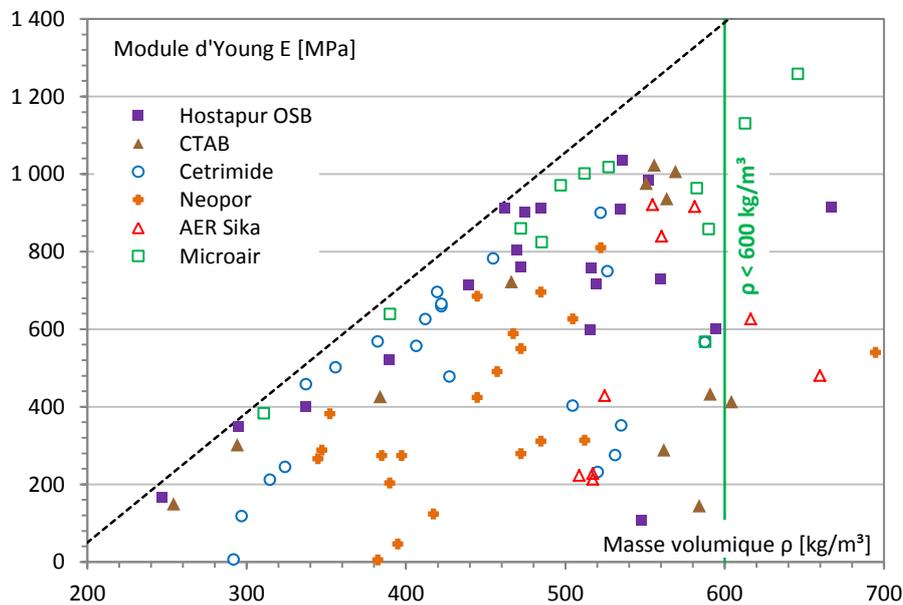


Figure C. 29. Module d'Young des mousses minérales de Kerysten® durcies

L'évolution du module d'Young (Figure C. 29) est assez semblable à celle des résistances mécaniques. Plusieurs valeurs de module d'Young sont possibles pour chaque masse volumique et une courbe enveloppe (équation (C. 19)) apparaît :

$$E_{max} = 3,35 \times \rho - 620 \quad (C. 19)$$

C.6.3.4 Répétabilité

Afin de contrôler la répétabilité de la méthode dissociée, la caractérisation de 6 mousses de composition identique est réalisée. Ces 6 mousses sont issues des 6 pâtes sur lesquelles un essai de répétabilité a déjà été mené (partie C.C.6.2.3).

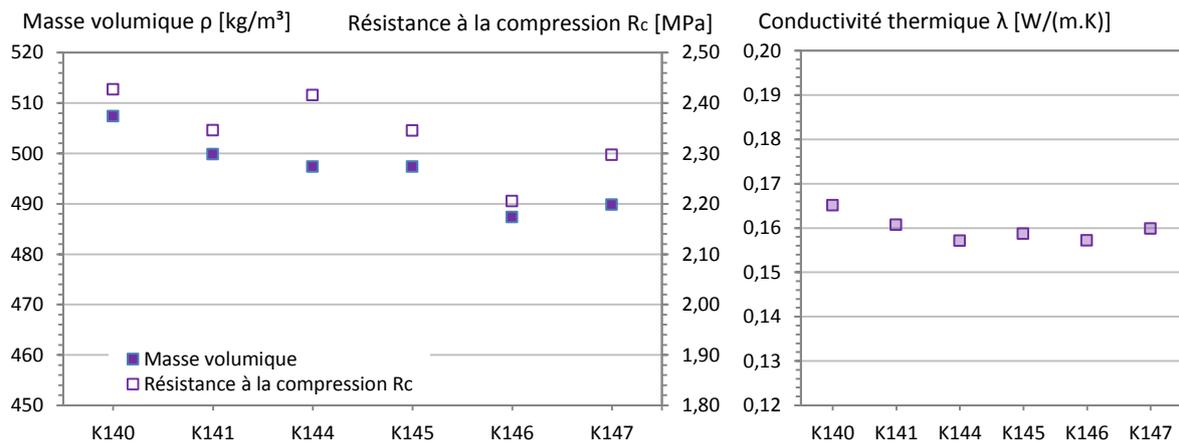


Figure C. 30. Essai de répétabilité. Caractéristiques thermomécaniques de la mousse.

La Figure C. 30 permet de constater que la masse volumique est caractérisée par une moyenne $\rho_{p\grave{a}te,moy}$ de 497 kg/m³ associée à un faible coefficient de variation $c_\rho = 1,4 \%$. La bonne répétabilité du paramètre masse volumique conduit à une bonne répétabilité des propriétés thermomécaniques. La conductivité thermique moyenne est $\lambda_{moy} = 0,160$ W/(m.K) avec un coefficient de variation faible, $c_\lambda = 1,9 \%$. La résistance à la compression moyenne est $R_{c,moy} = 2,32$ MPa avec un faible coefficient de variation $c_{Rc} = 3,0 \%$.

Ce test de répétabilité sur les propriétés des mousses permet de montrer que la méthode dissociée utilisée pour produire ces mousses est fiable et répétable. Il convient de noter que les mousses utilisées pour évaluer la répétabilité satisfont le critère de résistance mécanique bien que la masse volumique cible ne soit que de 500 kg/m³.

C.6.3.5 Séries à dosage en tensioactif constant

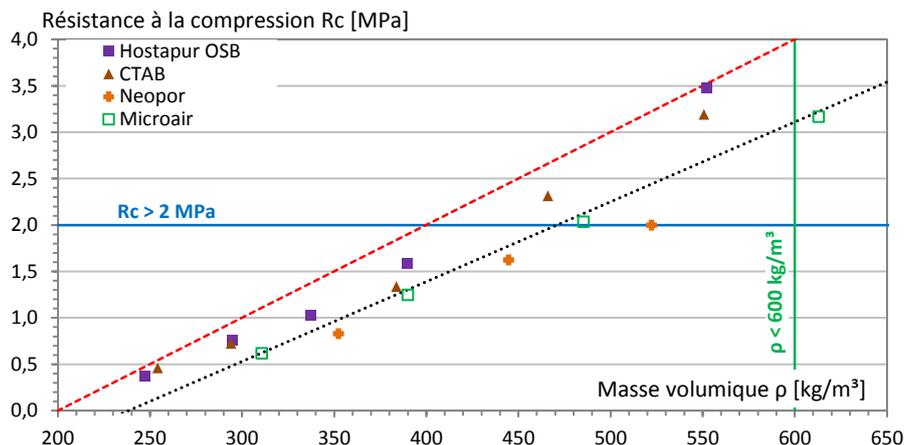
Afin de comprendre quels sont les liens entre structure porale et résistance mécanique, des séries de mousses à dosage en tensioactif constant sont fabriquées. Quatre séries sont présentées (Tableau C. 10). Le choix des dosages en tensioactifs se fait en repérant un dosage donnant aux mousses les meilleures performances mécaniques pour des masses volumiques comprises entre 500 et 650 kg/m³. Les paramètres de la méthode dissociée sont ensuite adaptés pour obtenir des mousses de masses volumiques décroissantes, tout en conservant le dosage en tensioactif.

L'évolution des résistances mécaniques en fonction de la masse volumique de ces quatre séries est présentée sur la Figure C. 31. Pour chaque série, la diminution de la masse volumique est couplée à une diminution de la résistance à la compression. Cette chute n'est néanmoins pas identique suivant le tensioactif utilisé. Comme constaté lors des essais CMC, la classification des tensioactifs en 2 groupes distincts apparaît à nouveau. L'Hostapur OSB et le CTAB conduisent aux résistances les plus élevées. Ces mousses sont très proches de la courbe de résistance optimale introduite dans la (équation (C. 18)- Figure C. 27).

Tableau C. 10. Séries à dosage constant, propriétés thermomécaniques

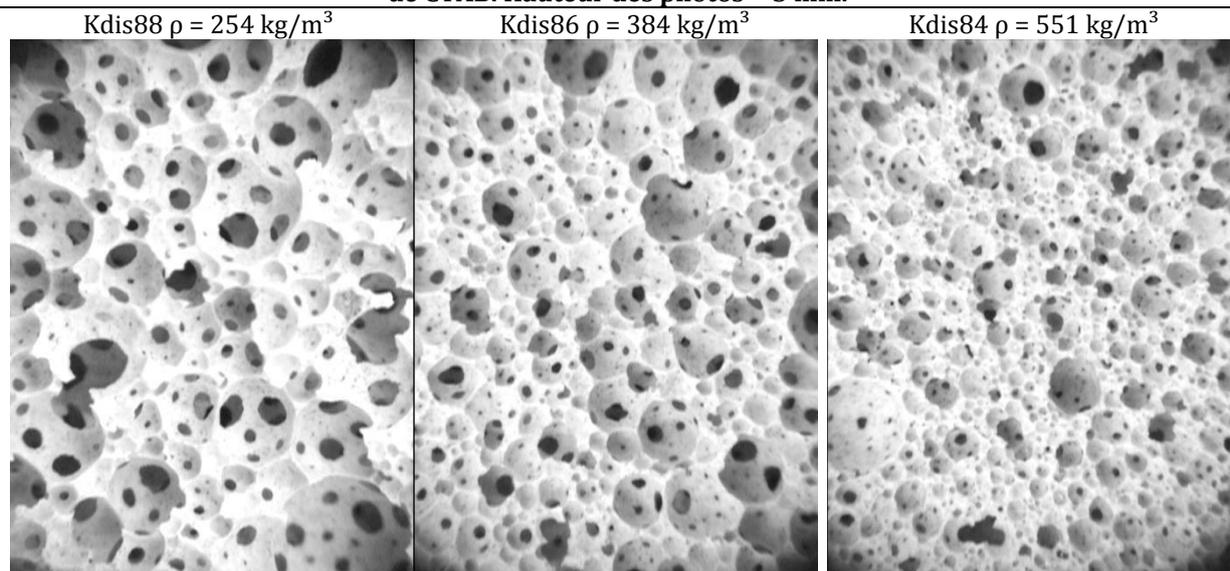
Hostapur OSB (d = 0,0125 %)					
Nom	Kdis77	Kdis74	Kdis75	Kdis76	Kdis78
ρ [kg/m ³]	552	390	337	295	247
R _c [MPa]	3,47	1,58	1,03	0,75	0,37
λ [W/(m.K)]	0,18	0,13	0,11	0,10	0,09
CTAB (d = 0,02 %)					
Nom	Kdis84	Kdis85	Kdis86	Kdis87	Kdis88
ρ [kg/m ³]	551	466	384	294	254
R _c [MPa]	3,19	2,31	1,34	0,73	0,46
λ [W/(m.K)]	0,18	0,15	0,13	0,10	0,09
Microair (d = 0,2 %)					
Nom	Kdis50	Kdis49	Kdis48	Kdis47	Kdis46
ρ [kg/m ³]	646	613	485	390	311
R _c [MPa]	5,03	3,16	2,03	1,24	0,61
λ [W/(m.K)]	0,22	0,21	0,16	0,13	0,11
Neopor (d = 0,0178 %)					
Nom	Kdis148	Kdis150	Kdis149		
ρ [kg/m ³]	522	352	445		
R _c [MPa]	2,00	0,83	1,62		
λ [W/(m.K)]	0,16	0,11	0,14		

Les résistances mécaniques induites par le Neopor et le Microair sont inférieures. Il faut noter que les séries à dosage constant étudiées ici correspondent aux valeurs maximales de résistance mécanique atteintes pour chaque tensioactif. Les résistances mécaniques des deux séries suivent une fonction linéaire dont la pente est plus élevée pour les mousses produites avec les tensioactifs du groupe 1 (pointillés rouges - Figure C. 31) que celles issues du groupe 2. Les valeurs se rejoignent sur les faibles masses volumiques. La série à dosage constant avec le Neopor conduit à identifier une unique mousse de Neopor satisfaisant au critère de résistance mécanique (mousse Kdis148, R_c = 2,0 MPa). La résistance maximale atteignable par les mousses issues de ces deux tensioactifs est plus faible et représentée par une droite (pointillés courts noirs - Figure C. 31). Chaque tensioactif induit une courbe de résistance maximale atteignable différente.

**Figure C. 31. Dosage en tensioactif constant : Evolution de la résistance à la compression.**

Une analyse visuelle de la structure des mousses est réalisée sur une série du groupe 1 (CTAB, d = 0,02 %) et une série du groupe 2 (Neopor, d = 0,018 %). Le Tableau C. 11 expose la structure de 3 mousses correspondant aux masses volumiques minimale (Kdis88 ρ = 254 kg/m³), intermédiaire (Kdis86 ρ = 384 kg/m³) et maximale (Kdis84 ρ = 551 kg/m³) de la série.

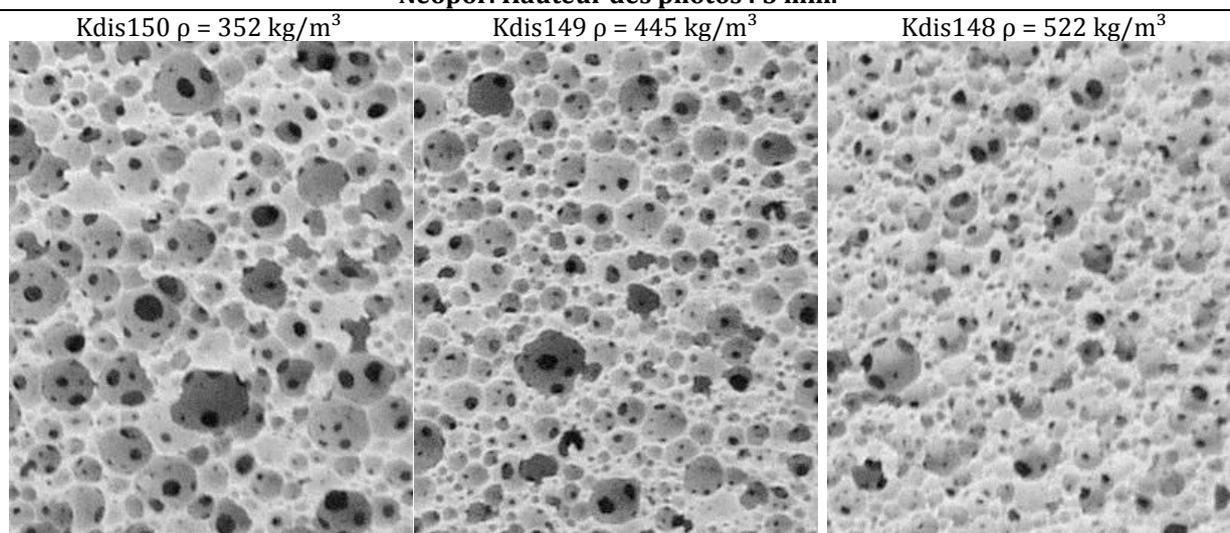
Tableau C. 11. CTAB : Dosage constant (d = 0,02 %) : Evolution de la structure porale des mousses de CTAB. Hauteur des photos = 5 mm.



L'évolution de la structure porale est facilement identifiable. La mousse Kdis88, de faible masse volumique, possède une structure plutôt monodisperse composée de bulles très connectées. Cette structure, très ouverte et peu dense, est logiquement associée à une conductivité thermique faible (Tableau C. 10 ; $\lambda = 0,09 \text{ W/(m.K)}$). À ce même dosage, mais à masse volumique plus élevée (Kdis84 ; $\rho = 551 \text{ kg/m}^3$), la structure porale est plus resserrée et fermée. Les bulles sont de plus petites tailles et moins connectées. La structure semble également être plus polydisperse. Cette structure est associée à une excellente résistance mécanique, $R_c = 3,19 \text{ MPa}$.

La structure porale des mousses de Neopor à dosage constant sont présentées dans le Tableau C. 12. L'échelle de ces photos est identique, mais la caméra est différente (ce qui explique la différence de teinte entre les deux séries). Cette série à dosage constant est réalisée sur une amplitude de masse volumique plus faible, l'écart de masse volumique entre les mousses de masse volumique minimale (Kdis150 ; $\rho = 352 \text{ kg/m}^3$) et maximale (Kdis148 ; $\rho = 522 \text{ kg/m}^3$) est inférieure à 200 kg/m^3 . Sur la série précédente, avec le CTAB, cette amplitude frôlait les 300 kg/m^3 .

Tableau C. 12. Dosage constant (d = 0,0178 %) : Evolution de la structure porale des mousses de Neopor. Hauteur des photos : 5 mm.



La structure de la mousse de faible masse volumique est plutôt connectée. Sans être monodisperse, cette structure possède tout de même une bonne homogénéité de taille de bulles. L'augmentation de la masse volumique entraîne une diminution de connexions entre bulles la taille moyenne de bulle diminue également.

Ces deux séries révèlent qu'il n'est pas aisé d'associer une structure porale à une résistance mécanique. Pour chacune des séries, la diminution de masse volumique entraîne logiquement une chute des performances mécaniques, mais il reste difficile de visuellement classer ces séries en termes de résistance mécaniques. Deux hypothèses peuvent expliquer cette difficulté :

- Une très faible évolution de la structure porale affecte fortement les propriétés mécaniques et l'évaluation de petites modifications de la structure porale est difficile à apprécier à l'œil nu.
- La structure porale n'évolue que marginalement, ce sont les propriétés de la matrice minérale qui sont plus ou moins impactées par la présence du tensioactif.

Ces deux approches sont certainement couplées. L'évolution des performances mécaniques est une conséquence de l'évolution de la structure porale, mais également des conditions d'hydratation, de cristallisation de la matrice minérale. Une analyse MEB présentée dans la partie C.C.8 est envisagée pour évaluer l'influence des tensioactifs sur les conditions de cristallisation. Le recours à des outils de quantification géométrique de la porosité, discuté en partie D de ce mémoire, permet l'analyse de l'effet des tensioactifs sur la structure porale.

C.6.3.6 Séries à masse volumique constante

La caractérisation des mousses de Kerysten® révèle que certaines mousses satisfont les trois critères de performances attendues (masse volumique, conductivité thermique, résistance mécanique). Afin de comprendre l'influence du dosage en tensioactif sur les propriétés mécaniques, trois séries à masses volumiques constantes de mousses de Kerysten® sont réalisées. Dans chacune de ces séries, la masse volumique cible est fixée, seul le dosage en tensioactif varie. Trois séries sont réalisées, une série avec le CTAB ($\rho_{\text{cible1}} = 570 \text{ kg/m}^3$) et deux séries avec l'Hostapur OSB ($\rho_{\text{cible2}} = 530 \text{ kg/m}^3$ et $\rho_{\text{cible3}} = 470 \text{ kg/m}^3$).

Tableau C. 13. Séries à masse volumique constante, propriétés thermomécaniques.

Hostapur OSB ($\rho_{\text{moy}} = 528 \text{ kg/m}^3$)						
Nom	Kdis25	Kdis24	Kdis26	Kdis22	Kdis21	Kdis20
ρ [kg/m^3]	534	535	519	516	517	548
R_c [MPa]	2,39	2,90	2,37	1,38	1,77	0,70
λ [W/(m.K)]	0,17	0,17	0,16	0,14	0,15	0,15
d [%]	0,003	0,006	0,00128	0,025	0,05	0,1
Hostapur OSB ($\rho_{\text{moy}} = 472 \text{ kg/m}^3$)						
Nom	Kdis72	Kdis71	Kdis70	Kdis69	Kdis67	
ρ [kg/m^3]	472	469	475	484	462	
R_c [MPa]	1,95	2,31	2,59	2,52	2,10	
λ [W/(m.K)]	0,15	0,15	0,15	0,16	0,15	
d [%]	0,0015	0,003	0,006	0,0125	0,05	
CTAB ($\rho_{\text{moy}} = 570 \text{ kg/m}^3$)						
Nom	Kdis82	Kdis81	Kdis80	Kdis79	Kdis41	Kdis40
ρ [kg/m^3]	562	556	569	563	590	584
R_c [MPa]	1,83	3,21	3,49	3,31	2,27	0,63
λ [W/(m.K)]	0,18	0,19	0,18	0,18	0,18	0,157
d [%]	0,015	0,003	0,006	0,0125	0,0506	0,1

Les performances thermomécaniques sont présentées dans la Figure C. 32 :

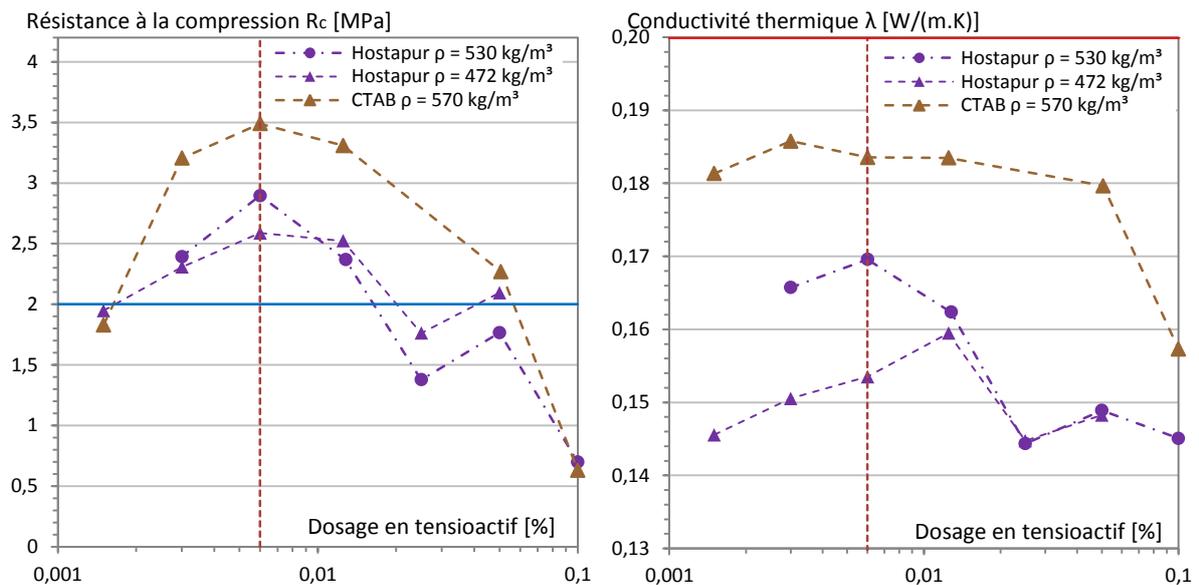
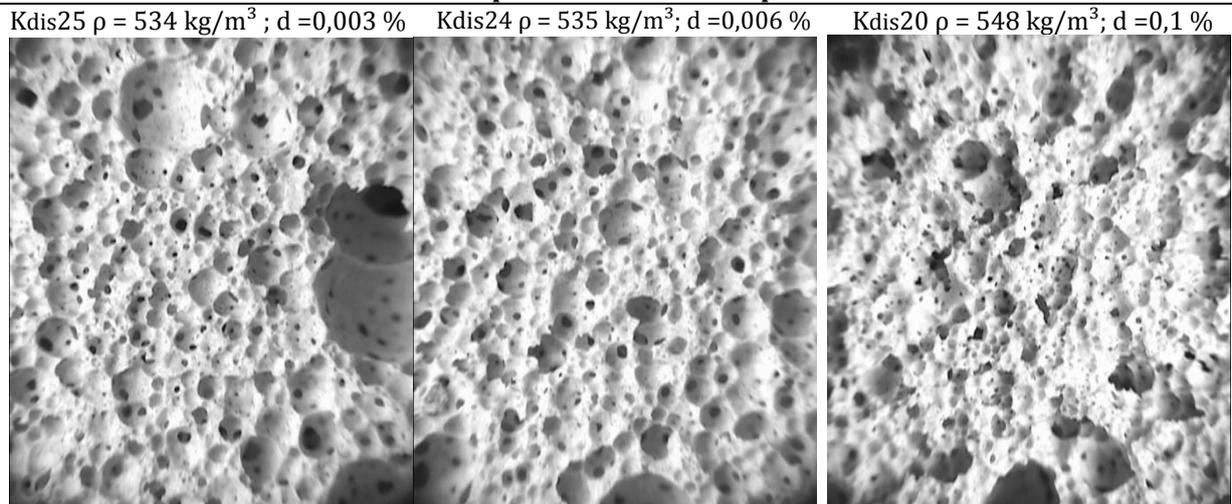


Figure C. 32. Evolution de la résistance en compression et de la conductivité thermique pour les trois séries.

Pour ces trois séries, la modification du dosage en tensioactif impacte fortement les performances mécaniques des mousses concernées bien que la masse volumique soit constante. Ces trois séries indiquent des performances mécaniques optimales pour un dosage caractéristique en tensioactif globalement identique, $d_c = 0,006$ %. Afin de relier la structure porale aux performances mécaniques, les vues en coupe de deux séries sont analysées dans les Tableau C. 14 et Tableau C. 15.

Tableau C. 14. Masse volumique constante ($\rho_{moy} = 528 \text{ kg/m}^3$) : Evolution de la structure porale des mousses d'Hostapur OSB. Hauteur des photos = 5 mm.



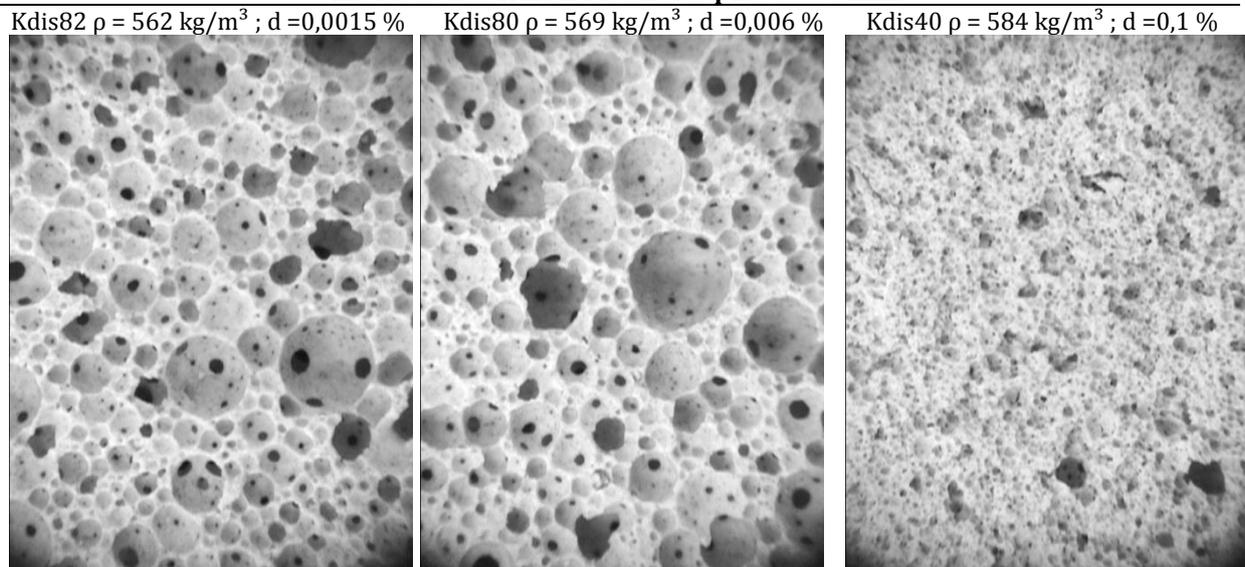
L'évolution de la structure porale de la série Hostapur OSB à masse volumique constante est présentée dans le Tableau C. 14. La mousse Kdis24 ($d = 0,006$ %) fournit la meilleure performance mécanique ($R_c = 2,90$ MPa). Sa structure semble être polydisperse, mais les bulles semblent peu connectées. Un dosage inférieur (Kdis25 ; $d = 0,003$ %) entraîne une modification locale de la structure, de rares grosses bulles sont présentes et témoignent de phénomènes de coalescence. La quantité en tensioactif devenant critique, quelques ruptures de membrane sont

apparues avant la prise engendrant la création de grosses bulles fragilisant localement la structure. De ce fait, la résistance associée à la mousse Kdis25 est inférieure à celle de la mousse Kdis24 qui présente une structure plus homogène. La mousse Kdis20 contient une forte quantité de tensioactif ($d = 0,1 \%$), l'excès de tensioactif se traduit par une surface totale de bulle très importante. De très nombreuses interfaces sont apparues lors du malaxage simple et de l'application de la méthode dissociée et se sont maintenues jusqu'à la prise. La structure associée est très fragile.

Les structures associées à la série issue du CTAB ($\rho_{\text{moy}} = 570 \text{ kg/m}^3$), sont présentées Tableau C. 15. La performance optimale de cette série est obtenue avec la mousse Kdis80, pour un dosage caractéristique d_c identique aux deux séries Hostapur OSB. Les structures porales des mousses Kdis82 et Kdis80 sont très proches, ces structures sont polydisperses et présentent quelques connectivités entre bulles. La similarité de structure ne se retrouve pas dans les valeurs de résistances mécaniques associées à ces deux mousses, la mousse Kdis82 à une résistance $R_c = 1,83 \text{ MPa}$ tandis que la mousse Kdis80 à une résistance mécanique de $3,49 \text{ MPa}$. Cette mousse Kdis80 présente la meilleure performance mécanique atteinte par l'ensemble des mousses produites au cours de cette thèse (avec $\rho \leq 600 \text{ kg/m}^3$).

La comparaison, à l'œil nu, entre les mousses Kdis82 et Kdis80 montre qu'il est difficile d'associer une structure à une résistance mécanique. Le problème ne peut pas ici provenir d'une mauvaise cristallisation des aiguilles de gypse à cause du CTAB puisqu'il se trouve en faible quantité, le dosage étant inférieur à celui de Kdis80. Il est également possible que cette vue en coupe ne soit pas représentative de la structure totale, des phénomènes de coalescence localisée ont pu apparaître comme cela est le cas pour la mousse d'Hostapur OSB Kdis25 (Tableau C. 14). Un fort excès de tensioactif (mousse Kdis40 - $d = 0,1 \%$) est, comme pour la mousse Kdis20, associé à une structure contenant beaucoup de petites bulles. Cette structure conduit à une mauvaise résistance mécanique.

Tableau C. 15. Masse volumique constante ($\rho_{\text{moy}} = 570 \text{ kg/m}^3$) : Evolution de la structure porale des mousses de CTAB. Hauteur des photos = 5 mm.



L'étude la structure porale de ces 2 séries révèle que l'optimum de résistance mécanique est associé à une structure plutôt polydispense. Pour les trois séries étudiées, l'optimum de résistance est obtenu pour une valeur commune du dosage en tensioactif appelé dosage caractéristique, $d_c = 0,006 \%$. Ce dosage caractéristique en Hostapur OSB est très proche du dosage ($d = 0,0045 \%$), présenté (partie B.4.4), permettant un bon maintien de la membrane

entre deux bulles au sein d'un gel de Carbopol® malgré l'augmentation de volume simultanée de ces deux bulles.

L'Hostapur OSB et le CTAB appartiennent au même groupe de tensioactifs. Ils présentent un comportement similaire dans l'eau pure (essais sur la tension de surface, moussabilité). Il semble donc logique que ces deux tensioactifs optimisent les performances mécaniques des mousses de Kerysten® pour un dosage d_c identique.

L'étude de l'évolution de la conductivité thermique de l'ensemble des mousses de Kerysten® présentée précédemment (Figure C. 25) a permis d'identifier une relation linéaire entre la masse volumique et la conductivité thermique. Cependant, l'évolution de la conductivité thermique en fonction du dosage en tensioactif, à masse volumique identique présentée (Figure C. 32 – droite) révèle que le dosage caractéristique d_c , associé à l'optimisation de la résistance mécanique correspond globalement à un pessimum d'un point de vue de l'isolation thermique. Ce résultat est toutefois à nuancer, la variation de conductivité thermique présentant une faible amplitude au regard de l'amplitude des résistances mécaniques associées à ces différents dosages.

C.6.3.7 Performances acoustiques

Les deux précédents paragraphes indiquent que l'étude de la structure porale et son lien avec les performances thermomécaniques à partir d'une visualisation 2D ne sont pas aisés. Un lien entre la structure porale et les propriétés acoustiques du matériau peut être recherché. Les méthodes de caractérisation non destructive utilisées ont été présentées dans la partie C.2.2.10. L'essai Pundit® associe les vitesses de propagation des ondes longitudinales et transversales au module acoustique $E_{a,P}$ (équation (C. 9)). Le second essai, essai Erudite® relie la fréquence de résonance, la masse volumique et la longueur de l'échantillon à son module acoustique $E_{a,E}$ (équation (C. 11)). La pertinence de ces essais pour caractériser des matériaux denses est établie depuis longtemps. Plusieurs essais sont réalisés avec des matériaux présents au laboratoire (béton classique, acier, aluminium) pour vérifier que ces deux appareils fournissent des résultats satisfaisants (voir annexe C.3). En revanche, la validité de ces techniques n'est pas établie en présence de matériaux peu denses, poreux.

L'intégralité des mousses de Kerysten® n'a pas été testée. Ces essais acoustiques se sont focalisés sur l'échantillon sans tensioactif KMS00 et 24 mousses aux propriétés particulières réparties en cinq groupes. : une série de répétabilité, les séries à dosage constant (Microair, CTAB et OSB) et une série à masse volumique constante avec le Cetrimide. Les caractéristiques identifiées lors de ces essais sont regroupées dans l'annexe C.2.

Le module d'Young de l'échantillon KMS00 vaut 30,4 MPa. Cette valeur est comparée au résultat de l'essai Pundit® $E_{a,P} = 33,6$ MPa puis à celui de l'Erudite® $E_{a,E} = 28,4$ MPa. Le Pundit® surestime le module d'Young d'environ 10 % tandis que l'Erudite® donne une valeur inférieure d'environ 7 %. Les résultats des 24 autres échantillons sont présentés dans la Figure C. 33.

La Figure C. 33 indique que les ordres de grandeur des trois modules sont similaires. Les résultats fournis par l'essai Erudite® semblent toutefois fournir des valeurs de modules inférieures aux modules mécaniques.

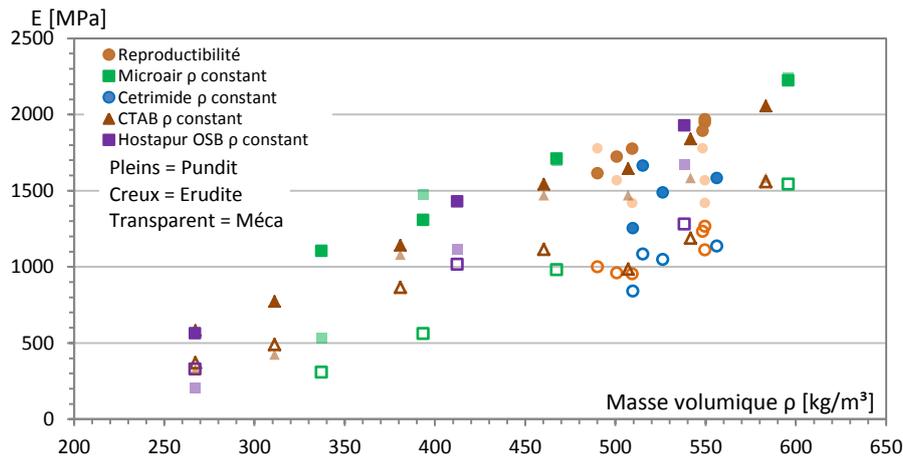


Figure C. 33. Essais acoustiques : Evolution des modules d'Young (Pundit®, Erudite® et mécanique) en fonction de la masse volumique pour les 5 groupes.

Afin d'avoir une meilleure visualisation, la Figure C.34 comparant les valeurs du module d'Young estimé par les deux méthodes acoustiques aux valeurs du module d'Young mesuré lors des essais de compression est introduite :

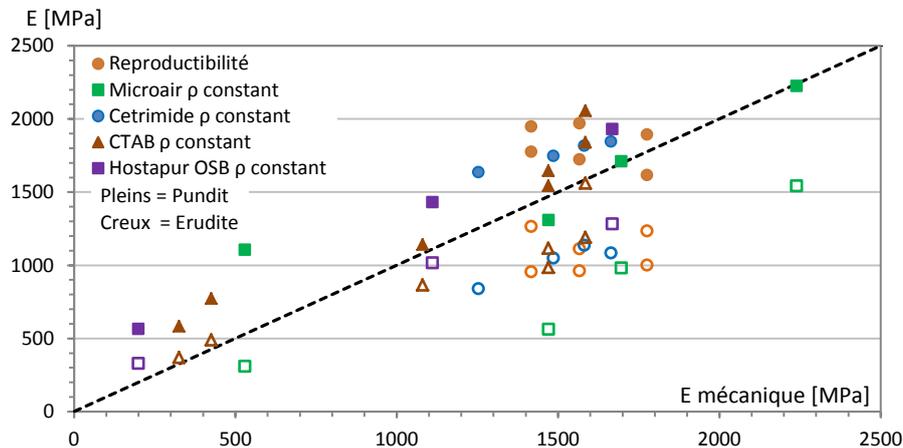


Figure C. 34. Essais acoustiques : Comparaison des valeurs de modules d'Young acoustiques aux modules d'Young mécaniques des mousses de Kerysten® pour les 5 groupes.

Les essais au Pundit® (marqueurs pleins) surestiment le module d'Young mécanique. Dans les mousses étudiées, la matrice est dense et les ondes y circulent rapidement. À masse volumique d'échantillon identique, les ondes se propagent plus vite dans la matrice solide d'une mousse que dans un matériau homogène équivalent. Ce phénomène permet d'expliquer la surestimation des valeurs de module d'Young constatée avec la méthode Pundit® par rapport aux valeurs issues d'essais mécaniques. Les essais sur Erudite® (marqueurs creux) conduisent à une sous-estimation du module d'Young mécanique. Ces résultats sont également assez dispersés. Cette technique est basée sur la détection d'une fréquence de résonance caractéristique du matériau. La structure porale étant très complexe, la fréquence de résonance détectée semble peu en lien avec le module mécanique de la mousse.

Les mousses testées appartiennent à différents groupes. Cependant, il est difficile d'identifier une logique de classement à partir des résultats des essais acoustiques présentés sur la Figure C.34. La caractérisation des mousses par ces méthodes acoustiques reste donc difficile à interpréter. Le Pundit® génère une bonne approximation des performances mécaniques. La technique de caractérisation Erudite® ne semble pas adaptée en raison de la complexité des structures porales qui affecte considérablement l'interprétation du signal.

C.7 Mousses modèles

Dans le but d'apporter quelques éléments à l'étude de la relation entre structure porale et propriétés des structures, le recours à des structures porales plus simples et maîtrisées est envisagé. À cette fin, des mousses modèles (MM) sont fabriquées à l'aide d'un plâtre commercial dans lequel sont insérées des billes de polystyrène de dimensions connues. Ces « mousses » présentent des granulométries d'occlusions maîtrisées et une structure finale plus simple que celle des mousses fabriquées avec la méthode dissociée.

Ces mousses particulières sont utilisées afin d'étudier le lien entre structure et les performances mécaniques (module d'Young identifié par méthode acoustique et lors d'essais mécaniques, résistance à la compression). Ces mousses seront également utilisées dans la partie D afin de valider une méthode de passage entre granulométries surfacique et volumique. L'ensemble de la méthode sera détaillé dans la partie D.

C.7.1 Formulation des mousses modèles

Les mousses modèles sont fabriquées grâce à l'assemblage de trois constituants : le plâtre, l'eau et les billes de polystyrène (Tableau C. 17). Le plâtre et les billes sont tout d'abord mélangés à vitesse lente dans le malaxeur pendant une minute puis l'eau est ajoutée. L'ensemble est ensuite malaxé à vitesse lente (30 secondes) puis à vitesse rapide (1 minute 30). La pâte est ensuite rapidement coulée dans les moules cylindriques (H = 200 mm, D = 80 mm). Les mousses modèles sont sciées afin de produire un échantillon ayant les mêmes dimensions que les autres mousses produites (H = 80 mm, D = 80 mm). Le taux de gâchage ($E/L = 0,46$) a été fixé lors d'essais préliminaires afin de garantir une consistance suffisante sans trop d'occlusions d'air. La pâte doit être suffisamment ferme pour empêcher les billes de polystyrène de remonter à la surface par poussée d'Archimède et suffisamment fluide pour pouvoir être introduite de façon uniforme dans les moules. Afin d'assurer un bon remplissage des moules, ils sont frappés 3 fois à la main contre la paillasse à la moitié du remplissage puis à la fin du remplissage afin d'assurer une bonne homogénéité.

Tableau C. 16. Composition des mousses modèles

Constituants	Plâtre à mouler	Eau	Billes de polystyrène
Masse [g]	500	228	5, 10 ou 15 g

Deux types d'échantillons modèles sont produits :

- Monodisperse : L'échantillon ne contient qu'une seule classe granulaire de billes
- Bidisperse : L'échantillon contient un mélange équi-massique de 2 classes granulaires.

L'ensemble des compositions des 13 mousses modèles créées est référencé dans le Tableau C. 17. L'échantillon MM00 correspond au plâtre simplement moulé, sans addition de billes.

Tableau C. 17. Quantité de billes de polystyrène des mousses modèles.

Éprouvette	MM00	MM32	MM25	MM26	MM29	MM27	MM30
Billes	0	5g 34	5g 35	5g 36	10g 35	10g 36	10g 37
ρ [kg/m ³]	1365	1092	1002	1064	945	900	853
Éprouvette	MM34	MM31	MM40	MM35	MM38	MM24	MM28
Billes	15g 34	5g 37-35	10g 37-35	10g 34-36	15g 34-36	15g 35	15g 36
ρ [kg/m ³]	778	1072	895	895	761	749	768

C.7.2 Propriétés de la suspension concentrée

L'essai au pot à densité permet d'obtenir la masse volumique de pâte fraîche du plâtre à mouler $\rho_{\text{pâte}} = 1711 \pm 30 \text{ kg/m}^3$. La suspension minérale est légèrement plus légère que celle de l'échantillon de Kerysten® sans tensioactif KMS00 ($\rho_{\text{pâte, KMS00}} = 1792 \pm 30 \text{ kg/m}^3$). Un essai d'étalement est réalisé sur la pâte de plâtre à mouler. Cette pâte est volontairement très ferme afin d'y piéger les billes de polystyrène. L'essai d'étalement présenté dans la partie C.2.2.6 n'est pas pertinent ici, car l'étalement est nul (Figure C. 35). Les limites du modèle sont atteintes. La mesure du seuil à l'aide d'une géométrie vane aurait ici été plus pertinente. Néanmoins, la valeur exacte du seuil importe peu. Il est raisonnable de penser que le seuil de mise en écoulement est très supérieur à 200 Pa. Le plâtre utilisé a un temps de prise court. Aucun retardateur de prise n'a été ajouté. La pâte est « gelée » en environ 4 minutes et prise à 5 minutes.



Figure C. 35. Essai d'étalement du plâtre à mouler.

C.7.3 Propriétés de la matrice durcie

C.7.3.1 Masse volumique

La masse volumique du gypse sec sans bille (noté MM00) est obtenu après stabilisation par pesée et mesure des dimensions, $\rho_{\text{plâtre}} = 1359 \pm 30 \text{ kg/m}^3$. Aucun superplastifiant n'a été ajouté, contrairement à KMS00 ($\rho_{\text{KMS00}} = 1564 \pm 30 \text{ kg/m}^3$). Les masses volumiques de pâte étant assez proches, la différence de taux de gâchage explique l'importante chute de masse volumique de MM00.

C.7.3.2 Caractérisations mécanique et acoustique

L'échantillon cylindrique de plâtre sans bille (MM00) est conservé dans le laboratoire. La mesure quotidienne de la masse volumique et des vitesses de propagation de l'onde acoustique dans le matériau permettent d'évaluer les conditions d'hydratation et de séchage du matériau de 2 façons différentes. La Figure C. 36 montre une forte diminution de la masse volumique passant de 1711 à 1359 kg/m^3 en 12 jours. Le rapport de ces masses volumiques est $C = 1359/1711 = 0,794$. La chute de masse volumique correspond à l'évaporation progressive de l'eau non utilisée pour la formation de cristaux de sulfate de calcium. En parallèle, les vitesses longitudinales et transversales des ondes augmentent et sont à peu près également stabilisées en 12 jours. L'augmentation des vitesses traduit une augmentation des propriétés mécaniques de l'échantillon. L'acquisition d'une rigidité est donc bien liée au séchage de la matrice de gypse.

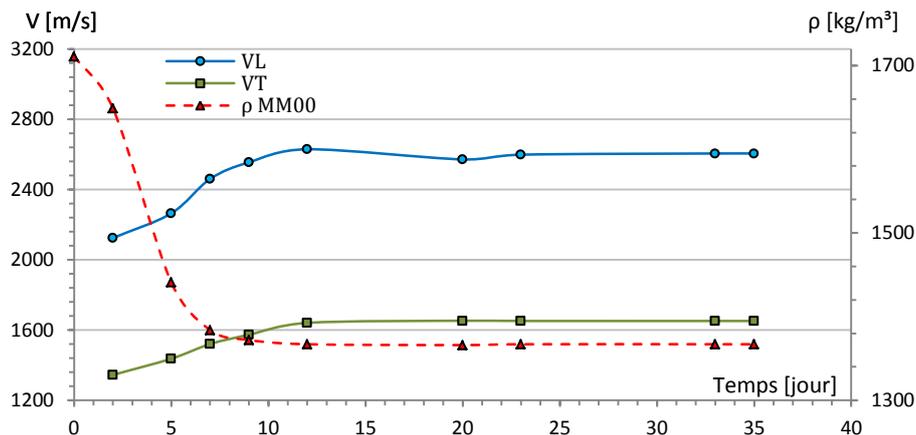


Figure C. 36. Echantillon MM00 sans bille : Evolution de la masse volumique et de la vitesse longitudinale et transversale en fonction du temps.

L'essai de compression de l'échantillon MM00 indique une résistance à la compression $R_c = 17,3$ MPa et un module d'Young $E = 5093$ MPa. Le comportement mécanique est similaire au comportement de la mousse de Kerysten® présentée sur la Figure C. 17 (gauche). La rupture est fragile et il n'y a pas de résistance résiduelle post-pic.

C.7.4 Performances des mousses modèles

C.7.4.1 Masse volumique

Il est possible d'estimer la masse volumique théorique des mousses modèles en considérant que la perte de masse au séchage de ces mousses provient uniquement de la perte de masse dans la matrice de gypse. Le polystyrène est considéré imperméable. À partir de la mesure de la perte de masse (en pourcentage C) de l'échantillon MM00 (sans bille) en fonction du temps et en connaissant la fraction massique et volumique des composants de l'échantillon considéré (mousse modèle avec billes de polystyrène), la masse volumique théorique des mousses modèles durcies est estimée par la formule suivante [149]:

$$\rho_{théorique} = \frac{\rho_{p\grave{a}te} \times \rho_{bille} (m_{bille} + m_{p\grave{a}te} \times C)}{m_{p\grave{a}te} \times \rho_{bille} + m_{bille} \times \rho_{p\grave{a}te}} \quad (C. 20)$$

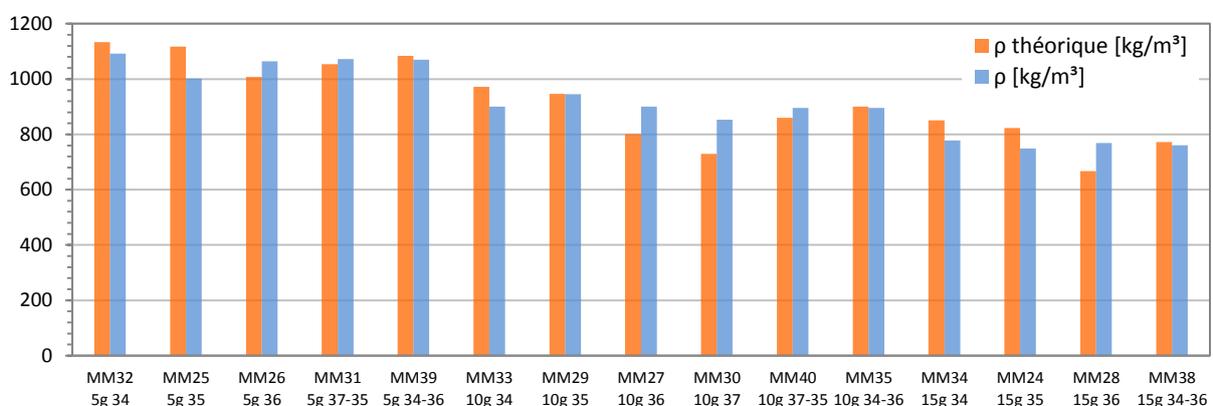


Figure C. 37. Ecart entre masses volumiques théoriques et expérimentales pour les mousses modèles.

Des écarts non négligeables existent entre les masses volumiques théoriques et expérimentales (Figure C. 37). Afin d'expliquer ce phénomène, l'écart moyen entre ces deux masses volumiques est calculé, par classe granulaire, sur les échantillons monodisperses (Figure C. 38).

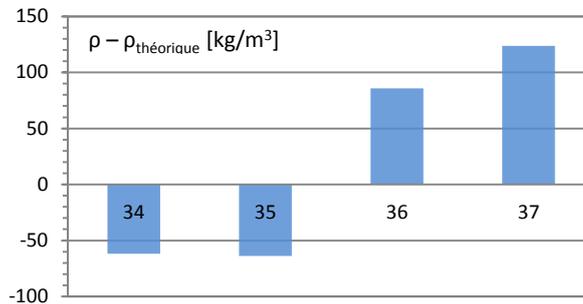


Figure C. 38. Ecarts moyens entre masses volumiques théoriques et expérimentales pour les mousses modèles monodisperses.

Les mousses modèles fabriquées avec des grosses billes (36 et 37) présentent une masse volumique supérieure à la valeur théorique attendue. L'explication provient du processus de moulage particulier. La fluidité du mélange (pâte + billes) n'est pas suffisante pour une mise en place par gravité dans le moule. Le moule subit 6 chocs manuels contre la paillasse afin d'assurer une bonne répartition du mélange. Les grosses billes possèdent à la fois un grand volume et une faible masse volumique. Ces deux caractéristiques augmentent le phénomène de remontée des billes par poussée d'Archimède. La partie supérieure de l'échantillon initial étant éliminée par sciage. La masse volumique moyenne de l'échantillon est donc supérieure à la valeur théorique.

C.7.4.2 Performances mécaniques et acoustiques

La comparaison entre les modules mécanique et acoustique est présentée sur la Figure C. 39 :

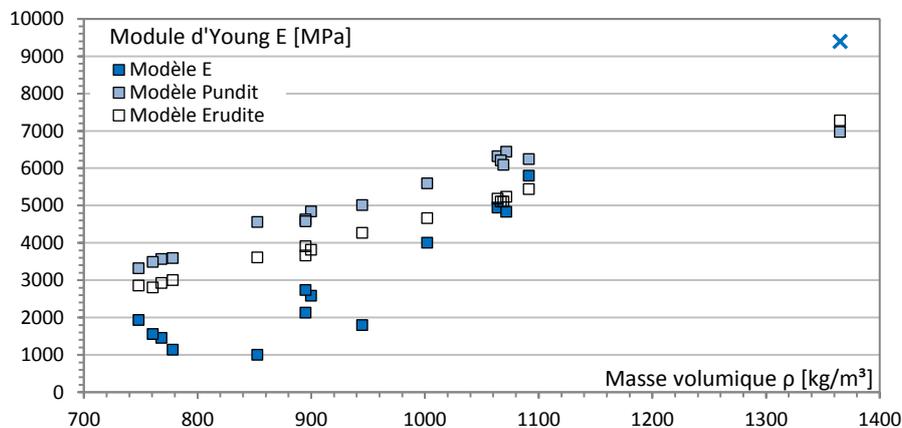


Figure C. 39. Evolution des modules d'Young mécanique et acoustique.

Les résultats obtenus sur les mousses modèles avec les deux méthodes acoustiques testées conduisent aux constats suivants. Les modules d'Young acoustiques évoluent de façon cohérente en fonction de la masse volumique (Figure C. 39). Le module élastique identifié par essai mécanique apparaît beaucoup plus dispersé.

Il est impossible de distinguer à partir de ces résultats un quelconque effet de structure, l'influence de la masse volumique étant visiblement prédominante par rapport à un effet de taille des occlusions. Les méthodes acoustiques ne semblent donc pas adaptées à une caractérisation discriminante des systèmes poreux modèles, à l'image de ce qui était constaté en présence des mousses minérales.

C.8 Visualisations au MEB

Les précédents essais ont montré une aptitude plus ou moins grande de chaque tensioactif à produire des mousses minérales satisfaisant les trois objectifs de performances fixés. Une relation entre la structure porale et les performances mécaniques n'a pu être identifiée à partir de simples analyses visuelles de la structure porale des échantillons. Ce point sera reconsidéré dans la partie D du mémoire.

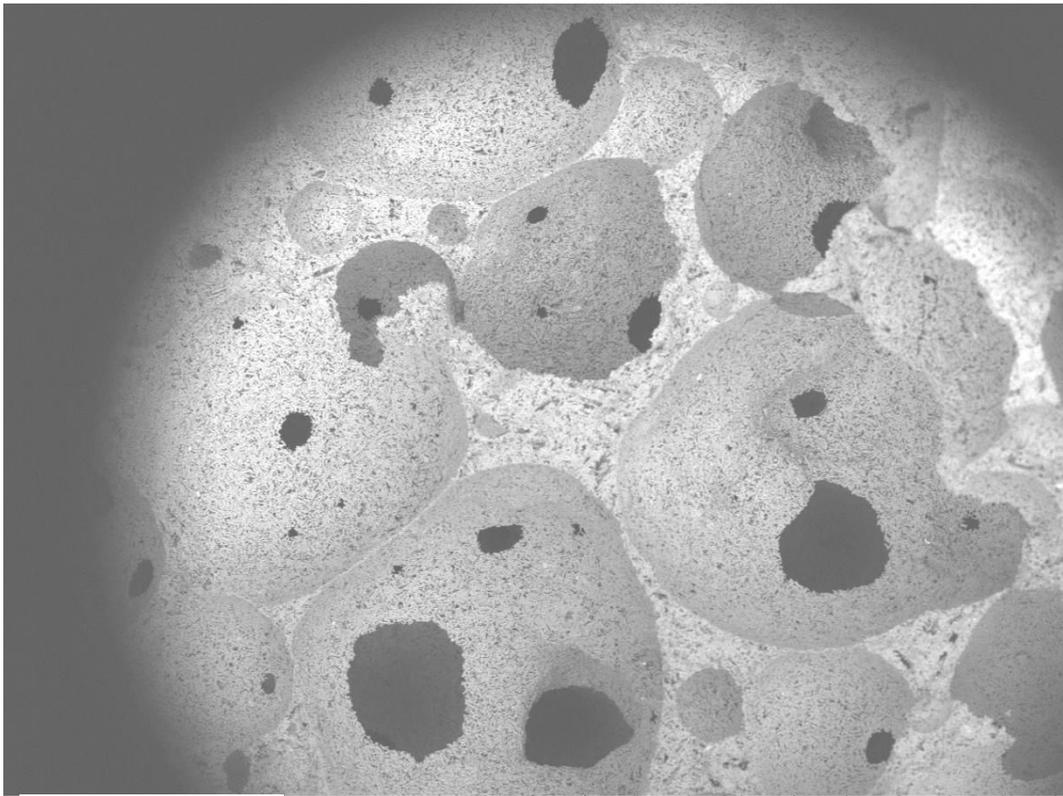
L'ajout de tensioactif dans la formulation des suspensions est nécessaire à la formation des bulles. Les précédentes visualisations montrent que sa nature et son dosage modifient la taille et la distribution des bulles au sein de la matrice. Il peut également avoir un impact sur l'hydratation du gypse et/ou du ciment et sa cristallisation. Afin d'étudier l'effet de la nature et du dosage en tensioactif sur la matrice, plusieurs visualisations sont réalisées à l'aide d'un MEB.

Les mousses minérales analysées dans le cadre de cette étude correspondent uniquement à des mousses de Kerysten®. Les caractéristiques de ces mousses sont regroupées dans le Tableau C. 18 :

Tableau C. 18 : Essais MEB, liste des mousses analysées.

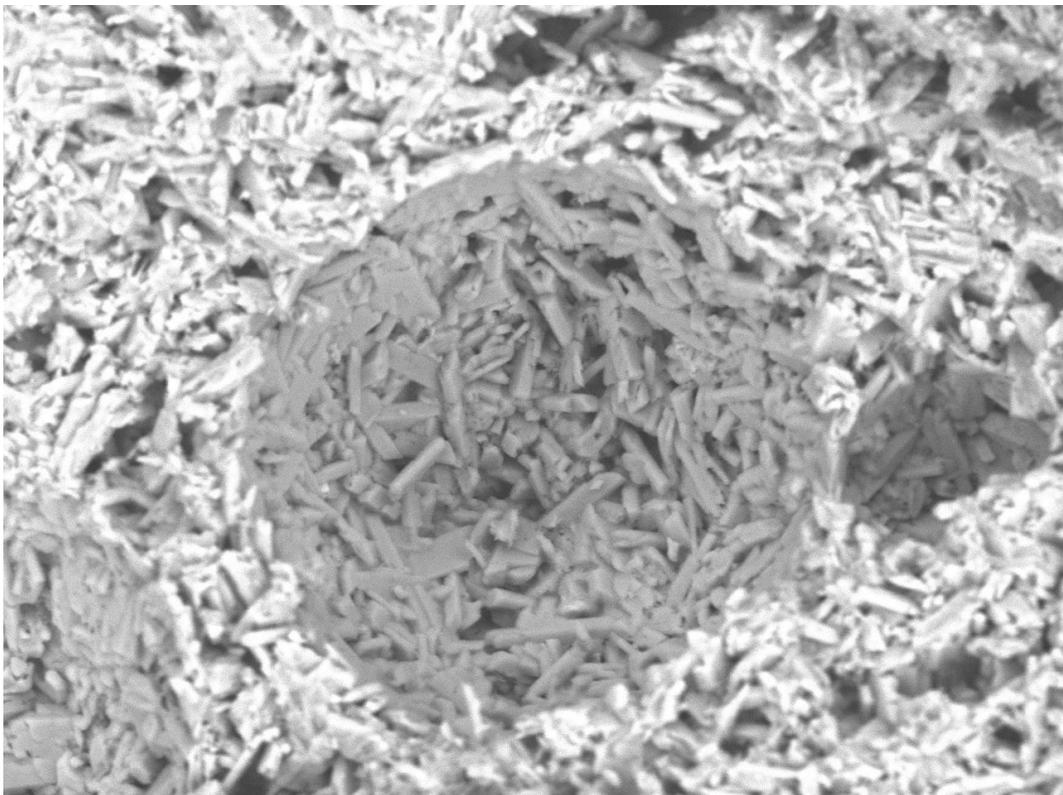
Unité	Tensioactif	dosage d	Pâte fraîche		Mousse durcie					Analyse surfactive		3D
			ρ	τ_s pâte	ρ	Φ	λ	R_c	E	Photo	MEB	Tomo
		%	kg/m ³	Pa	kg/m ³	%	W/(m.K)	MPa	MPa	-	-	-
Kdis79	CTAB	0,013	1728	1,23	564	64	0,18	3,31	1977	oui	oui	oui
Kdis80	CTAB	0,006	1796	1,28	569	64	0,18	3,49	1522	oui	oui	
Kdis82	CTAB	0,002	1776	1,15	562	64	0,18	1,83	770	oui	oui	oui
Kdis70	Hostapur OSB	0,006	1672	1,43	475	70	0,15	2,59	1481	oui	oui	
Kdis68	Hostapur OSB	0,025	1608	1,37	440	72	0,14	1,76	1046	oui	oui	
Kdis72	Hostapur OSB	0,002	1768	1,51	472	70	0,15	1,95	1148	oui	oui	
Kdis30	Cetrimide	0,250	962		324	79	0,10	0,34	275	oui	oui	
Kdis62	Cetrimide	0,025	1536	1,20	422	73	0,13	1,53	947		oui	
KMP09	Neopor	0,480			512	67	0,12	0,41	369		oui	oui
Kdis118	Neopor	0,120	1728	0,67	395	75	0,11	0,38	47		oui	

Les visualisations au MEB sont réalisées à trois grossissements permettant de passer d'une vue globale à l'échelle de quelques alvéoles (grossissement x100 - Figure C. 40) à une vue locale à l'échelle cristalline (grossissement x5000 - Figure C. 42). Le grossissement intermédiaire x1500 permet une meilleure compréhension des phénomènes mis en jeu (Figure C. 41). Il sera principalement utilisé pour les interprétations.



Kdis80 2014/01/20 D7.2 x100 1 mm

Figure C. 40. MEB : mousse CTAB Kdis80 ($d = 0,006 \%$) - $\rho = 1796 \text{ kg/m}^3$ - x100



Kdis80 2014/01/20 D4.1 x1.5k 50 um

Figure C. 41. MEB : mousse CTAB Kdis80 ($d = 0,006 \%$) - x1500

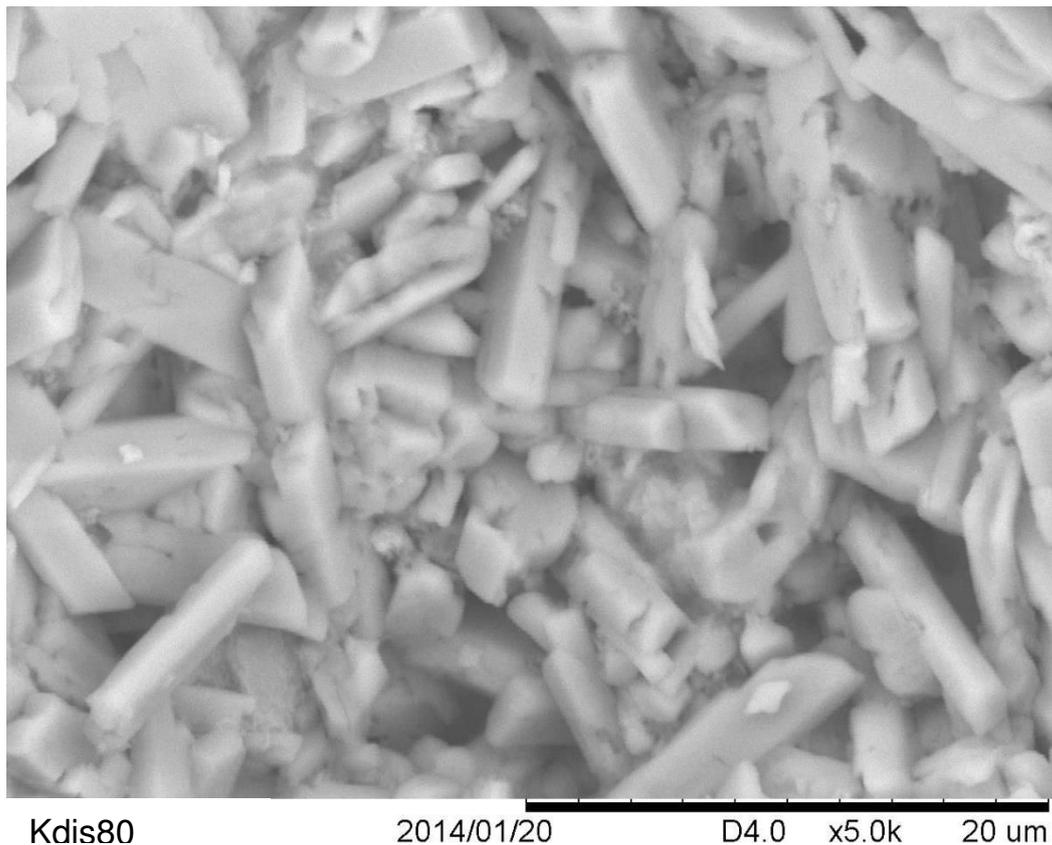


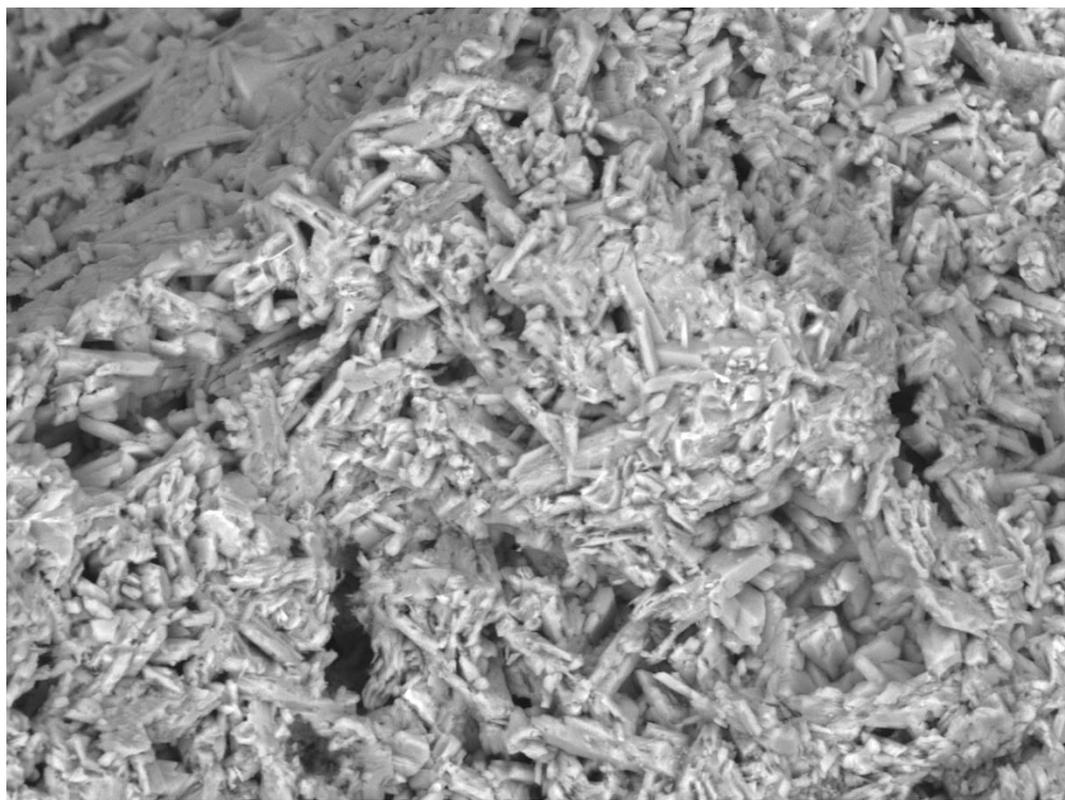
Figure C. 42. MEB : mousse CTAB Kdis80 (d = 0,006 %) - x5000

C.8.1 Mousses OSB : série à masse volumique constante

Afin de comprendre l'action de l'Hostapur OSB sur l'hydratation du liant, les visualisations MEB des mousses Kdis72, Kdis70 et Kdis68 sont présentées (Figure C. 43, Figure C. 44 et Figure C. 45). Ces mousses sont respectivement fabriquées avec un dosage correspondant à un quart, une fois et quatre fois le dosage caractéristique.

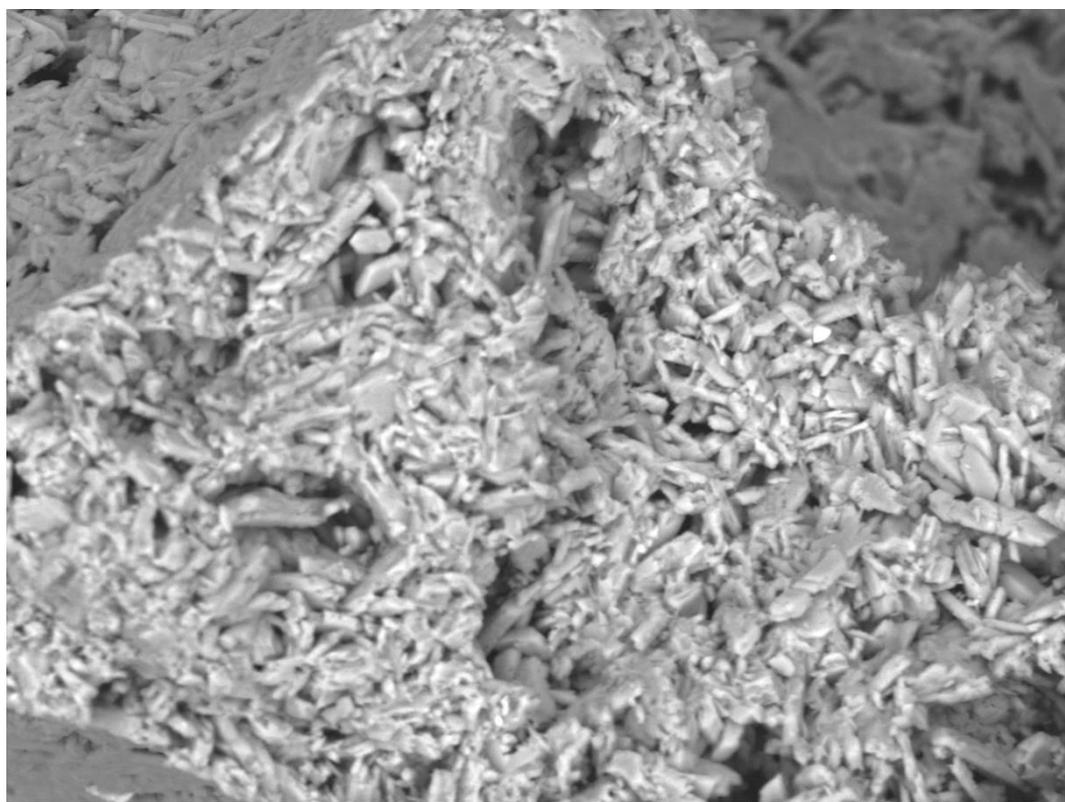
Sur chacune des visualisations présentées, les aiguilles de gypse sont visibles. L'assemblage des aiguilles de gypse est associé à une structure minérale floconneuse, plus diffuse, qui correspond aux hydrates du ciment. Le contour des cristaux de gypse et leur état de surface constituent deux indicateurs d'interprétation vis-à-vis de la structure cristalline. Les conditions de contact entre minéraux sont également un indicateur important vis-à-vis de la résistance de la matrice.

Il apparaît que les cristaux de Kdis72 et Kdis70 sont plus altérés en surface que ceux de Kdis68. Les tailles de cristaux, par contre, ne semblent pas modifiées. Le contact entre grains n'est visiblement pas modifié non plus.



Kdis72 2013/06/20 D6.3 x1.5k 50 um

Figure C. 43. MEB : Mousse Hostapur OSB Kdis72 (d = 0,0015 %).



Kdis70 2013/06/20 D6.3 x1.5k 50 um

Figure C. 44. MEB : Mousse Hostapur OSB Kdis70 (d = 0,06 %).

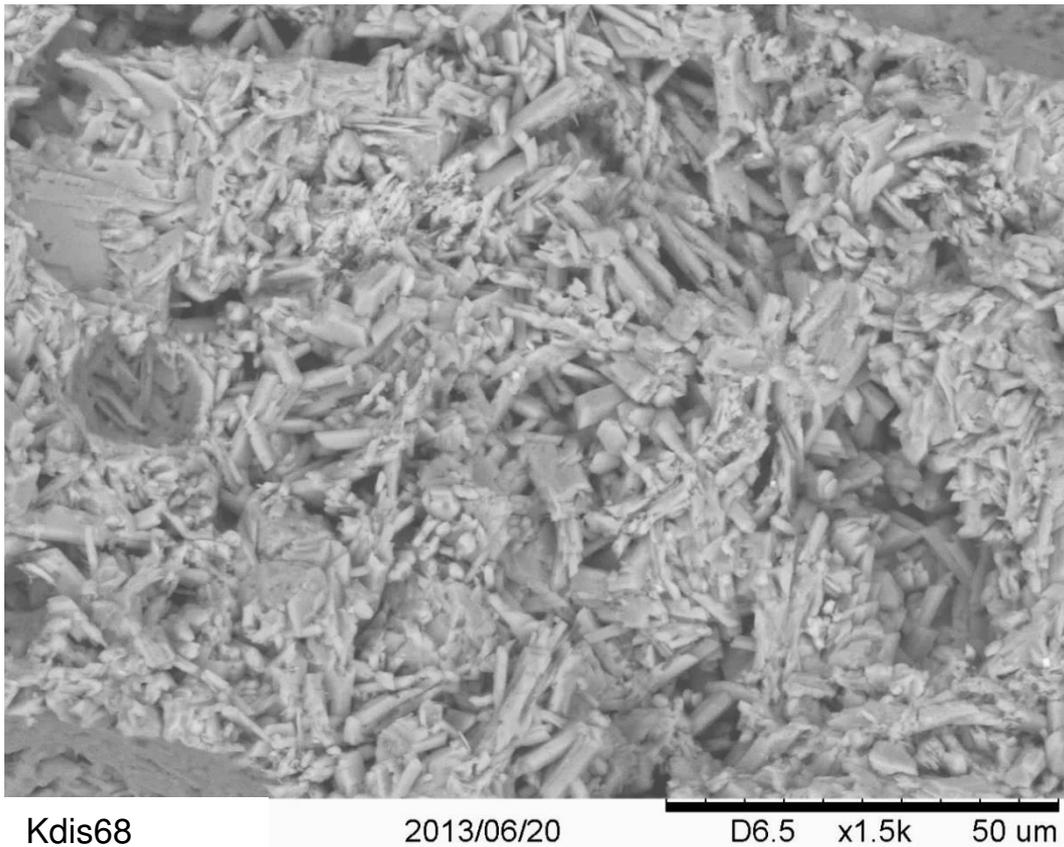
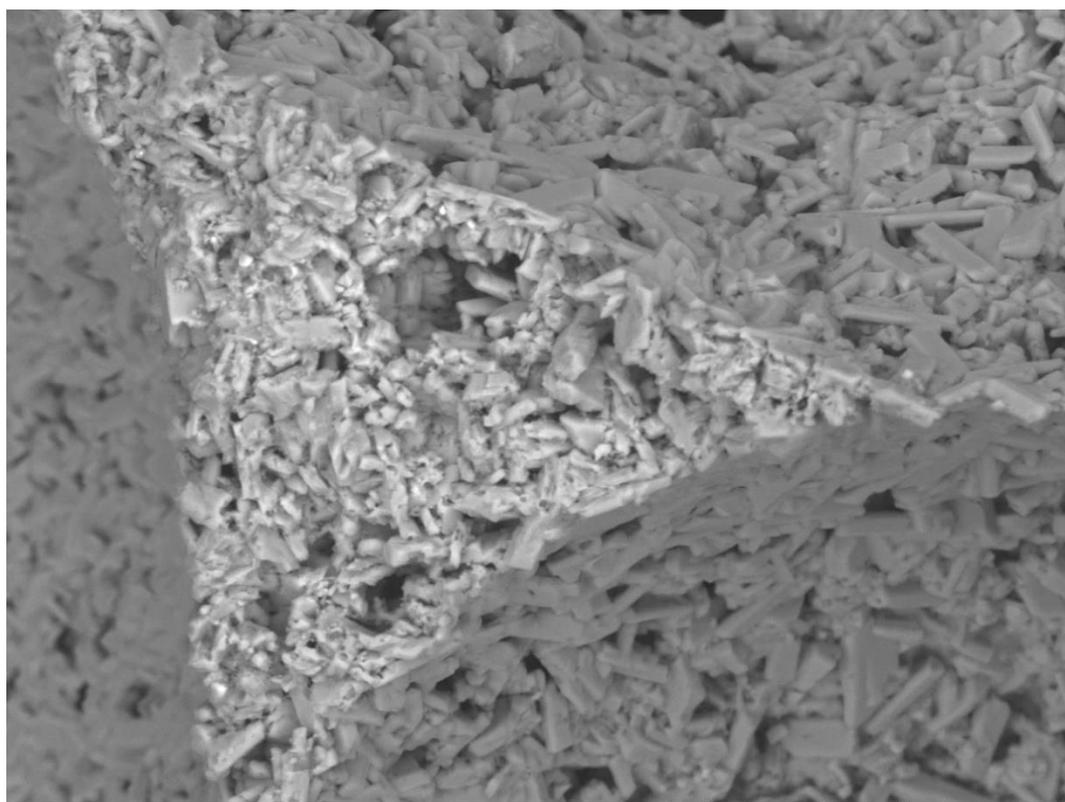


Figure C. 45. MEB : Mousse Hostapur OSB Kdis68 ($d = 0,025\%$).

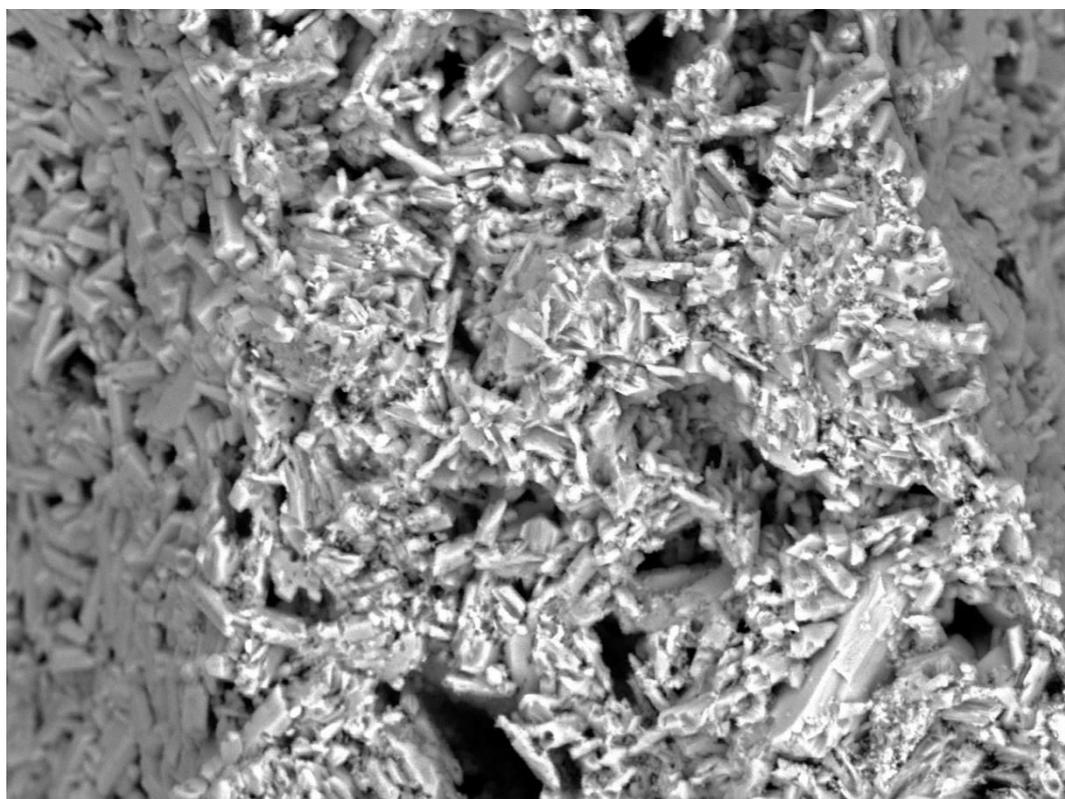
C.8.2 Mousses CTAB

Deux visualisations de mousses de CTAB sont présentées Figure C. 46 et Figure C. 47. Les mousses Kdis82, et Kdis79 sont respectivement fabriquées avec un dosage correspondant à un quart et quatre fois le dosage caractéristique. Les cristaux de gypse présents sur ces clichés ressemblent à ceux issus des mousses d'Hostapur OSB présentés dans la partie précédente C.C.8.1. L'augmentation du dosage en tensioactif ne semble pas sensiblement altérer la cristallisation du gypse.



Kdis82 2014/01/20 D6.1 x1.5k 50 um

Figure C. 46. MEB : Mousse CTAB Kdis82 (d = 0,0015 %).



Kdis79 2014/01/20 D4.4 x1.5k 50 um

Figure C. 47. MEB : Mousse CTAB Kdis79 (d = 0,0125 %).

Les photos MEB de l'échantillon Kdis80 (Figure C. 48 et Figure C. 49) permettent de comprendre l'influence de la taille de bulle sur les conditions d'hydratation des cristaux de gypse à l'interface d'une bulle. La première image présente une petite bulle. Cette bulle est le siège d'une forte pression interne (loi de Laplace, équation (A.2)). Cette bulle est peu déformable, lors de la croissance des cristaux (lors de la prise), ces derniers viennent donc tapisser la surface de la bulle qui se comporte alors comme une occlusion sphérique indéformable. La seconde image (Figure C. 49) permet de visualiser les cristaux de gypse en fond de bulle dans une zone où la matrice est moins compacte. L'effet de recouvrement constaté précédemment sur la petite bulle est moins visible sur cette alvéole de plus grand diamètre. Les cristaux semblent se développer pareillement à ceux de la matrice. La bulle, plus grande et donc plus déformable, offre moins de résistance au développement des cristaux.

D'un point de vue mécanique, les bulles sont des défauts où se développeront d'éventuelles fissures en cas de sollicitations. La présence de grosses bulles peut induire de mauvaises performances mécaniques non seulement à cause de la taille de ces défauts, mais également en raison d'une formation moins organisée des cristaux de gypse périphériques. À l'inverse, les petites bulles sont entourées d'un réseau dense de cristaux de gypse agissant comme « une coquille protectrice ». Les grosses occlusions sont ainsi particulièrement pénalisantes vis-à-vis de la réponse mécanique de l'ensemble.

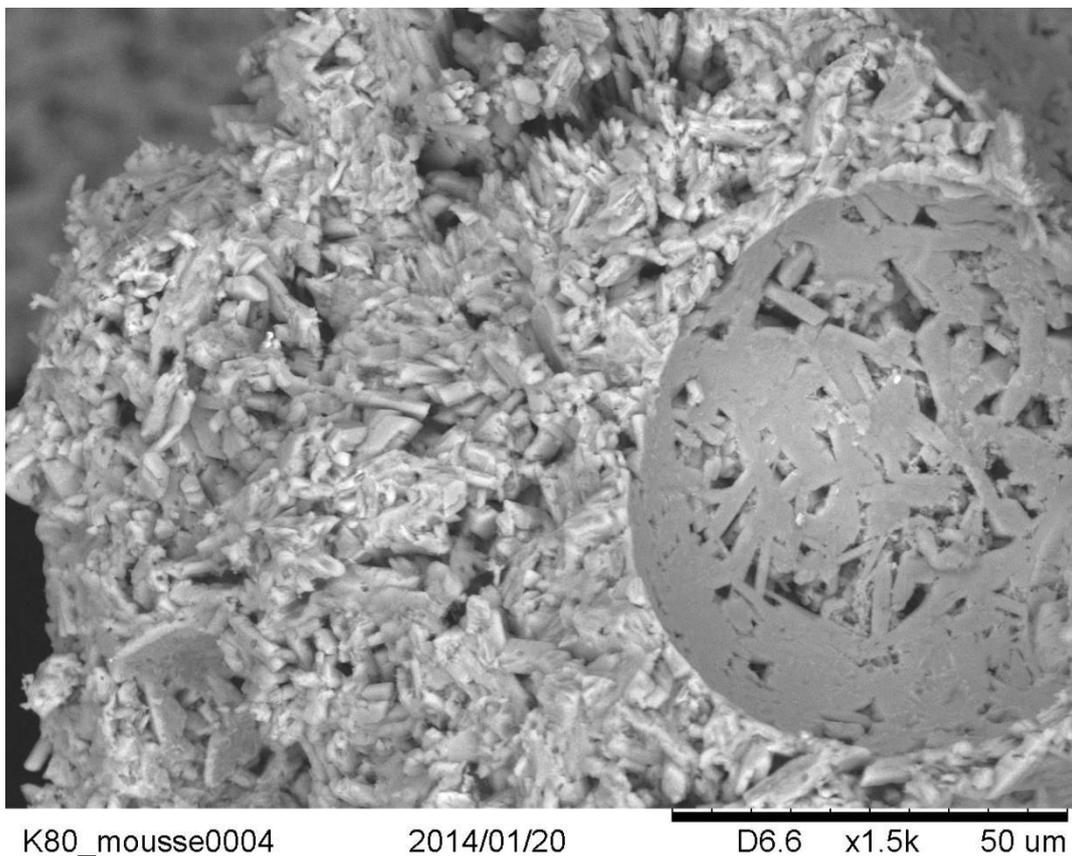


Figure C. 48. MEB : Mousse CTAB Kdis80 – petite bulle (d = 0,006 %)

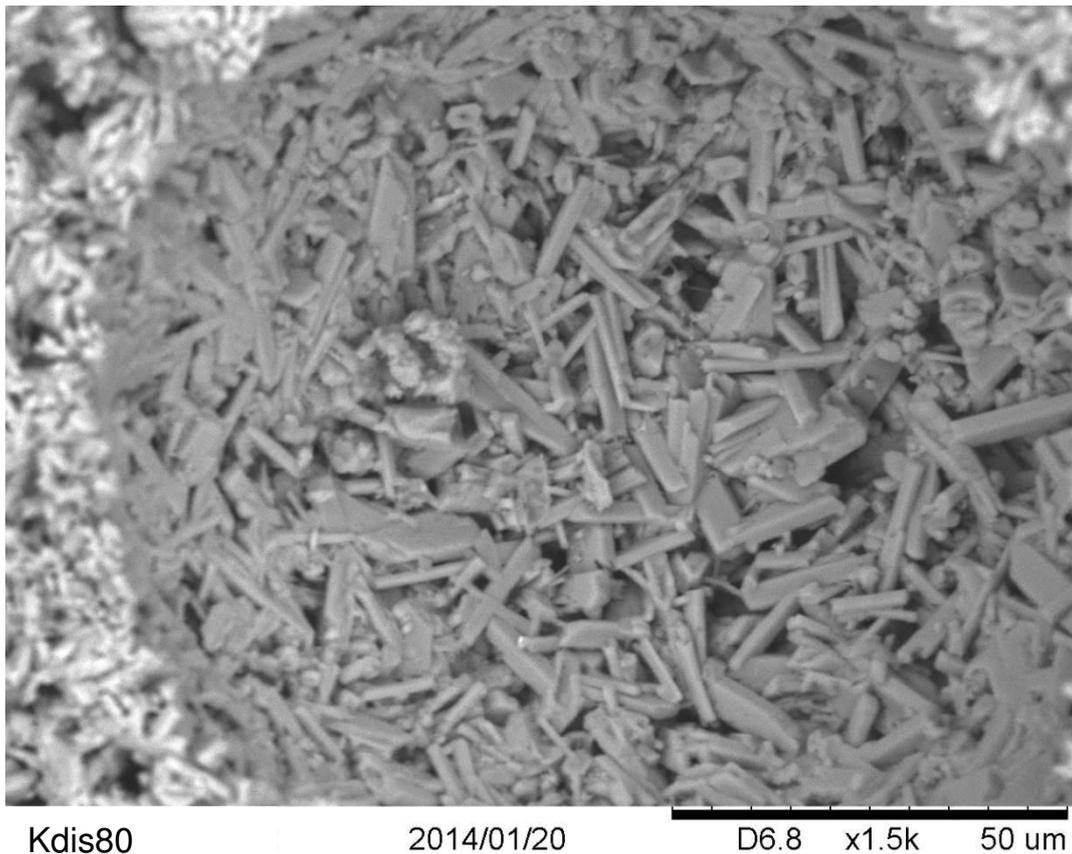
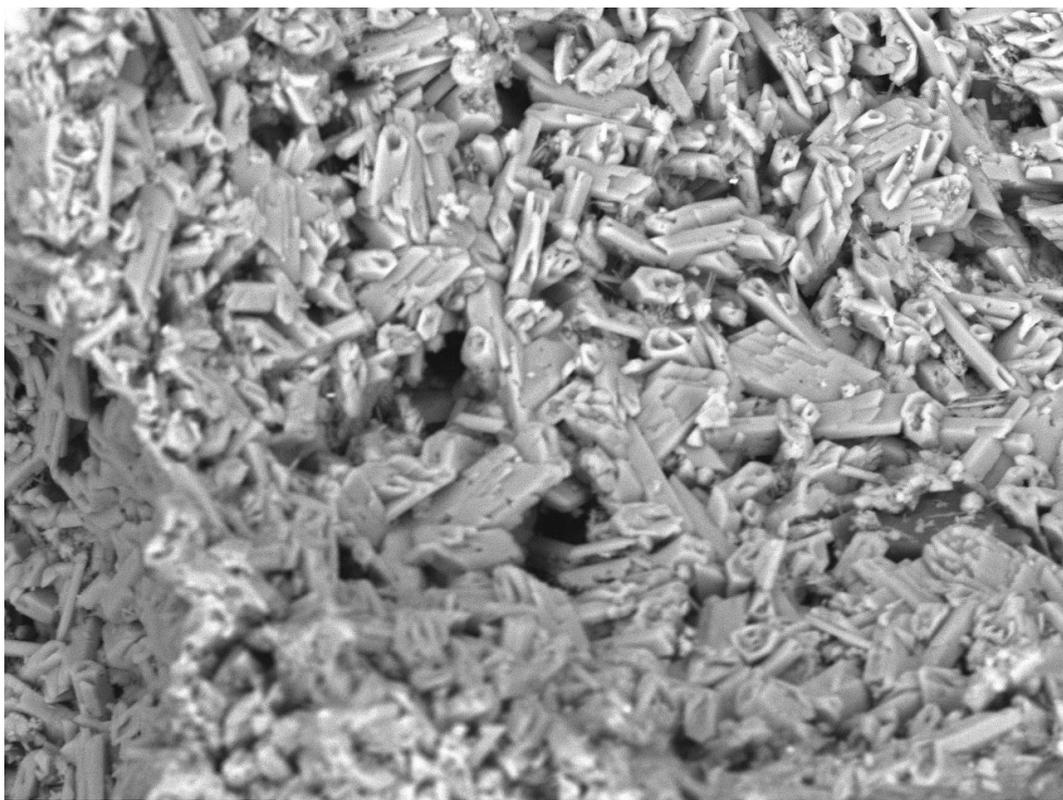


Figure C. 49. MEB : Mousses Kdis80 – grosse bulle (d = 0,006 %)

C.8.3 Mousses Cetrimide

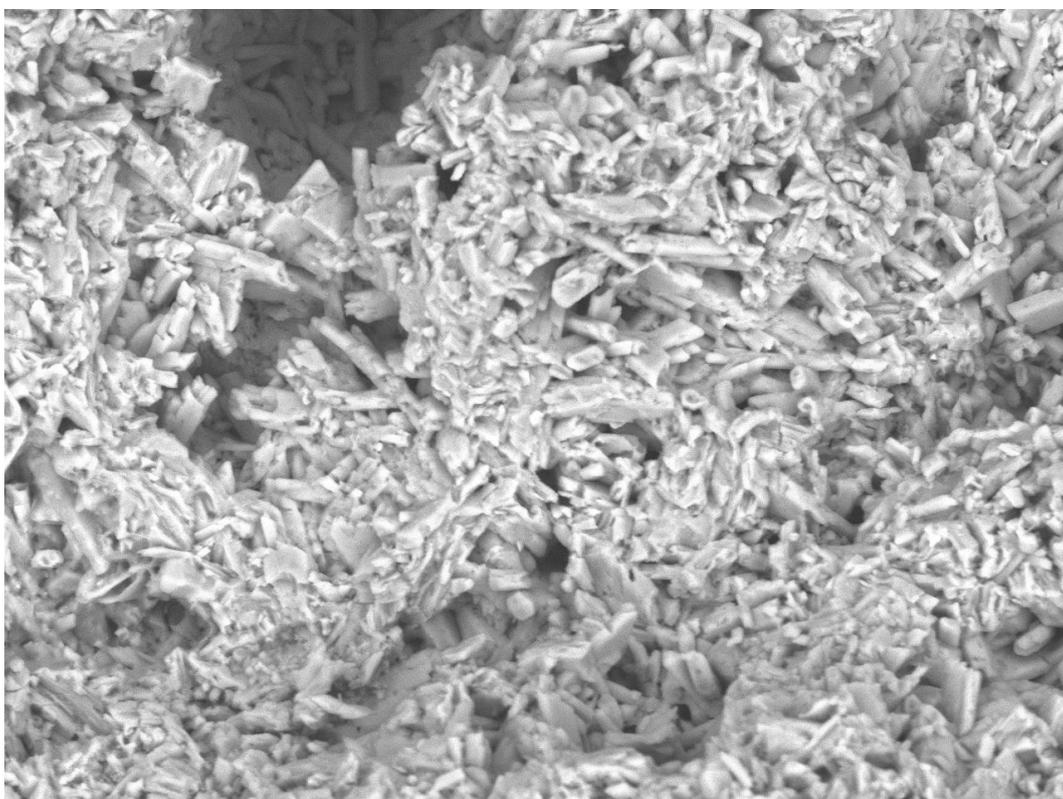
Ce tensioactif présente un comportement assez proche du CTAB et de l'Hostapur OSB lors des essais CMC. Cependant, il conduit à des performances mécaniques sensiblement plus faibles. Les photos de deux mousses de Cetrimide (Figure C. 50 et Figure C. 51) sont étudiées. La mousse Kdis30, très largement surdosée en Cetrimide (Figure C. 50) présente des cristaux de gypse différents de ceux observés avec les deux précédents tensioactifs. De nombreux cristaux sont creux aux extrémités et les surfaces des cristaux sont irrégulières et gradinées. Ces cristaux sont nécessairement moins solides que des cristaux sans défauts. Ces observations contribuent à expliquer les mauvaises performances mécaniques. Globalement la matrice paraît plus poreuse ou moins structurée que dans les cas précédents.

La mousse Kdis62 ($\rho = 422 \text{ kg/m}^3$; $R_c = 1,53 \text{ MPa}$) est une des mousses de Cetrimide les plus performantes à cette masse volumique. Cependant, les problèmes d'altération minérale mis en avant sur la photo MEB de la mousse Kdis30 restent visibles malgré la réduction importante du dosage en Cetrimide. Le phénomène est moins marqué. Ce constat permet d'expliquer que les mousses de Cetrimide présentent des performances mécaniques légèrement plus faibles que celles d'Hostapur OSB ou de CTAB.



Kdis30 2014/01/21 D4.7 x1.5k 50 um

Figure C. 50. MEB : Mousses Cetrimide Kdis30 (d = 0,3 %).



Kdis62 2014/01/20 D5.3 x1.5k 50 um

Figure C. 51. MEB : Mousse Cetrimide Kdis62 (d = 0,025 %).

C.8.4 Mousses Neopor

Deux visualisations de mousses de Neopor sont présentées (Figure C. 52 et Figure C. 53). Ces mousses sont obtenues suivant deux méthodes différentes, la mousse KMP09 ($d = 0,48 \%$) est obtenue par la méthode par mousse préformée et est réalisée avec un taux de gâchage plus fort que la mousse Kdis118 ($d = 0,12 \%$) réalisée avec la méthode dissociée.

La mousse KMP09, de par sa méthode de fabrication, requière l'emploi d'un fort dosage en tensioactif. La structure cristalline en décaillant est formée de petits cristaux dont les contours sont mal identifiés. De tout petits cristaux viennent polluer la porosité intergranulaire, montrant un manque de cohésion de la matrice solide. Les cristaux de gypse sont moins élancés que ceux des mousses d'Hostapur OSB et CTAB et la matrice est plus lâche (Figure C. 52).

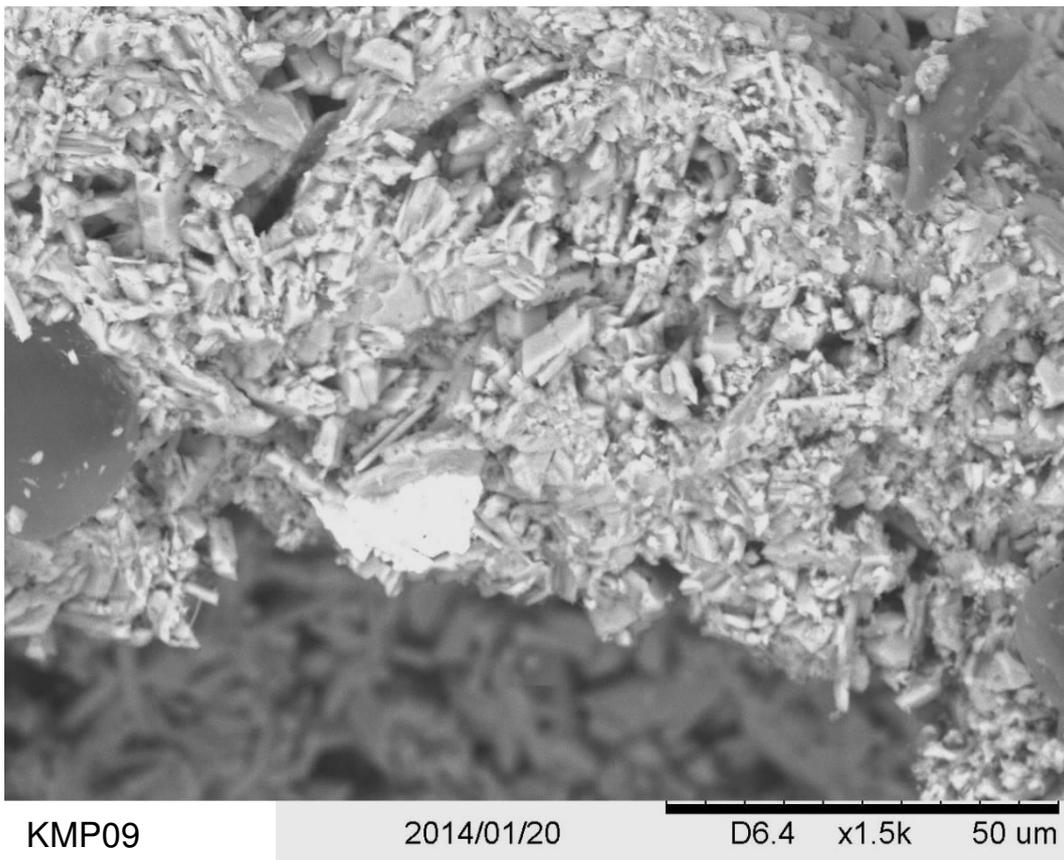


Figure C. 52. MEB : Mousse Neopor KMP09 ($d = 0,48 \%$).

La mousse Kdis118 (Figure C. 53) présente une structure cristalline assez semblable à celle de son homologue KMP09 bien que le dosage en tensioactif soit divisé par 4 et le taux de gâchage réduit. Le réseau cristallin est peu dense et formé de cristaux plutôt amorphes. Le tout est associé à de mauvaises performances mécaniques.

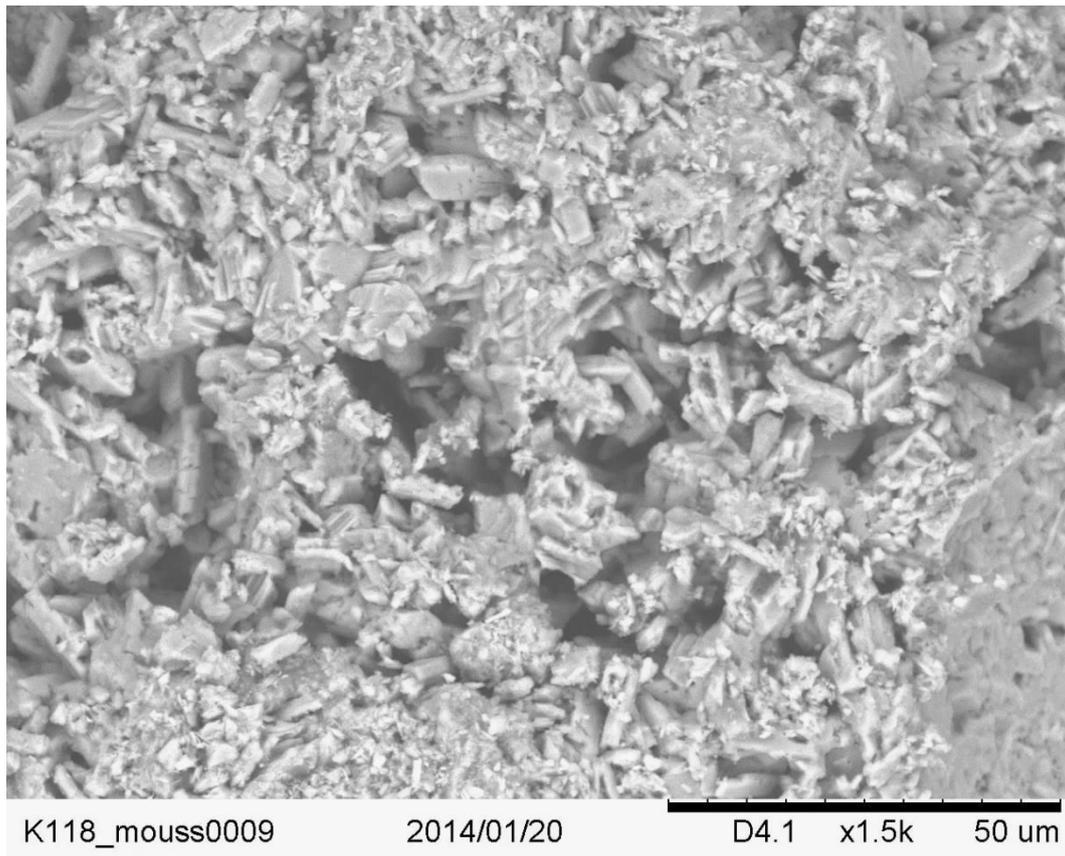


Figure C. 53. MEB : Mousse Neopor Kdis118 (d = 0,12 %).

C.8.5 Bilan des visualisations MEB

L'étude de la microstructure minérale permet de mieux cerner l'action des tensioactifs sur les conditions de cristallisation du liant, et plus particulièrement du gypse. Une matrice formée avec une forte densité de longues aiguilles de gypse permet d'avoir de meilleure résistance mécanique. Certains tensioactifs semblent peu affecter les conditions d'hydratation et de croissance du gypse. Les visualisations réalisées sur les mousses d'Hostapur OSB et de CTAB n'indiquent pas de modifications de l'arrangement, de la forme et de la surface des cristaux. En revanche, un fort dosage en Cetrimide entraîne la création d'aiguilles de gypse altérées pénalisant la résistance mécanique. Enfin, le Neopor influence également la cristallisation du gypse. La structure cristalline créée possède peu d'aiguilles de gypse élancées. Les cristaux ont un aspect plus « floconneux » et disjointes. En conséquence, il est logique de constater que les mousses de Neopor présentent des propriétés thermiques plus satisfaisantes que les autres.

Les visualisations MEB révèlent donc d'importantes modifications du réseau cristallin en fonction du tensioactif employé et de façon moins nette de son dosage. L'état de la structure cristalline va sensiblement impacter les performances mécaniques et thermiques de la matrice solide des mousses. Cet effet sur la matrice sera à coupler à l'effet du tensioactif sur la structure porale de la mousse pour bien interpréter la relation entre la formulation de la mousse et ses propriétés apparentes.

L'Hostapur OSB et le CTAB sont les deux tensioactifs fournissant le type de réseau cristallin le plus apte à supporter d'importantes charges mécaniques, mais également à mieux conduire la chaleur.

C.9 Discussion / Conclusion

Les mousses minérales produites ont été caractérisées. Afin de comparer les performances thermomécaniques des mousses issues des deux méthodes de production et des deux liants, les Figure C. 54 et Figure C. 55 sont proposées :

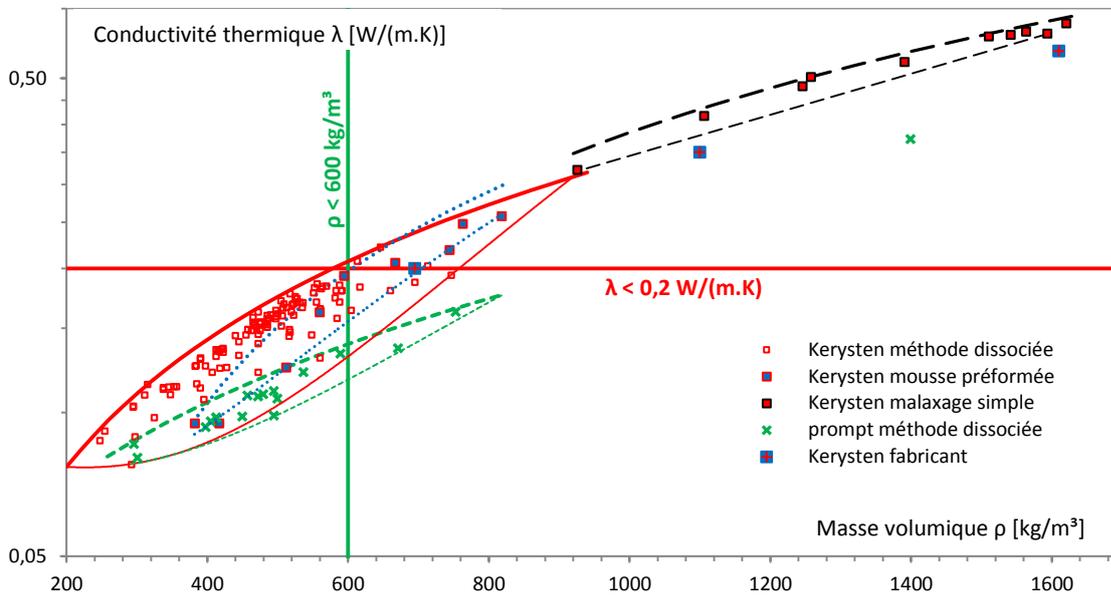


Figure C. 54. Conductivité thermique λ : Comparaisons des performances de l'ensemble des mousses produites

La Figure C. 54 permet de comparer les conductivités thermiques des différentes mousses produites. Les mousses de ciment Prompt possèdent le meilleur pouvoir isolant. Toutes les mousses produites ont une masse volumique largement inférieure à la valeur de conductivité maximale fixée. De plus, l'ensemble des mousses Prompt ayant une masse volumique inférieure à 450 kg/m^3 ont une conductivité thermique inférieure à $0,1 \text{ W/(m.K)}$.

Les conductivités thermiques des mousses de Kerysten® possèdent des conductivités thermiques plus fortes. Les valeurs obtenues restent néanmoins satisfaisantes. L'ensemble des mousses respectant le critère de légèreté satisfait également le critère de conductivité thermique maximale. Les mousses issues des méthodes par mousse préformée et dissociée présentent une évolution des conductivités thermiques assez similaires. Ces valeurs sont néanmoins légèrement dispersées. Des différences de structure porale entre les différentes mousses doivent expliquer les différences de conductivité thermique constatées. Enfin, la conductivité thermique des échantillons obtenus par malaxage simple évolue linéairement par rapport à la masse volumique.

Les performances mécaniques des mousses produites sont comparées sur la Figure C. 55. La dispersion des résultats est plus importante en raison d'un impact plus fort des effets de structure porale sur les performances mécaniques que sur les performances thermiques. Les mousses de ciment Prompt possèdent de faibles performances mécaniques. À l'inverse, les mousses de Kerysten® sont beaucoup plus performantes. La méthode dissociée fournit les meilleures résistances mécaniques dans la gamme des densités ciblées ($\rho < 600 \text{ kg/m}^3$). Un grand nombre de ces mousses satisfont le critère de résistance minimale, pour la majeure partie des échantillons dont la densité est supérieure à 450 kg/m^3 . À l'inverse, la méthode par mousse préformée fournit des résistances mécaniques plus faibles. Cette méthode nécessite un taux de gâchage légèrement plus fort que la méthode dissociée, expliquant les résistances mécaniques

plus faibles. Un effet de structure peut également s'ajouter et participer à la baisse de résistance mécanique (étudié partie D).

Une certaine dispersion des résultats persiste avec les échantillons obtenus par malaxage simple indiquant que même à ces masses volumiques plus importantes, la structure et/ou la nature et le dosage en tensioactif impactent les performances mécaniques.

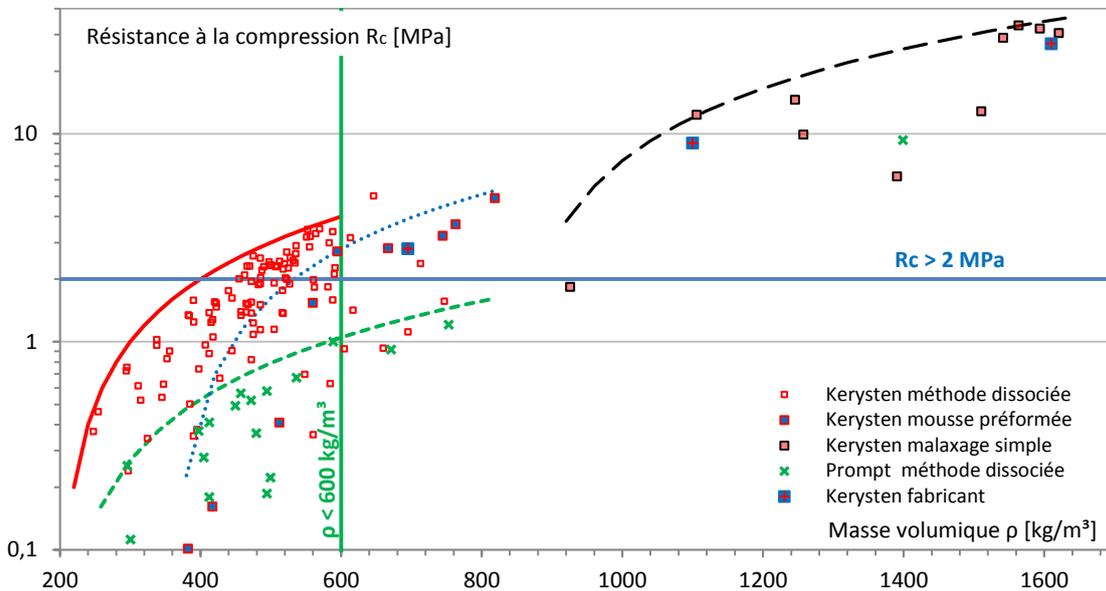


Figure C. 55. Résistance à la compression R_c : Comparaisons des mousses de Kerysten® et de ciment Prompt ainsi que des méthodes utilisées

Il convient maintenant de comparer les performances des mousses minérales aux autres mousses et bétons légers introduits dans la bibliographie de la partie A. Cette comparaison se divise en deux courbes bilans correspondant à deux des trois critères de performances énoncés au terme de l'étude bibliographique, la conductivité thermique (Figure C. 56) et la résistance mécanique (Figure C. 57).

La conductivité thermique est tout d'abord analysée (Figure C. 56). Les conductivités thermiques des mousses de Kerysten® et de ciment Prompt s'inscrivent dans le faisceau de points issus de la littérature. Les mousses de Kerysten® présentent des conductivités thermiques légèrement supérieures à la moyenne. Il faut toutefois rappeler que ces mesures sont réalisées à température et hygrométrie ambiantes. Les valeurs fournies dans la littérature sont généralement issues d'essais réalisés sur des échantillons parfaitement secs. La réalisation des essais de conductivité thermique sur les mousses de Kerysten® à hygrométrie nulle permettrait de faire significativement diminuer les conductivités thermiques obtenues. Néanmoins, le critère de conductivité thermique maximale est satisfait tant que les mousses respectent le critère de légèreté imposé.

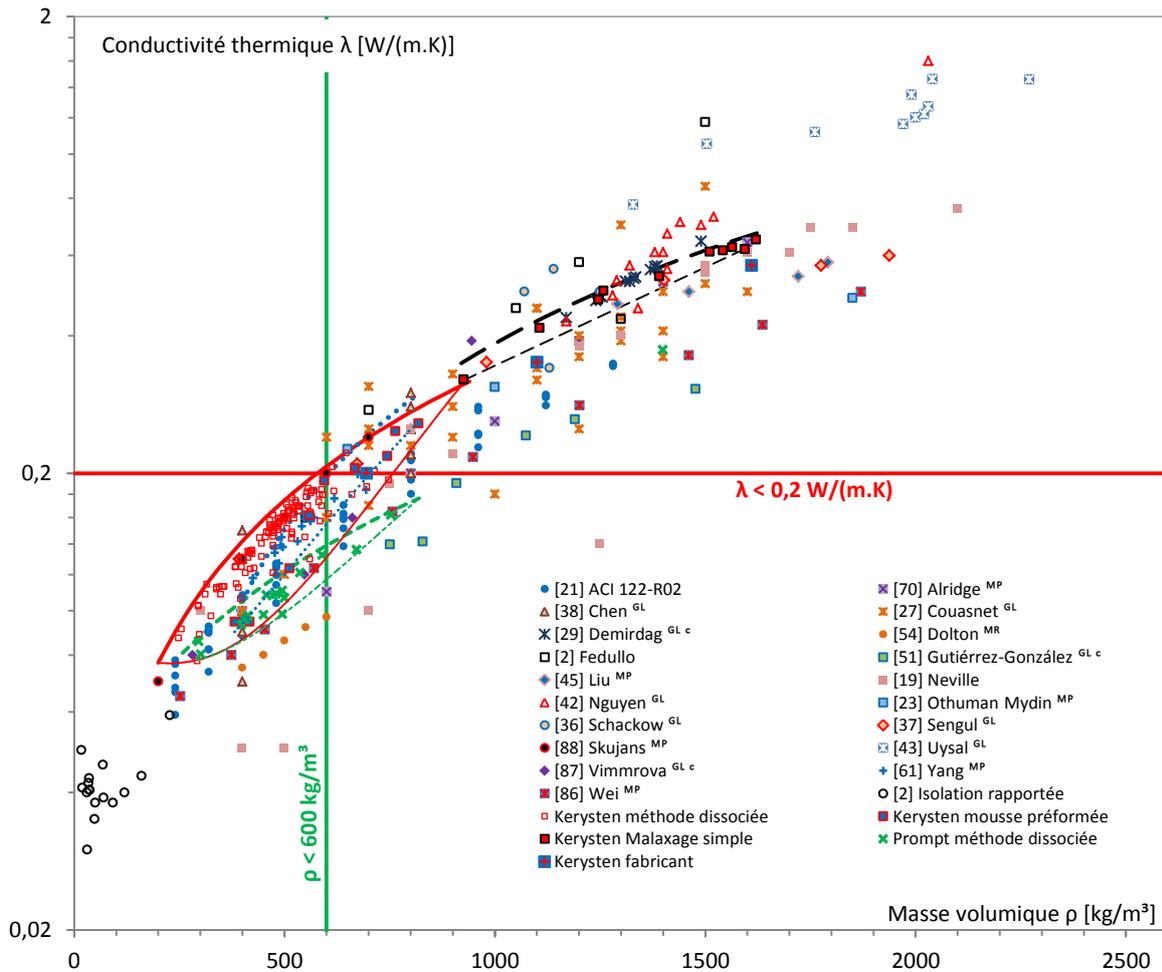


Figure C. 56. Conductivité thermique λ : Comparaisons des mousses de Kerysten® et de ciment Prompt aux mousses issues de la littérature.

Les conductivités thermiques des mousses de ciment Prompt produites sont très satisfaisantes puisqu'elles sont globalement plus faibles que celles des matériaux présentés dans la bibliographie. Cependant, ces bonnes performances thermiques sont à nuancer aux vues des piètres performances mécaniques associées (Figure C. 57).

La comparaison des performances mécaniques des mousses de Kerysten® aux matériaux issus de la littérature est quant à elle très satisfaisante (Figure C. 55). Les mousses de Kerysten® produites par méthode dissociée sont très résistantes aux vues de leur faible masse volumique.

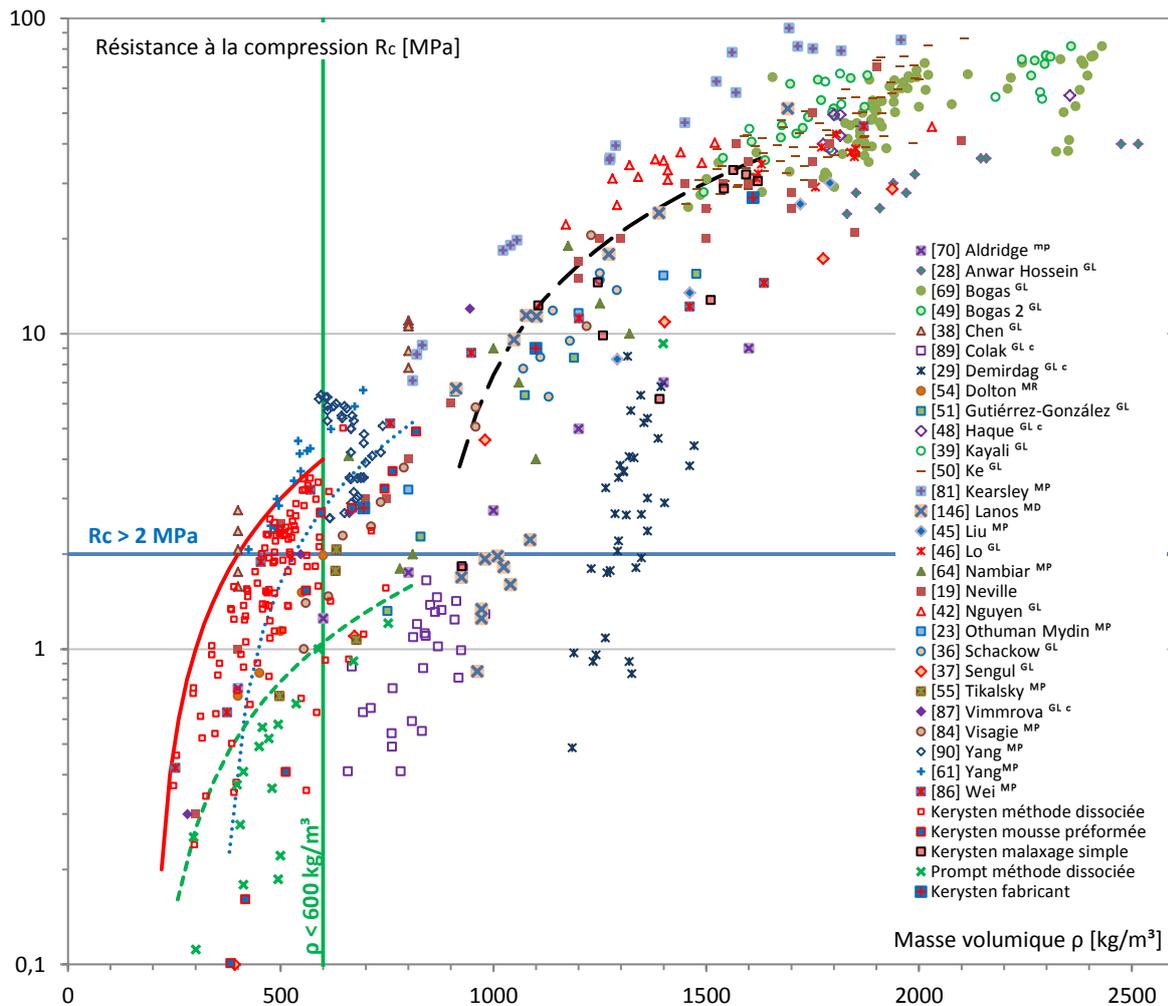


Figure C. 57 Résistance à la compression R_c : Comparaisons des mousses de Kerysten® et de ciment Prompt aux mousses issues de la littérature.

Deux principales raisons peuvent expliquer une variation importante des résistances mécaniques pour une même masse volumique lorsque le dosage en tensioactif varie :

- Une mauvaise affinité entre la cristallisation des grains de gypse et le tensioactif peut apparaître. L'étude qualitative de plans de coupes au MEB a permis de confirmer cette dernière supposition. L'influence de l'Hostapur OSB et du CTAB semble minime sur les conditions d'hydratation. En revanche, le Cetrimide, bien qu'appartenant au premier groupe de tensioactifs, dégrade la cristallisation du gypse. Ceci peut permettre de comprendre pourquoi les performances mécaniques des mousses associées sont moins bonnes. De même, le Neopor impacte fortement la cristallisation du gypse, expliquant les mauvaises performances de ces mousses.
- Un effet de structure peut apparaître. Les visualisations 2D présentées dans ce chapitre permettent de constater une nette variation de la structure en fonction du dosage en tensioactif.

Il convient donc de compléter l'étude et d'analyser plus précisément comment les structures évoluent, en fonction de la nature et du dosage en tensioactif. Proposer une approche quantitative reposant sur une méthode de caractérisation précise de la structure porale, constitue l'objectif de la partie D.

PARTIE D : Structure porale

D.1 Introduction

Les résultats présentés précédemment mettent en évidence une évolution particulière des propriétés mécaniques en fonction du dosage et de la nature du tensioactif employé. Un dosage caractéristique est ainsi identifié pour certains tensioactifs, correspondant à une performance mécanique optimale sans trop impacter le caractère isolant de la mousse. Une première analyse visuelle de la structure porale indique qu'une modification du dosage en tensioactif modifie l'arrangement et la distribution des bulles, et ce, pour une même masse volumique de mousse. Il apparaît envisageable que la maîtrise de la structure porale des mousses conduise à une gestion intéressante des performances mécaniques et thermiques du produit fini. Cette partie du mémoire est donc dédiée à l'étude de la structure porale des mousses minérales.

Dans un premier temps, les deux outils de caractérisation mis en œuvre pour l'étude de la structure porale sont présentés. L'analyse de la distribution alvéolaire surfacique permet d'établir des relations entre nature et dosage en tensioactif et structure porale de la mousse minérale. L'analyse volumique, par tomographie, est également réalisée sur certaines mousses. Cette technique s'avère tout à fait adaptée à leur caractérisation. Cependant, son coût est souvent dissuasif. Aussi, des modèles stéréologiques permettant de relier la distribution alvéolaire obtenue via une analyse d'images 2D à la distribution alvéolaire réelle 3D sont mis en place. Ces modèles seront validés grâce à deux mousses modèles dont les occlusions, de taille maîtrisée, présentent des distributions connues. Le principe est ensuite appliqué à certaines des mousses minérales (gypse et Prompt) obtenues soit par méthode dissociée, par mousse préformée ou par malaxage simple.

La caractérisation de la structure porale découlant des essais de tomographie permet d'envisager différentes modélisations. Sur le plan mécanique, ces données sont exploitées pour alimenter un logiciel de simulation numérique, Abaqus®. La comparaison des modules d'élasticité apparents obtenus numériquement avec ceux issus des essais destructifs est effectuée.

D.2 Matériaux et Méthodes

D.2.1 Matériaux

La caractérisation de la structure porale a été réalisée selon deux principaux procédés (détaillés dans le prochain paragraphe) :

- Englage des surfaces par une résine pigmentée permettant d'obtenir une distribution alvéolaire surfacique.
- Tomographie permettant d'obtenir la distribution alvéolaire volumique.

D.2.1.1 Liste des mousses modèles, de Kerysten® et de ciment Prompt analysées

Trois mousses modèles sont élaborées pour réaliser les premières études (Tableau D. 1) :

Tableau D. 1. Présentation des mousses modèles analysées dans la partie D.

Unité	Masse bille g	Rayon bille 1 mm	Rayon bille 2 mm	Mousse durcie		3D
				ρ kg/m ³	Φ %	Tomo
E11	6,6	1,25 à 1,58		904	33	oui
E13	10	1,25 à 1,58		699	49	oui
E16	10	1 à 1,25	1,58 à 2	958	30	oui

L'ensemble des mousses de Kerysten® et de ciment Prompt traitées dans cette partie D est référencé dans le Tableau D. 2 ci-dessous :

Tableau D. 2. Présentation des mousses de Kerysten® et Prompt analysées dans la partie D.

	Tensioactif	dosage d	Mousse sèche				Analyse surfacique			3D			
			ρ kg/m ³	Φ %	λ W/(m.K)	R _c MPa	E MPa	Photo surface	MEB	Gra nulo	Tomo	Résolution [μ m]	
	Unité	%	kg/m ³	%	W/(m.K)	MPa	MPa	-	-	-	-	[μ m]	
Mousses Kerysten®	Kdis67	Hostapur	0,05	462	70	0,15	2,10	1489			oui		
	Kdis68	Hostapur	0,025	440	72	0,14	1,76	1046	oui	oui	oui		
	Kdis69	Hostapur	0,0125	485	69	0,16	2,52	1510		oui	oui		
	Kdis70	Hostapur	0,006	475	70	0,15	2,59	1481	oui	oui	oui		
	Kdis71	Hostapur	0,003	470	70	0,15	2,31	1247		oui	oui		
	Kdis72	Hostapur	0,0015	472	70	0,15	1,95	1148	oui	oui	oui		
	Kdis24	Hostapur	0,006	536	66	0,17	2,90	1859			oui	oui	14,30
	Kdis77	Hostapur	0,0125	552	65	0,18	3,47	1710			oui	oui	12,90
	KMS79	CTAB	0,0125	1258	20	0,50	9,90	6799			oui	oui	9,89
	Kdis79	CTAB	0,0125	564	64	0,18	3,31	1977	oui	oui ^m	oui	oui	22,14
	Kdis134	CTAB	0,0125	465	70	0,15	1,53	877	oui		oui	oui	22,10
	Kdis82	CTAB	0,0015	562	64	0,18	1,83	770	oui	oui ^m	oui	oui	22,10
	Kdis43	Cetrimide	0,05	588	62	0,17	1,59	754	oui		oui	oui	12,90
	Kdis148	Neopor	0,0178	522	67	0,16	2,00	1301	oui		oui	oui	14,30
	KMP09	Neopor	0,48	512	67	0,12	0,41	369		oui ^m	oui	oui	12,90
Kdis07	AER Sika	0,20	555	65	0,17	2,86	1528	oui		oui	oui	14,30	
Kdis11	Microair	0,10	588	62	0,18	3,38	749	oui		oui	oui	12,90	
Prompt	P03	Cetrimide	0,06	536	59	0,12	0,67	265			oui	oui	12,90
	P20	Hostapur	0,006	499	62	0,11	0,22	112			oui	oui	12,90

Ces mousses sont choisies pour pouvoir interpréter l'influence de la nature et du dosage en tensioactif sur la structure porale. Les six premières (Kdis67-72) correspondent à une série réalisée à masse volumique constante et dosage en Hostapur OSB variable. Les mousses Kdis77, Kdis148, Kdis07, Kdis11 correspondent respectivement aux mousses d'Hostapur OSB, de Neopor, de Sika, de Microair ayant les meilleures performances mécaniques. Pour le CTAB, la mousse Kdis79 ($R_c = 3,31$ MPa) est la mousse de CTAB ayant la seconde meilleure résistance en derrière la mousse Kdis80 ($R_c = 3,49$ MPa).

D.2.1.2 Résine / Pigment

Une résine époxy pigmentée est utilisée afin de remonter aux distributions alvéolaires surfaciques des mousses. La résine est obtenue en mélangeant 40 % en masse d'Epalam50-14 (durcisseur de type amine) à 60 % en masse d'Epalam50-15 (résine époxy). Ces deux réactifs sont malaxés pendant 10 minutes à l'aide d'un petit malaxeur à hélice. Une poudre noire très fine est utilisée (pigment à béton Sikacim de chez Sika) afin de colorer la résine liquide. La poudre est ajoutée en quantité importante jusqu'à saturation. À ce stade, l'excès de poudre précipite au fond du récipient utilisé pour le mélange.

L'expérience révèle qu'il est primordial d'ajouter les pigments noirs après avoir malaxé les deux réactifs ensemble pendant 10 minutes. Si les trois produits sont ajoutés ensemble puis mélangés pendant 10 minutes, le durcissement de la résine est altéré. Le pigment inhibe probablement la réaction. La prise de la résine pigmentée s'opère en 4 heures environ à température ambiante, mais les échantillons sont laissés au repos pendant au moins 12 heures.

D.2.2 Méthodes

D.2.2.1 Analyse surfacique : préparation des échantillons

Les images obtenues par caméra CCD permettent une première observation de la structure porale (cf. partie C.6.3.1). Cependant, il est parfois difficile de différencier deux structures porales ou d'en extraire des éléments quantitatifs pour les comparer (cf. partie C). L'utilisation d'un logiciel de traitement d'image est nécessaire. Cependant, un certain nombre d'essais préliminaires révèlent que les clichés des mousses ne peuvent être directement analysés. En effet, le faible contraste entre la matrice et les vides ne permet pas de bien séparer les deux phases via un logiciel de traitement d'image. Afin d'obtenir un contraste entre matrice et bulles, ces dernières doivent être remplies avec un matériau d'une couleur différente de la matrice. Plusieurs essais avec différents matériaux de remplissage ont été essayés (craies, charbon, pâte à modeler...), mais les meilleurs résultats sont obtenus avec la résine pigmentée noire.

Les échantillons sont tout d'abord surfacés à la machine-outil. La poussière créée lors de cette étape est évacuée par soufflage à l'air comprimé. Une étape supplémentaire est nécessaire avec les mousses modèles qui contiennent des billes de polystyrène, celles-ci sont éliminées grâce à un bain rapide (< 10 s) dans de l'acétone. Les échantillons sont ensuite déposés dans un récipient contenant environ 5 mm de résine époxy pigmentée. La résine comble alors les différents vides de la surface des échantillons surfacés. Après au moins 12 heures, les échantillons sont à nouveau surfacés. Cette étape, délicate, doit être réalisée avec minutie. L'objectif est de venir araser l'échantillon exactement au même niveau que le précédent surfacage, sans la résine. De fines couches successives de résines sont enlevées à l'aide de la machine-outil jusqu'à apparition de la matrice minérale (en clair). Une photo de la surface est réalisée avec un scanner de bureau. L'image brute (Figure D. 1) correspond à 4000x4000 pixels.

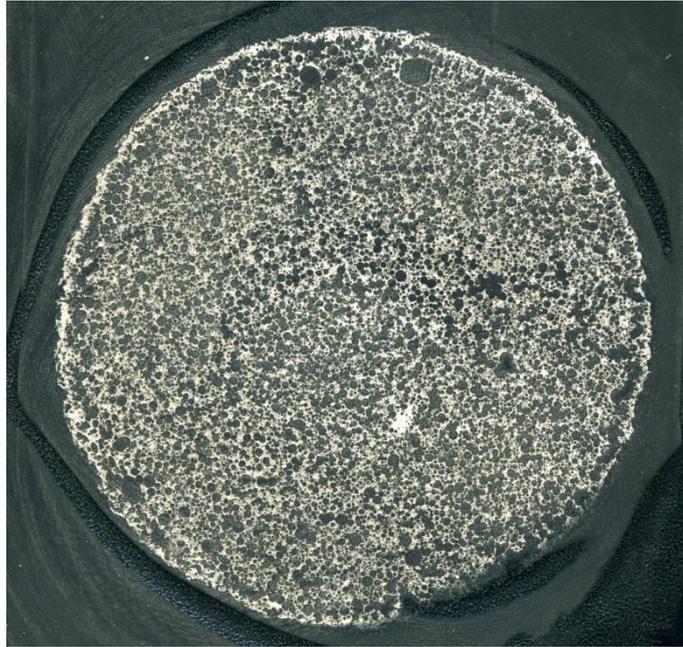
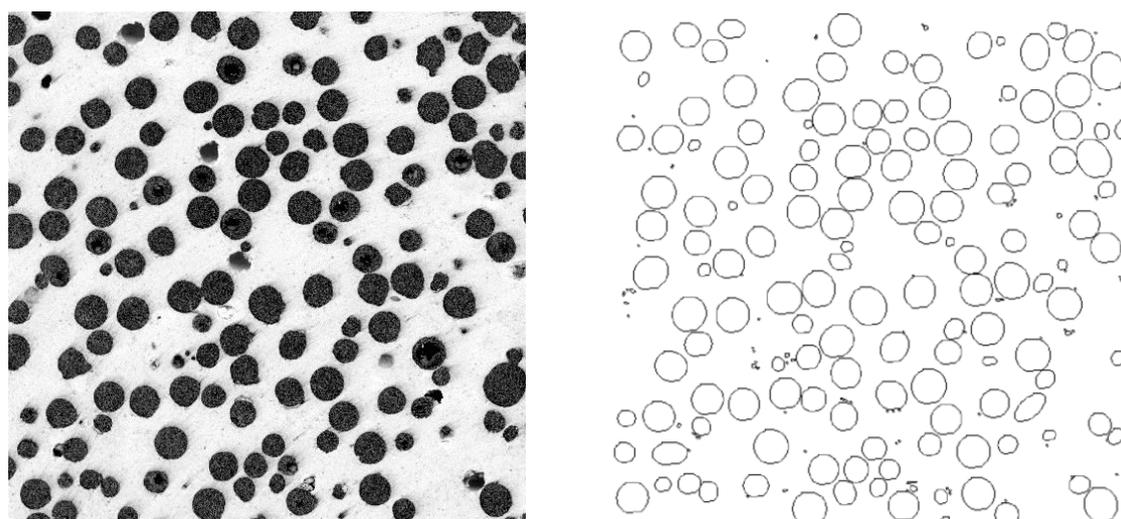
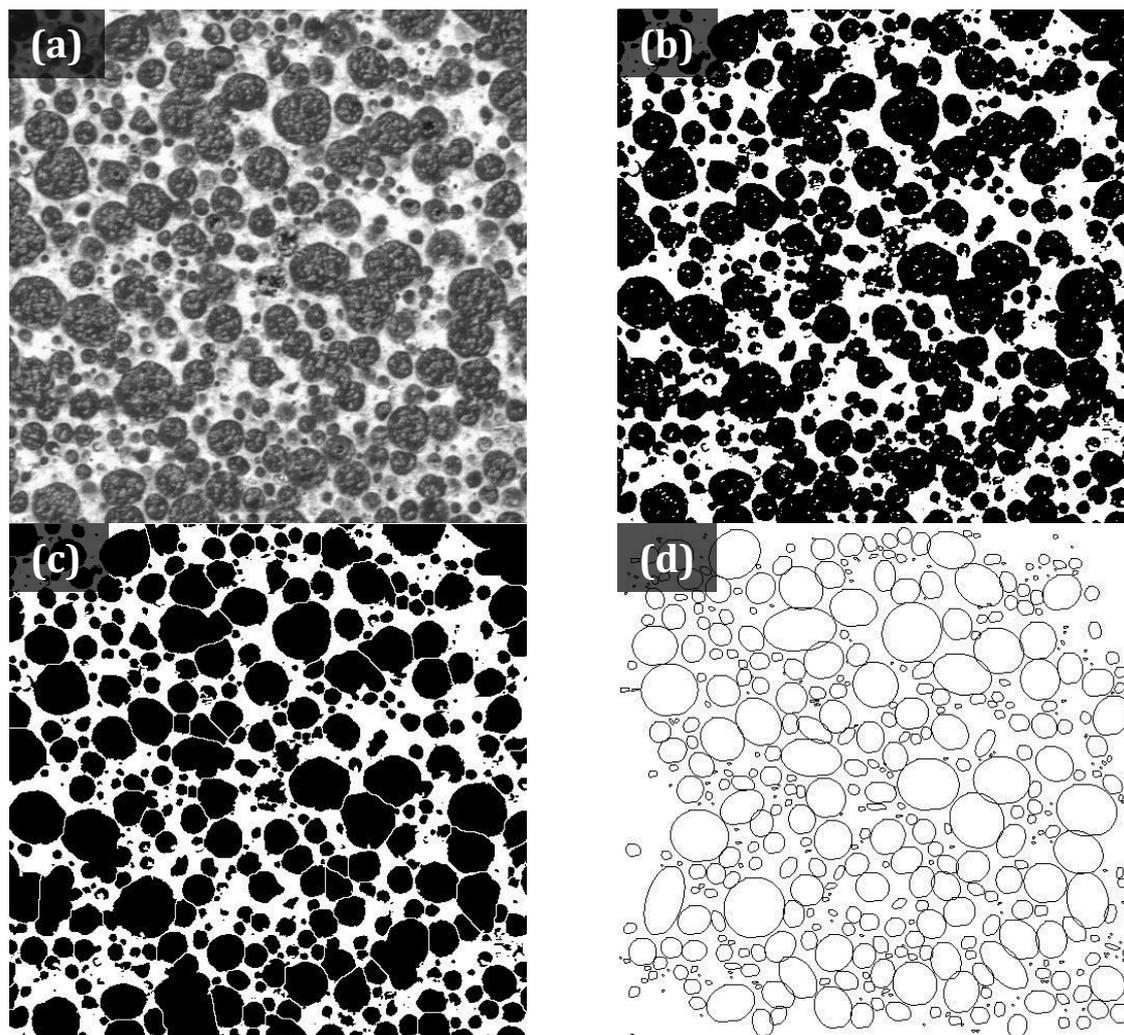


Figure D. 1. Mousse Kdis68 engluée – Image scannée.

D.2.2.2 Analyse d'image : ImageJ

Le freeware ImageJ permet la détermination de tailles des particules et leur dénombrement. Afin de mieux visualiser la procédure de traitement d'image, un zoom de l'image scannée (Figure D. 1) réalisée sur une surface de 500x500 pixels est présenté (Figure D. 2 (a)). L'image est dans un premier temps réduite à une image 8 bits puis les niveaux sont seuillés (Figure D. 2 (b)). Cette étape est cruciale dans la délimitation des différentes alvéoles. Afin d'éliminer les reflets présents à la surface des alvéoles (ils apparaissent sous forme de taches blanches dans les diverses alvéoles noires), la procédure de remplissage « fill holes » est utilisée. Les alvéoles sont ensuite séparées grâce à l'emploi de la procédure « watershed » du logiciel ImageJ (Figure D. 2 (c)). L'analyse de détection des contours est lancée en supposant les contours ellipsoïdaux (Figure D. 2 (d)).

L'algorithme de traitement des images permet, après étalonnage, d'obtenir un fichier de type tableur, recensant les diverses caractéristiques géométriques 2D des alvéoles (assimilées à des ellipses) : position (x;y), périmètre, aire, petit et grand rayons de l'ellipse et sphéricité. Un exemple de traitement d'une mousse modèle (mousse E11) est également présenté sur la Figure D. 3.



D.2.2.3 Construction des distributions alvéolaires et répétabilité

L'analyse des distributions alvéolaires 2D des échantillons (induite par l'étude des plans de coupe) est ainsi accessible. Les différentes alvéoles sont classées en différentes classes alvéolaires (même rayon) en prenant en compte leur rayon moyen. La proportion surfacique de chaque classe alvéolaire est déterminée permettant la construction de la distribution alvéolaire. Un exemple de distribution alvéolaire (mousse Kdis70) est présenté sur la Figure D. 4 :

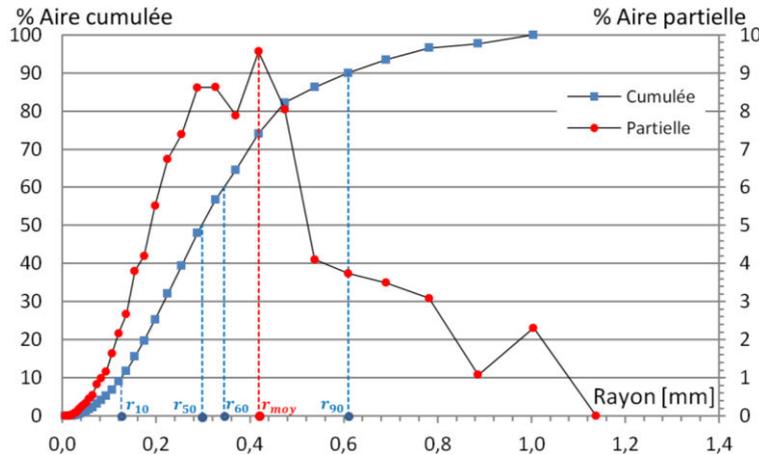


Figure D. 4. Mousse Kdis70 (Hostapur OSB, $d = 0,006\%$ et $\rho = 475\text{ kg/m}^3$) ; Distribution alvéolaire surfacique en fréquence et cumulée.

Le « % aire partielle » correspond à la somme des aires des alvéoles dans chacune des classes, et le « % aire cumulée » au cumul des « % aire partielle ». Les paramètres classiquement utilisés pour caractériser les distributions alvéolaires sont : r_{90} , r_{50} , r_{60} et r_{10} correspondant respectivement à un pourcentage d'aire cumulée de 90, 50, 60 et 10 %. Ils permettent de déterminer le coefficient d'uniformité $CU = r_{60} / r_{10}$. Le rayon moyen r_{moy} correspond au maximum en pourcentage d'aire partielle.

Afin de vérifier la répétabilité de la méthode de visualisation, 3 distributions alvéolaires issues de trois coupes de la mousse Kdis77 (meilleure résistance mécanique des mousses d'Hostapur OSB, $R_c = 3,47\text{ MPa}$) sont présentées sur la Figure D. 5 :

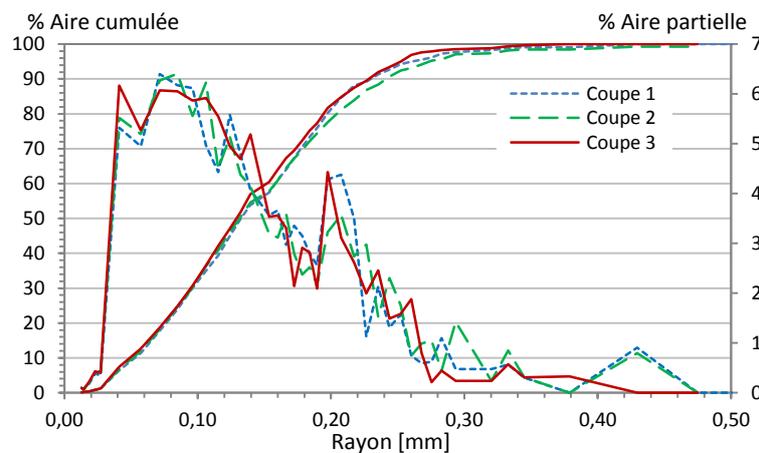


Figure D. 5. Mousse Kdis77 : Distributions alvéolaires surfaciques de trois coupes.

Une excellente répétabilité des distributions alvéolaires surfaciques de la mousse Kdis77 est constatée. Cette bonne répétabilité est également constatée sur l'ensemble des mousses, permettant de valider la technique de visualisation surfacique mise en place.

D.2.2.4 Tomographie

La tomographie par absorption de rayons X est une technique non destructive qui permet la reconstruction d'images « en coupe » d'un objet à 3 dimensions. Deux séries de mesures sont réalisées sur deux appareils différents :

- Série 1 : Appareil Skyscan (Figure D. 6 - gauche) - Oniris Nantes - Mousses : E13, E16, Kdis79, Kdis82, Kdis134, KMS79.
- Série 2 : Synchrotron - Grenoble - Mousses : E11, Kdis24, Kdis07, Kdis11, Kdis43, Kdis77, Kdis148, KMP09, P03, P20.

La seconde série a été réalisée au Synchrotron de Grenoble. L'appareil, très puissant, permet d'obtenir un essai tomographique en une minute environ alors que l'appareil Skyscan requiert environ 3h par essai. Un pavé de 20 mm de côtés et d'hauteur 80 mm est prélevé au sein des mousses, cette dimension correspond à la taille maximale autorisée par l'appareil Skyscan. Les échantillons sont placés dans l'appareil Skyscan sur le support rotatif (Figure D. 6 - droite). Les images sont acquises avec un pas de rotation de 0,25 degré. À l'aide de ces données, une image numérique est calculée et reconstruite mathématiquement en niveaux de gris, dont chacun traduit point par point le coefficient d'atténuation local du faisceau incident. Celui-ci, après calibration et étalonnage, peut être traduit en échelle de densité. 1024 coupes avec une résolution de 22,14 ou 26,04 μm sont ainsi obtenues pour la série 1 (12,90 et 14,30 μm pour la série 2). La résolution de l'échantillon KMS79 correspondant à l'échantillon produit par malaxage simple est volontairement plus faible (8,90 μm). Les bulles qu'il contient sont celles enfermées lors de la fabrication de la pâte par malaxage rapide, elles sont plus petites et la densité de la mousse est plus élevée.

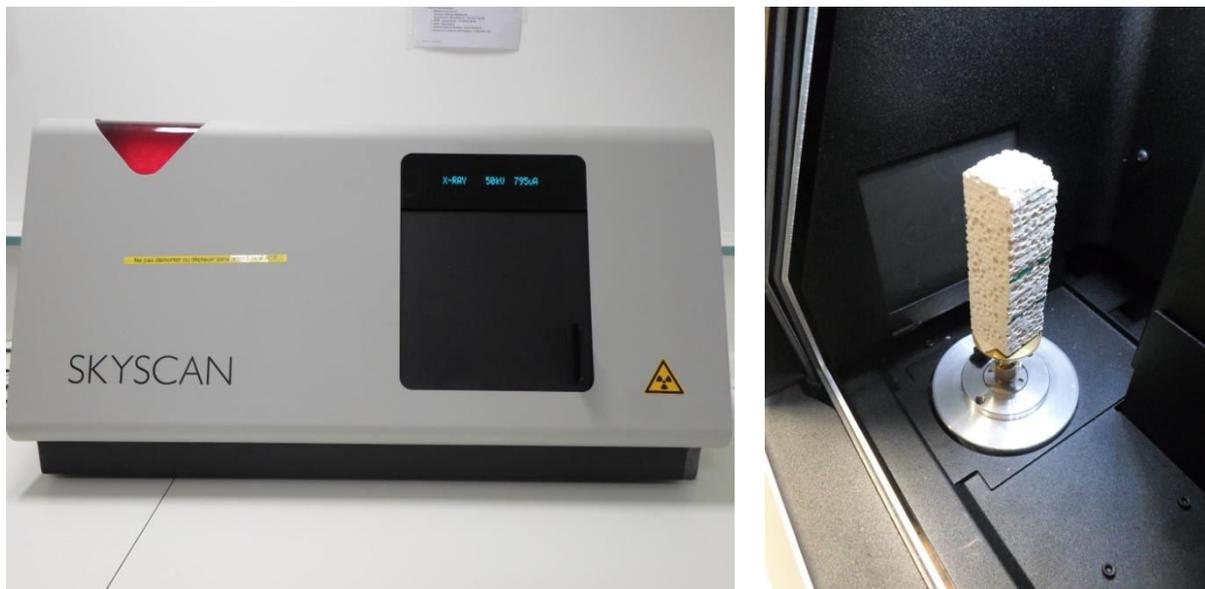


Figure D. 6. Tomographie : Appareil Skyscan (gauche) ; échantillon E11 sur le porte échantillon rotatif (droite).

D.2.2.5 Outils numériques : Imorph, Abaqus

Les images issues de la tomographie (Figure D. 7 – gauche) sont ensuite traitées via le freeware Imorph afin d'obtenir la distribution alvéolaire volumique 3D : la matrice constituée des pleins (Figure D. 7 – centre) et les pores constitués des vides (Figure D. 7 - droite).

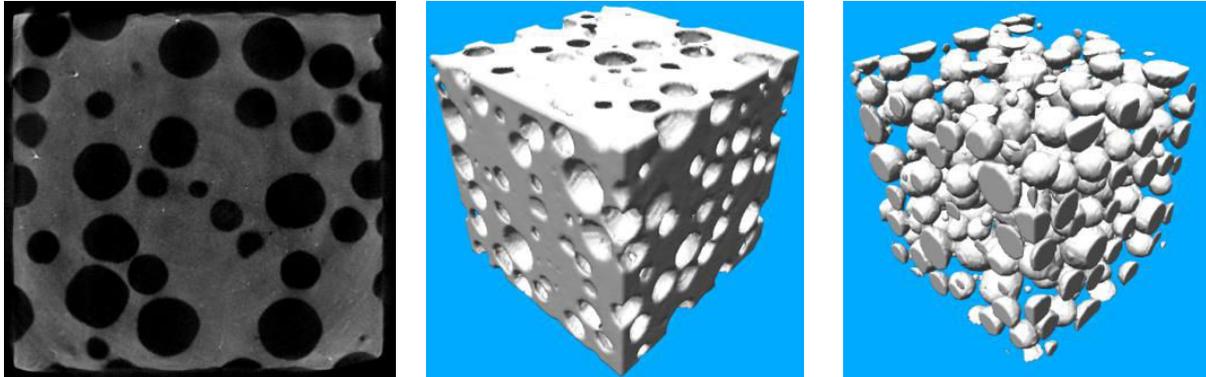


Figure D. 7. Bidisperse - tomographie (gauche). Visualisation 3D (centre / droite).

Le logiciel Imorph permet également d'obtenir la binarisation volumique des échantillons considérés. Tout comme pour ImageJ, un seuillage manuel est nécessaire pour permettre de dissocier la matrice du vide. Cependant, la très grande netteté des images issues des essais de tomographie rend cette étape ici plus simple et plus précise que pour les coupes surfaciques.

Le logiciel Abaqus est un logiciel de calcul numérique à base d'éléments finis. Le traitement des matrices par Imorph, issues des essais de tomographie, permet d'introduire les géométries des mousses dans le logiciel de calcul. La démarche est détaillée dans le chapitre D.D.7.

D.3 Caractérisation 2D

D.3.1 Mousses modèles

D.3.1.1 Le cas de la mousse monodisperse E13

Trois mousses modèles sont fabriquées. La première (E13), représentant une mousse monodisperse, est fabriquée à partir de billes de rayon R, compris entre 1,25 et 1,58 mm (tamis 35). La proportion volumique de billes conduit à une porosité théorique de 37 %.

Les alvéoles sont triées en fonction de leur aire sur le plan de coupe. 43 classes d'aire sont distinguées. Le « rayon équivalent » est le rayon moyen de chaque classe d'aire, en faisant l'hypothèse d'une alvéole sphérique. Ce classement, réalisé avec ImageJ permet la construction de la distribution alvéolaire surfacique (Mono E13 2D - Figure D. 8).

L'analyse des images issues de la tomographie par Imorph permet le tri des bulles en différentes classes. Les alvéoles sont triées en 46 classes granulaires en supposant des bulles sphériques. La distribution alvéolaire volumique (Mono E13 3D) est présentée dans la Figure D. 8, ci-dessous :

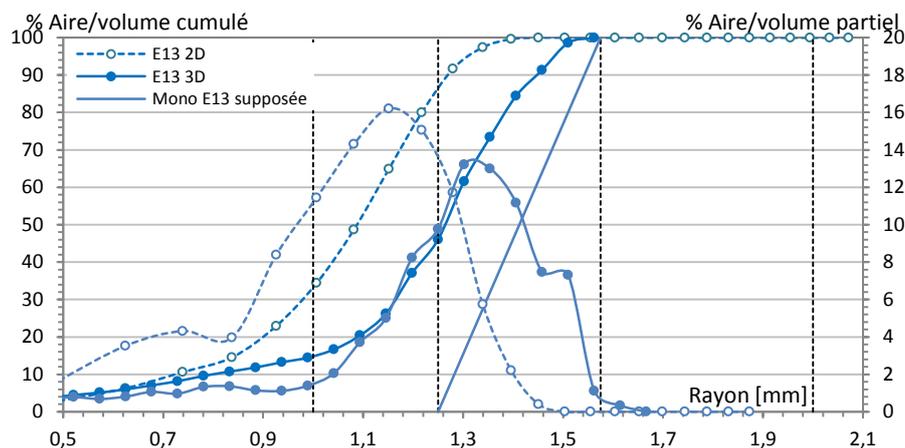


Figure D. 8. Mousse modèle monodisperse E13 : Distributions alvéolaires surfacique, volumique (cumulée, partielle et supposée).

La distribution alvéolaire volumique supposée est ajoutée sur la Figure D. 8 en considérant une répartition linéaire entre les rayons minimal et maximal des billes utilisées (tamis 35). La distribution alvéolaire surfacique conduit à une distribution des tailles d'occlusion décalée vers les petits rayons. En effet, statistiquement, les rayons de coupe des occlusions présentes dans le plan de coupe sont inférieurs ou au mieux égaux à leur rayon réel. En revanche, une importante différence entre la distribution alvéolaire volumique obtenue et celle supposée est constatée. Le freeware Imorph indique également une porosité de 49 % sur cet échantillon alors qu'une valeur de 37 % est attendue. Un problème au niveau de la fabrication est donc probable. L'analyse des images issues de la tomographie révèle la présence d'une grande quantité d'air au sein de cette mousse modèle (Figure D. 9). La distribution alvéolaire volumique n'étant plus maîtrisée, la mousse E13 est écartée de l'analyse.

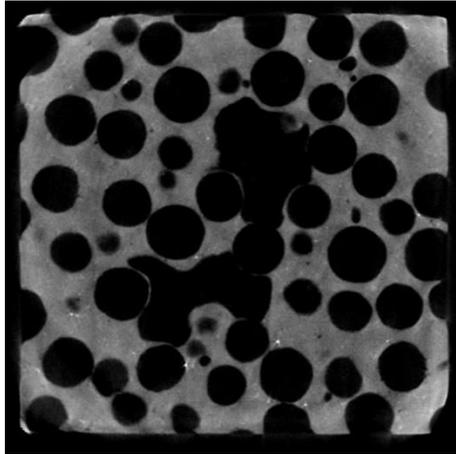


Figure D. 9. Echantillon monodisperse E13 : Tranche 360, présence d'une grande quantité d'air.

D.3.1.2 Mousses modèles monodisperse E11 et bidisperse E16

Deux autres mousses modèles sont fabriquées, E11 et E16. La mousse modèle E11 représente une mousse monodisperse, car elle n'est composée que de billes ayant un rayon compris entre 1,25 et 1,58 mm (tamis 35 - composition semblable à E13). La seconde, E16, modélisant une structure bidisperse, est composée de 50 % en volume de billes de rayons compris entre 1 et 1,25 mm (tamis 34) et de 50 % entre 1,58 et 2 mm (tamis 36). Les distributions alvéolaires surfaciques (Mono E11 2D et Bi E16 2D) de ces mousses modèles sont présentées Figure D. 10 :

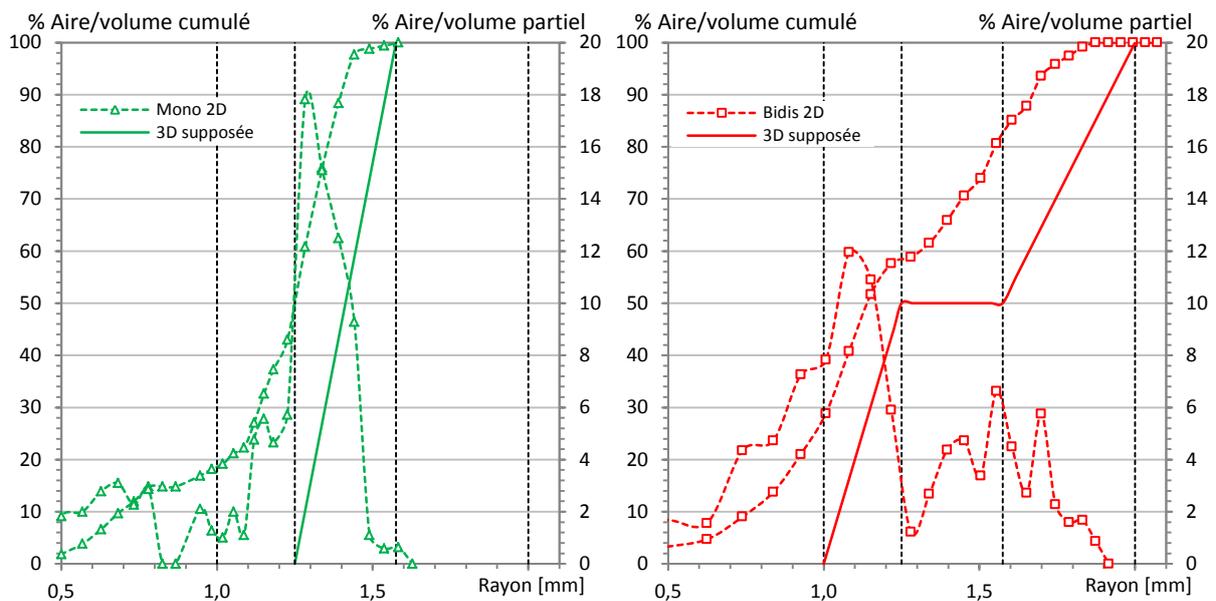


Figure D. 10. Mousse modèle : distributions alvéolaire surfacique et volumique supposée monodisperse E11 (gauche), bidisperse E16 (droite).

Les distributions alvéolaires 3D supposées sont construites en considérant une distribution linéaire. Les distributions alvéolaires surfaciques sont logiquement décalées vers les petits rayons par rapport aux distributions alvéolaires volumiques supposées (Figure D. 10). La visualisation en fréquence de ces distributions alvéolaires permet d'apprécier les caractères monodisperse et bidisperse des mousses modèles.

D.3.2 Mousses minérales

Les mousses issues de la méthode dissociée présentent des distributions alvéolaires singulières et plus complexes que celles issues des mousses modèles. La principale difficulté rencontrée pour déterminer les distributions alvéolaires surfaciques de ces échantillons est de traiter les échantillons les plus légers. En effet, cette gamme de mousse a une structure porale très connectée. La séparation des différentes bulles via les images en coupe n'est pas toujours aisée. L'emploi de la fonction « watershed » permettant la séparation des bulles est déterminante.

La distribution alvéolaire des mousses est déterminée sur une zone volontairement plus petite que la surface engluée. Des petits défauts apparaissent souvent sur la coupe. La zone d'analyse correspond à la zone n'en contenant pas ou très peu. La zone d'analyse carrée retenue pour les mousses minérales a une longueur l_s de 16,8 mm (Synchrotron) ou 18,6 mm (Skyscan). Le rapport entre la taille maximale des bulles et celle des surfaces analysées est beaucoup plus faible que pour les mousses modèles. Ces distributions alvéolaires surfaciques sont donc obtenues en traitant un nombre moyen de bulles (jusqu'à 10000 bulles) beaucoup plus important que pour les mousses modèles (500 bulles maximum).

D.3.2.1 Effet de la méthode de moussage

Afin d'analyser l'incidence de la méthode de fabrication sur la distribution alvéolaire des mousses, l'analyse de mousses issues des trois méthodes de fabrication est présentée.

Les mousses KMS79 ($\rho = 1258 \text{ kg/m}^3$, $R_c = 9,90 \text{ MPa}$) et Kdis79 ($\rho = 564 \text{ kg/m}^3$, $R_c = 3,31 \text{ MPa}$) ont le même dosage en tensioactif ($d = 0,0125 \%$) et le même rapport E/L. Elles sont obtenues avec du CTAB. La mousse KMS79 est produite à l'aide de la méthode par malaxage simple tandis que la mousse Kdis79 est fabriquée grâce à la méthode dissociée. Rappelons que la première méthode ne permet pas, avec un dosage en tensioactif si faible, de produire une mousse légère (cf. partie C.4). Les distributions alvéolaires de ces deux mousses sont présentées dans la Figure D. 11 (gauche). La distribution alvéolaire de la mousse KMS79 est beaucoup plus fine que celle de Kdis79. La mousse KMS79 a un rayon r_{50} très faible, $r_{50} = 0,027 \text{ mm}$, bien plus faible que celui constaté sur la mousse Kdis79, $r_{50} = 0,19 \text{ mm}$. Cette comparaison permet d'apprécier l'effet de la phase de moussage de la méthode dissociée.

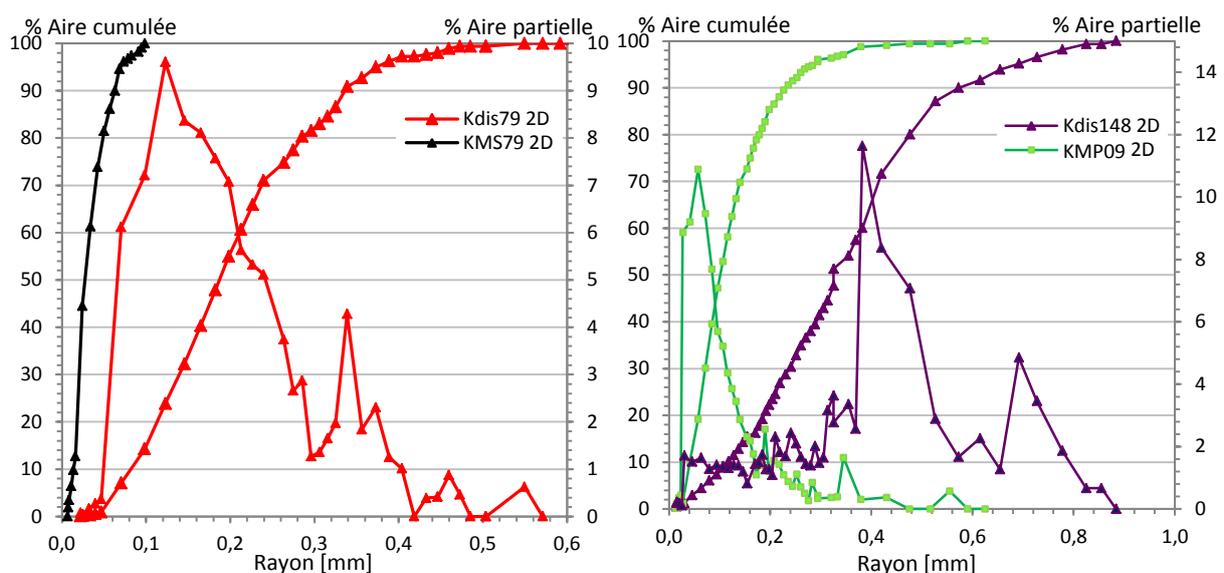


Figure D. 11. Influence de la méthode : Distributions alvéolaires surfaciques des mousses de CTAB Kdis79 et KMS79 (gauche) et de Neopor Kdis148 et KMP09 (droite).

La distribution alvéolaire initiale de la pâte dépend de la nature et du dosage en tensioactif. Cette distribution est alors fortement modifiée grâce à la phase de moussage de la méthode dissociée qui permet la production de Kdis79 et d'une façon plus générale de maîtriser la masse volumique des mousses produites.

Les mousses KMP09 ($d = 0,48 \%$, 512 kg/m^3 , $R_c = 0,41 \text{ MPa}$, $E/L = 0,55$) et Kdis148 ($d = 0,018 \%$, 522 kg/m^3 , $R_c = 2,00 \text{ MPa}$, $E/L = 0,35$) ont sensiblement la même masse volumique et sont obtenues avec du Neopor. La mousse Kdis148 est produite à l'aide de la méthode dissociée tandis que la mousse KMP09 est fabriquée grâce à la méthode par mousse préformée. Cette technique, détaillée dans la partie C, requiert un fort dosage en tensioactif pour que le malaxage de la suspension minérale et de la mousse préformée parvienne à maintenir une importante quantité d'air dans la pâte. Un taux de gâchage plus élevé est également nécessaire pour que l'introduction d'air soit possible.

Les distributions alvéolaires de ces deux mousses sont présentées (cf. Figure D. 11 (droite)). La mousse KMP09 possède une structure porale très fine ($r_{50} = 0,1 \text{ mm}$) caractéristique de la technique de production employée. Le batteur casse progressivement les grosses bulles pour en former de plus petites. Le fort dosage en tensioactif, nécessaire à la formation de la mousse peut nuire au phénomène d'hydratation. De plus, l'augmentation du taux de gâchage, nécessaire à la formation de la mousse nuit également aux performances mécaniques. Les molécules tensioactives, à saturation, empêchent la coalescence, mais semblent également créer des microporosités non détectables par tomographie en raison de leurs petites tailles ce qui peut contribuer aux mauvaises performances de cette mousse (cf. Partie C.8 - visualisation MEB). De façon générale, pour une même masse volumique, les distributions alvéolaires des mousses produites par mousse préformée sont plus fines que celles obtenues par méthode dissociée.

D.3.2.2 Effet de la nature du liant

Les distributions alvéolaires de deux mousses réalisées à partir de ciment Prompt sont analysées : P03 et P20 (Figure D. 12). Les distributions alvéolaires de deux mousses de Kerysten® (Kdis24 et Kdis43) ayant un dosage en tensioactif équivalent permettent de faire une étude de l'effet du liant sur la structure. Toutes ces mousses ont le même taux de gâchage, $E/L = 0,35$ et leurs masses volumiques sont assez proches. Les propriétés des 4 mousses étudiées sont rappelées dans le Tableau D. 3 :

Tableau D. 3. Caractéristiques des mousses Prompt P03, P20 et Kerysten® Kdis24 et Kdis43.

Nom	Tensioactif	Dosage [%]	ρ [kg/m^3]	CU r_{60}/r_{10}	E [MPa]	R_c [MPa]	λ [W/(m.K)]
Kdis24	Hostapur OSB	0,006	535,9	3,26	1034	2,90	0,17
P20	Hostapur OSB	0,006	499,5	2,96	107	0,22	0,11
Kdis43	Cetrimide	0,05	587,7	2,54	567	1,59	0,17
P03	Cetrimide	0,06	536,8	2,87	236	0,67	0,12

Les mousses P20 et Kdis24 sont obtenues avec l'Hostapur OSB dosé au dosage caractéristique identifié sur les mousses de Kerysten® ($d_c = 0,006 \%$).

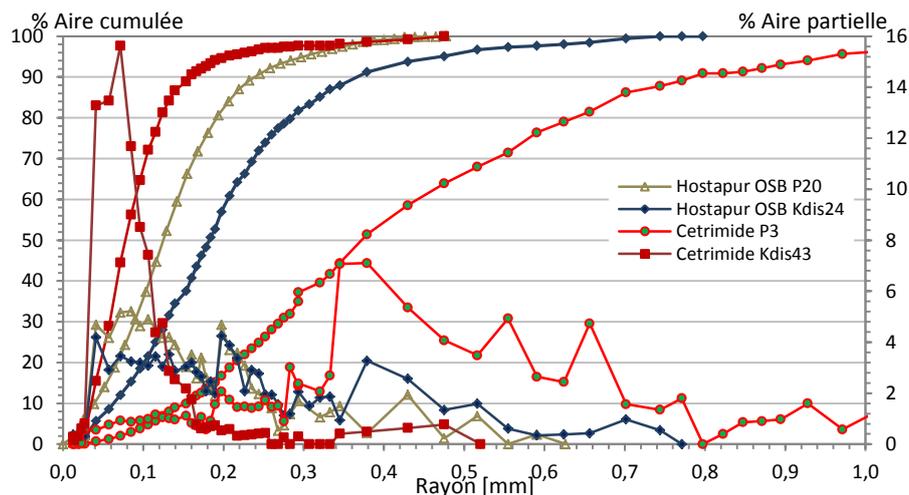


Figure D. 12 Mousses de ciment Prompt P03 et P20 – Mousse Kerysten® Kdis24 et Kdis43 : Distributions alvéolaires surfaciques.

La mousse P20 possède une distribution alvéolaire légèrement plus fine que celle de la mousse Kdis24 bien que leur dosage en tensioactif soit identique (Figure D. 12). Rappelons que la quantité de tensioactif disponible pour créer des interfaces dépend de la nature du liant utilisé (Du et al.[78]). En effet, le liant capte une partie du tensioactif qui s'adsorbe à sa surface. La quantité de tensioactif disponible à la formation de membranes et donc à la finesse de la mousse, est donc différente entre une matrice de ciment Prompt et de gypse.

Deux coupes représentatives des mousses Kdis24 et P20 de mêmes dimensions (500^2 pixels ≈ 41 mm²) issues des images de tomographies sont analysées (Figure D. 13) afin de comprendre les raisons de l'importante différence de performances mécaniques constatée entre ces deux mousses.

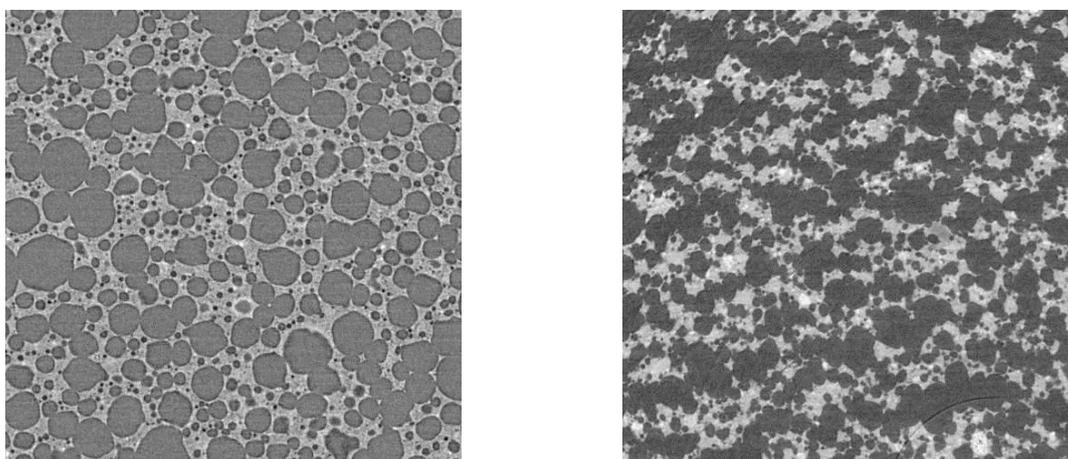


Figure D. 13. Vues en coupe de mousses Hostapur OSB Kdis24 (gauche) et P20 (droite).

La mousse P20 possède une structure porale plus fine ($r_{50} = 0,13$ mm) que Kdis24 ($r_{50} = 0,19$ mm), mais également plus connectée. La plupart des bulles sont connectées à plusieurs de leurs voisines. La structure porale de la mousse P20 semble peu apte à permettre une bonne transmission des efforts et peut expliquer les très faibles performances mécaniques de cette mousse.

Les mousses P03 et Kdis43 présentent des dosages en Cetrimide très proches (mais élevés : $d = 0,06$ %) et des masses volumiques assez proches. La mousse de Cetrimide P03 possède une

distribution alvéolaire étendue attestant de la présence de grosses bulles (cf. Figure D. 12). Dans le Kerysten®, la distribution alvéolaire est beaucoup plus fine et la courbe plus serrée. Le Cetrimide a un effet sur la structure des mousses de ciment Prompt opposé à celui de l'Hostapur OSB puisqu'il induit une distribution alvéolaire très étendue malgré l'important dosage employé.

Il semble que le pouvoir moussant du Cetrimide soit entravé par le ciment Prompt. Sachant qu'une affinité plus ou moins forte peut apparaître entre un tensioactif et un liant, il est possible que le caractère cationique du Cetrimide ne soit pas compatible avec le ciment Prompt.

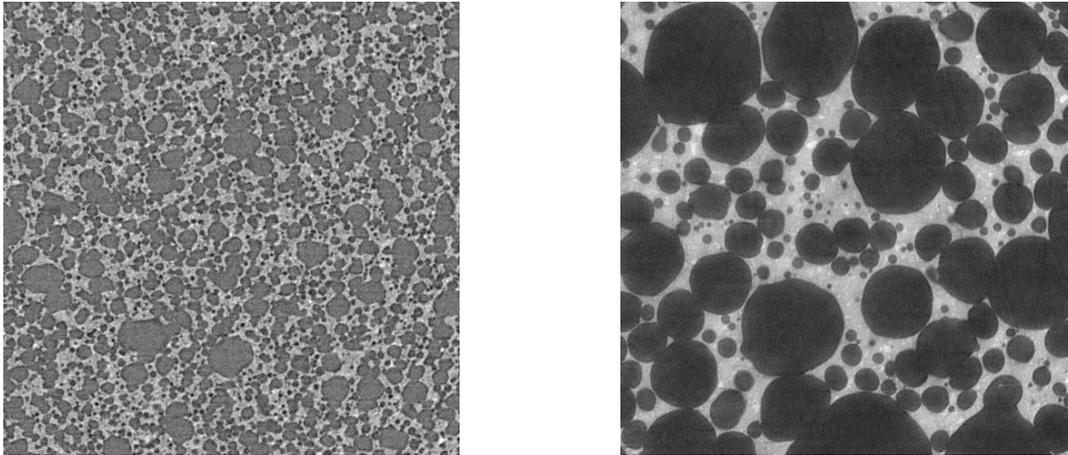


Figure D. 14. Vues en coupes de mousses Cetrimide Kdis43 (gauche) et P03 (droite).

D'une façon générale, les mousses de ciment Prompt présentent de mauvaises performances mécaniques. Les mousses de ciment Prompt ont été réalisées antérieurement à l'identification de la notion de dosage caractéristique. Ces mousses minérales sont probablement surdosées en tensioactif. La meilleure performance mécanique obtenue correspond à P12 (Cetrimide, $d = 0,7 \%$, 589 kg/m^3 , $R_c = 1,00 \text{ MPa}$). Il semble évident qu'un tel dosage ne correspond pas au dosage caractéristique. Visuellement, une altération de la surface a également été constatée sur la plupart des échantillons de ciment Prompt indiquant que les conditions de maturation et de stockage sont certainement défavorables. Une cure dans un environnement plus humide, ne serait-ce que durant la première semaine de maturation aurait probablement grandement amélioré les conditions d'hydratation du matériau et les performances mécaniques associées. Les piètres performances mécaniques des mousses de ciment Prompt semblent être la conséquence de plusieurs problèmes. Les connaissances acquises en termes de sélection et de dosage en tensioactifs permettent d'envisager l'optimisation de telles mousses.

D.3.2.3 Effet de la nature et du dosage en tensioactif

Une étude de l'influence du dosage en tensioactif est réalisée sur des mousses d'Hostapur OSB ayant des masses volumiques très proches. La masse volumique moyenne de ces 6 mousses est de 467 kg/m^3 , l'écart type est de 15 kg/m^3 . Les distributions alvéolaires obtenues sont présentées Figure D. 15. :

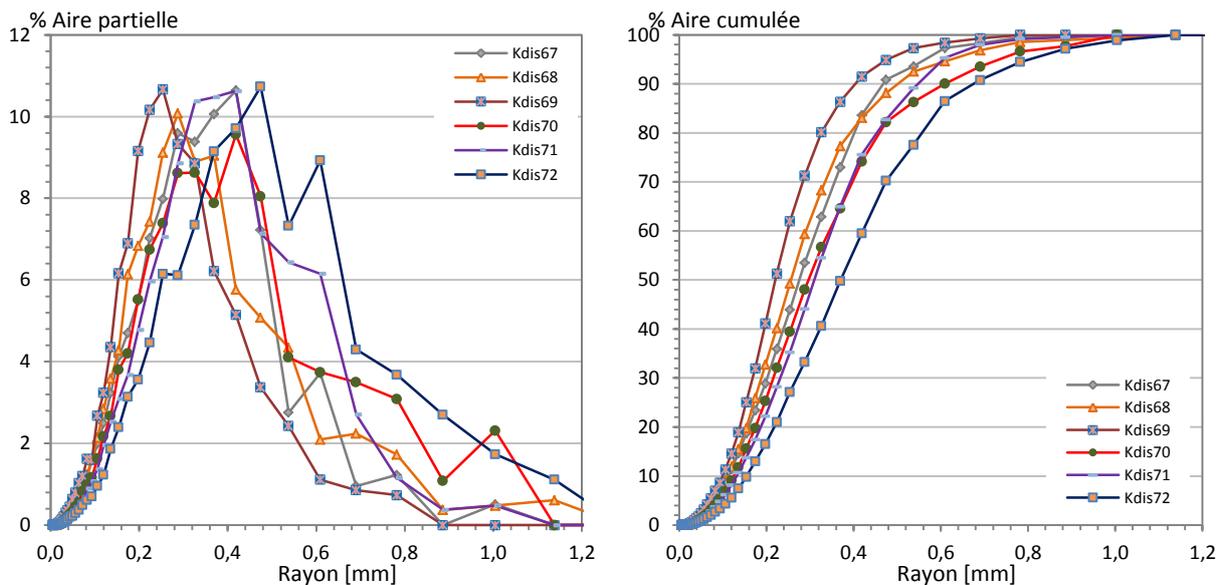


Figure D. 15. Distributions alvéolaires en fréquence (gauche) et en cumulé (droite) des 6 échantillons de mousse dont le dosage en tensioactif évolue de 0,0015 % (Kdis72) à 0,05 % (Kdis67).

D'après la Figure D. 15, il apparaît que les courbes correspondant aux 6 dosages en tensioactif s'organisent avec une certaine logique, tant vis-à-vis de l'évolution des caractéristiques thermiques que mécaniques. Autour du dosage caractéristique (mousse Kdis70, $d_c = 0,006$ %, Figure C. 32), les distributions alvéolaires révèlent un caractère monodisperse plus accentué. La structure porale des mousses évoluent fortement lorsque le dosage en tensioactif se situe aux alentours du dosage caractéristique (Figure D. 16), la zone en grisé correspond à la zone de dosage caractéristique :

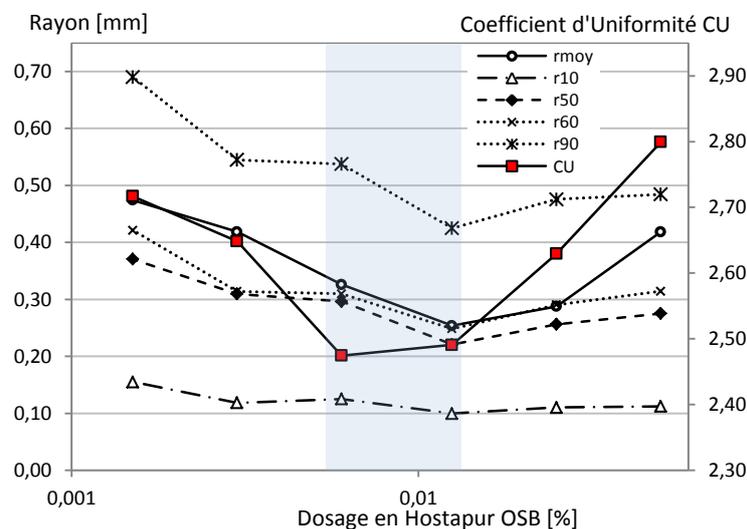


Figure D. 16. Evolution du Coefficient d'Uniformité CU et des rayons r_{90} , r_{60} , r_{50} et r_{10} en fonction du dosage en tensioactif pour les 6 échantillons étudiés.

Le minimum en CU est placé dans la zone de dosage caractéristique (caractère monodisperse). Un dosage en tensioactif double de celui du dosage caractéristique conduit à une structure plus fine (r_{50} et r_{10} plus petits), mais tout aussi uniforme, le coefficient d'uniformité étant quasiment identique. L'évolution de la structure alvéolaire est donc bien un indicateur en lien avec les performances mécaniques et thermiques. Ce résultat est en accord avec la théorie de la rupture : plus les défauts sont de taille homogène et de petites dimensions plus le matériau est résistant.

L'influence du dosage en Hostapur OSB sur la structure porale est ensuite étudiée pour une masse volumique moyenne plus élevée ($\rho = 542 \text{ kg/m}^3$) que les 6 mousses précédemment analysées ($\rho = 467 \text{ kg/m}^3$). La Figure D. 17 présente les distributions alvéolaires surfaciques des mousses d'Hostapur OSB Kdis77 ($d = 0,0125 \%$, $\rho = 552 \text{ kg/m}^3$, $R_c = 3,47 \text{ MPa}$) et Kdis24 ($d = 0,006 \%$, $\rho = 536 \text{ kg/m}^3$, $R_c = 2,90 \text{ MPa}$). Ces mousses, dont les dosages en tensioactif sont voisins du dosage caractéristique sont caractérisées par des propriétés thermomécaniques très intéressantes (cf. Figure C. 27).

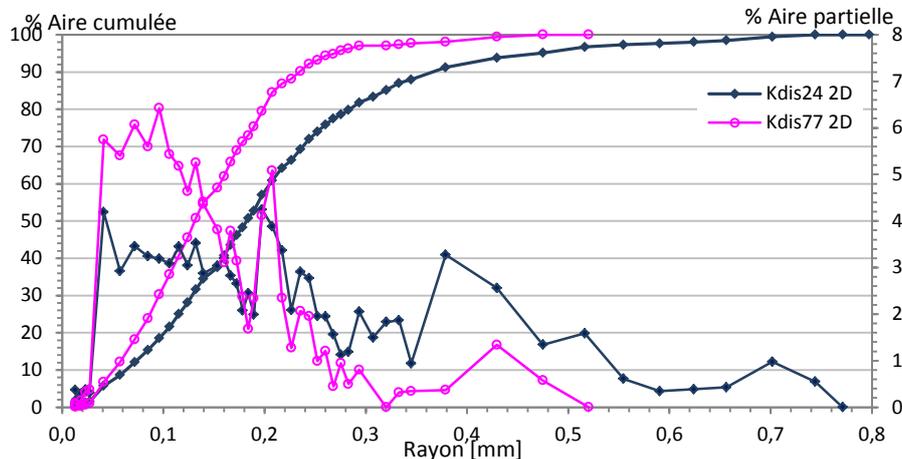


Figure D. 17. Distributions alvéolaires surfaciques des mousses d'Hostapur OSB Kdis24 et Kdis77.

Kdis77 et Kdis24 ont sensiblement la même densité. La mousse Kdis77 est caractérisée par une distribution alvéolaire plus fine que celle de la mousse Kdis24 coordonnée à une meilleure résistance mécanique. À cette masse volumique, une faible modification du dosage en tensioactif autour du dosage caractéristique entraîne une assez forte évolution de la distribution alvéolaire. Un fort effet de structure est donc mis en évidence, la structure la plus fine, mais aussi la plus monodisperse est ici celle qui fournit la meilleure résistance mécanique.

La Figure D. 18 représente les distributions alvéolaires surfaciques des mousses de CTAB. Ces mousses, tout comme les mousses d'Hostapur OSB Kdis24 et Kdis77 présentent de bonnes performances mécaniques.

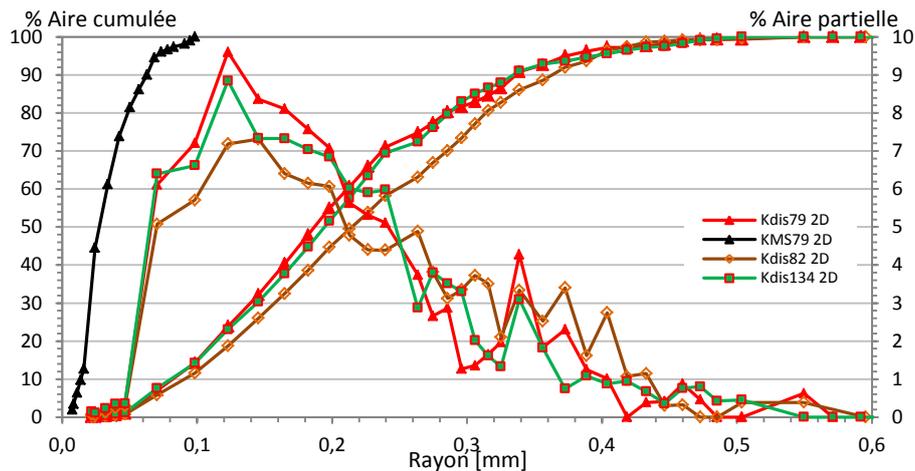


Figure D. 18. Distributions alvéolaires surfaciques des mousses de CTAB Kdis79, KMS79, Kdis82 et Kdis134.

Les mousses Kdis134, Kdis79 et KMS79 ont le même dosage en tensioactif. Leurs masses volumiques sont croissantes. Les mousses Kdis79 et Kdis134 sont obtenus grâce à la phase de moussage propre à la méthode dissociée en visant une masse volumique cible différente.

La distribution alvéolaire évolue vers les plus faibles rayons et devient plus monodisperse lorsque la masse volumique croît. La résistance évolue alors essentiellement en fonction de la masse volumique comme évoqué par Nambiar et al. [83] lorsque la masse volumique dépasse les 1000 kg/m³. Leurs paramètres géométriques obtenus par traitement des mousses engluées sont présentés dans le Tableau D. 4 :

Tableau D. 4. Comparaison des paramètres géométriques surfaciques des échantillons CTAB.

	d [%]	ρ [kg/m ³]	r ₁₀ [mm]	r ₅₀ [mm]	r ₆₀ [mm]	r ₉₀ [mm]	CU -	E [MPa]	R _c [MPa]	λ [W/(m.K)]
KMS79	0,0125	1258	0,014	0,027	0,018	0,063	1,3	6799	9,90	0,50
Kdis79	0,0125	564	0,082	0,19	0,21	0,34	2,6	1977	3,31	0,18
Kdis134	0,0125	465	0,081	0,19	0,22	0,33	2,7	877	1,53	0,15
Kdis82	0,0015	562	0,091	0,21	0,25	0,36	2,7	770	1,83	0,18

Les mousses Kdis82 et Kdis79 ont une masse volumique identique. Néanmoins, la mousse Kdis82 est sous-dosée en tensioactif, son dosage correspond à un quart du dosage caractéristique. Cette mousse présente ainsi une distribution alvéolaire légèrement plus large. Le manque de tensioactif limite la formation des interfaces. Cette structure porale est moins solide que celle de Kdis79 puisque la mousse Kdis82 n'atteint pas 2 MPa.

L'analyse de l'influence de la nature et dosage en tensioactifs sur les distributions alvéolaires se poursuit en comparant les distributions alvéolaires de huit mousses de même masse volumique. La masse volumique moyenne de ces mousses vaut 558 kg/m³, l'écart type est 23 kg/m³. Les paramètres géométriques de ces mousses sont présentés dans le Tableau D. 5.

Tableau D. 5. Comparaison des paramètres géométriques – série à masse volumique constante.

	Tensioactif	d [%]	ρ [kg/m ³]	r ₁₀ [mm]	r ₅₀ [mm]	r ₆₀ [mm]	r ₉₀ [mm]	CU -	E [MPa]	R _c [MPa]	λ [W/(m.K)]
Kdis79	CTAB	0,0125	564	0,08	0,19	0,21	0,34	2,6	1977	3,31	0,18
Kdis82	CTAB	0,0015	562	0,09	0,21	0,25	0,36	2,7	770	1,83	0,18
Kdis24	Hostapur	0,006	536	0,06	0,18	0,21	0,35	3,26	1859	2,90	0,17
Kdis07	AER Sika	0,20	555	0,10	0,29	0,33	0,64	3,17	1528	2,86	0,17
Kdis43	Cetrimide	0,05	588	0,04	0,08	0,09	0,16	2,54	754	1,59	0,17
Kdis11	Microair	0,10	588	0,09	0,35	0,43	0,88	4,52	749	3,38	0,18
Kdis77	Hostapur	0,0125	552	0,05	0,13	0,16	0,23	3,07	1710	3,47	0,18
Kdis148	Neopor	0,018	522	0,12	0,34	0,39	0,62	3,38	1301	2,00	0,16

La mousse de Cetrimide Kdis43 est caractérisée par une distribution alvéolaire très fine, mais ne satisfait pas au critère de résistance mécanique minimale malgré sa densité ($\rho = 536$ kg/m³). Ceci est dû au dosage important en tensioactif qui correspond pratiquement à 10 fois le dosage caractéristique identifié sur le CTAB et l'Hostapur OSB, tensioactifs du groupe 1 présentant des comportements assez similaires. Cette mousse est donc vraisemblablement surdosée en Cetrimide. Le tensioactif, en excès, nuit aux performances mécaniques de la matrice et crée une structure porale peu apte à transmettre des efforts importants. Ces deux phénomènes sont responsables de la résistance en compression limitée ($R_c = 1,59$ MPa).

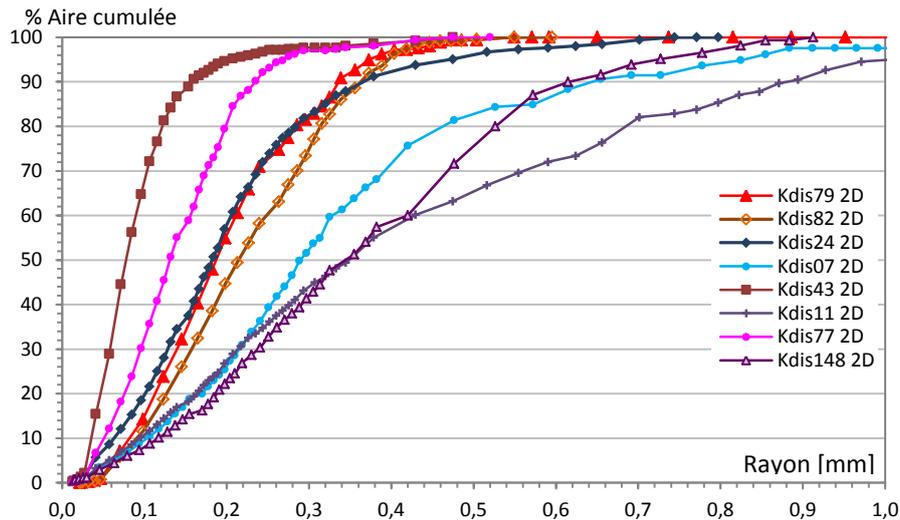


Figure D. 19. Série à masse volumique constante (tous tensioactifs confondus).

La mousse Kdis148 est la seule mousse de Neopor parvenant à atteindre le critère de résistance mécanique. Sa structure porale contient cependant trop de grosses bulles pour rivaliser avec les mousses d'Hostapur OSB ou de CTAB (Figure D. 19). Les mousses Kdis07 et Kdis11 sont respectivement les mousses de Sika et de Microair ayant les meilleures résistances mécaniques. Tout comme la mousse Kdis148, les mousses Kdis07 et Kdis11 présentent une structure porale à caractère polydispersé avec de grosses bulles pénalisantes.

La classification des tensioactifs en deux groupes distincts (groupe 1 : Hostapur OSB, CTAB, Cetrimide ; groupe 2 : Neopor, Microair, Sika) établie dans la partie C grâce aux essais de moussabilité et de CMC se retrouve confirmée par ces analyses de structures porales 2D.

D.3.3 Modèle de stéréologie

D.3.3.1 Théorie

Les éléments théoriques présentés dans la suite correspondent à l'analyse d'un problème simple : comment retraduire la coupe aléatoire d'une sphère par un plan ? La sphère représente une bulle isolée dans un échantillon, le plan correspond au plan de coupe de l'échantillon de mousse. Le disque coupé participe alors à la distribution alvéolaire identifiée en 2D (voir paragraphe D.3.2).

Les outils nécessaires à la mise en forme de ce problème relèvent de la stéréologie. La stéréologie offre un ensemble d'outils d'évaluation quantitative de structure en trois dimensions à partir d'observations faites sur des sections en deux dimensions.

Dans le cas d'occlusions identiques et impénétrables de rayon R , les bases bibliographiques proposées par Pomeau et Underwood [150,151] permettent d'analyser deux configurations limites de la distribution des rayons r des cercles, induits par la coupe des sphères par un plan de coupe : « hauteur h aléatoire » et « rayon r aléatoire ».

Hauteur h aléatoire : envisager le problème correspondant à l'intersection de n sphères placées aléatoirement dans l'espace avec un plan de coupe est équivalent à l'analyse de n plans en intersection avec une sphère à des altitudes aléatoires. À partir d'un ensemble de plans de sections distribués de façon uniforme sur des altitudes comprises entre 0 et R , il est possible d'évaluer le rayon moyen $\langle r \rangle$ (moyenne en nombre) des cercles présents dans les différentes sections :

$$\langle r \rangle = \pi R/4 \quad (\text{D. 1})$$

D'après Pomeau [150], la répartition statistique des rayons des cercles $P(r)$ dépend de h (hauteur entre le centre de la sphère et le plan de coupe) :

$$\int_0^r P(r) dr = \int_0^r \left(\frac{-1}{R}\right) dh = 1 - \frac{h}{R} \text{ avec } h = \sqrt{R^2 - r^2} \quad (\text{D. 2})$$

La proportion des surfaces des cercles de rayon compris entre 0 et r est :

$$P_{Ah} = \left(1 - \frac{\sqrt{R^2 - r^2}}{R}\right)^2 \quad (\text{D. 3})$$

Rayon r aléatoire : ce cas correspond à des sphères en forte interaction, ou ordonnées. La probabilité d'intersection des sphères avec le plan de coupe conduit à une répartition uniforme en rayon. Il se trouve que, pour ce problème, le rayon moyen $\langle r \rangle$ correspond à $R/2$ et la proportion des surfaces des cercles de rayon compris entre 0 et r est:

$$P_{Ar} = \left(\frac{r}{R}\right)^3 \quad (\text{D. 4})$$

D.3.3.2 Choix du modèle stéréologique

Il est possible, pour ces deux modèles, d'identifier la distribution alvéolaire (en surface). Ces modèles peuvent être confrontés à des résultats numériques générés par tirages aléatoires (sur des hauteurs ou des rayons), simulant la coupe aléatoire de sphères par un plan. Les distributions alvéolaires ainsi produites par simulation sont présentées sur la Figure D. 20. Les courbes sont obtenues avec $R = 1,41$ mm (rayon moyen de l'échantillon modèle monodisperse E11). Les courbes des modèles stéréologiques associées à la même valeur de R correspondent :

- à l'équation (D. 3) dans le cas d'un tirage de hauteur h aléatoire,
- à l'équation (D. 4) dans le cas d'un tirage de rayon r aléatoire.

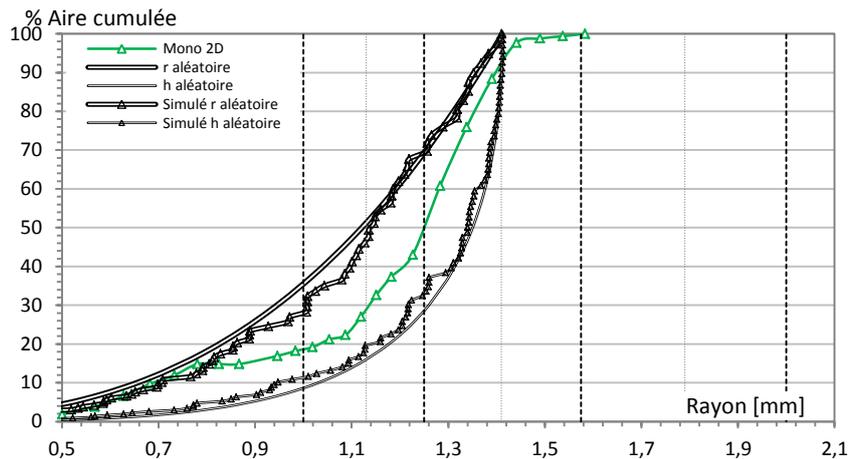


Figure D. 20. Distributions alvéolaires en surface dans le cas de la mousse modèle monodisperse E11 avec $R = 1,41$ mm.

Les courbes produites par simulation présentent une superposition satisfaisante avec les courbes des modèles stéréologiques. La dispersion de la distribution des points autour des courbes des modèles permet de se faire une idée de la dispersion expérimentale qui peut être tolérée. La distribution surfacique obtenue avec l'échantillon modèle monodisperse E11 présente une distribution alvéolaire intermédiaire entre les deux modèles stéréologiques, en restant globalement mieux ajustée sur le modèle r aléatoire au niveau des gros et des petits rayons. Une légère interaction des occlusions entre elles est donc probable au sein de la mousse modèle. Le même travail est réalisé dans le cas de l'échantillon bidisperse, en considérant cette fois un mélange théorique de deux classes d'occlusions. La mousse modèle E16 est réalisée avec un volume identique de billes de polystyrène dans chaque classe, les rayons sont $R = 1,13$ mm et $R' = 1,79$ mm. Les distributions alvéolaires (en surface) du mélange sont construites sur la base des modèles (équations (D. 3) et (D. 4)) et par simulation numérique sur la base de 200 tirages aléatoires et sont présentées ci-après (Figure D. 21).

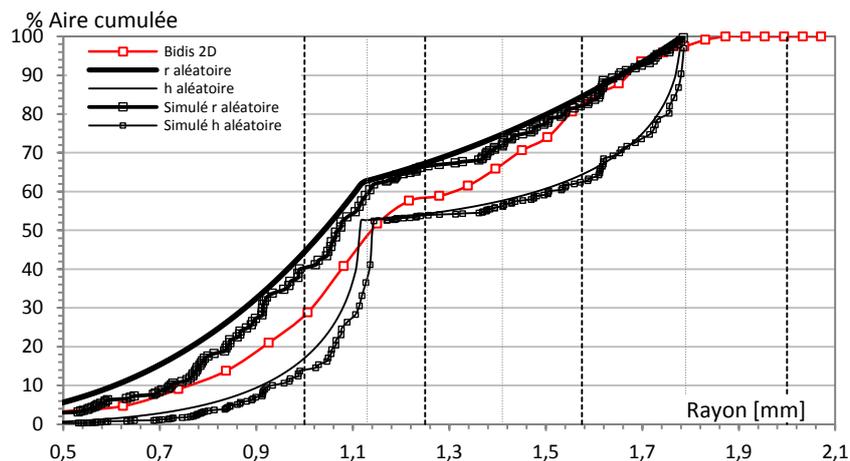


Figure D. 21. Distributions alvéolaires surfaciques dans le cas de la mousse modèle bidisperse E16 (R = 1,13 mm et R' = 1,79 mm).

Les données simulées s'ajustent bien sur les courbes modèles. La distribution alvéolaire 2D de l'échantillon modèle bidisperse est située entre les courbes des deux modèles constituant deux cas limites. Ainsi, comme pour le cas monodisperse, une certaine organisation des occlusions semble présente, l'ajustement sur la courbe r aléatoire étant net en tête et en pied de courbe.

Les courbes modèles (Figure D. 21) sont construites en supposant un mélange parfaitement bidisperse. Or, lors de la préparation par tamisage des billes de polystyrène entrant dans la composition d'E16, la séparation de tailles ne permet pas de s'affranchir d'une certaine polydispersité autour des tailles de particules ciblées. Les courbes modèles ne permettent pas de le reproduire. Les distributions alvéolaires modèles seraient à reconsidérer.

Les mousses de Kerysten® sont beaucoup plus poreuses (48 à 84 %) que les deux mousses modèles (32 et 33 %). Les bulles au sein des mousses de Kerysten® vont ainsi davantage interagir entre elles. Ces deux raisons nous conduisent à privilégier le modèle en « r aléatoire » (courbe supérieure) pour décrire les distributions alvéolaires surfaciques des mousses (modèles, de Kerysten® et de ciment Prompt).

Ces modèles stéréologiques permettent d'interpréter les distributions alvéolaires surfaciques. L'utilisation du modèle en r aléatoire semble ici plus judicieuse et est utilisé par la suite (partie D.D.5) pour le passage d'une distribution alvéolaire surfacique à volumique. L'obtention des distributions alvéolaires volumiques est nécessaire à la validation de cette méthode et constitue l'objet de la prochaine partie.

D.4 Distribution alvéolaire 3D

D.4.1 Tomographie sur mousses modèles

Les distributions alvéolaires volumiques obtenues grâce au traitement par Imorph® des données des essais de tomographie (Bidis 3D et Mono 3D) sont présentées Figure D. 22 :

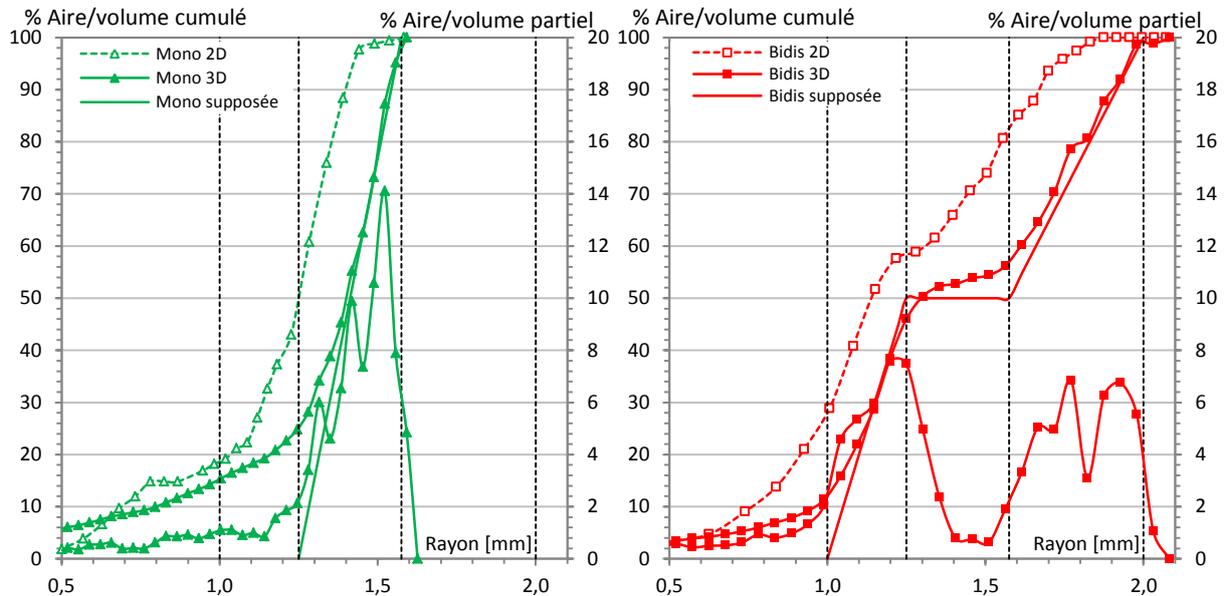


Figure D. 22. Comparaison entre distributions alvéolaires supposées et expérimentales obtenues par analyse d'images (2D) et tomographie (3D) pour les mousses modèles E11 et E16.

Les distributions alvéolaires 3D supposées sont proposées en considérant une distribution linéaire des tailles de particules. Les distributions alvéolaires obtenues sur les deux mousses modèles par tomographie présentent de bonnes similitudes avec ces courbes supposées. La structure porale réelle est donc en accord avec la structure désirée. En pied de distribution alvéolaire, pour les petits diamètres d'occlusions, les courbes ne sont pas conformes aux attentes. Des petites bulles d'air ont été involontairement entraînées à la fabrication. Une pâte plus fluide aurait pu diminuer cette quantité d'air entraîné, mais ne serait parvenue à maintenir les billes de polystyrène qui tendent à naturellement remonter sous l'effet de la poussée d'Archimède. De plus, la pixellisation de l'image entraîne parfois une confusion entre matrice et petites occlusions lors des traitements de données. Les distributions alvéolaires 2D s'avèrent décalées vers les plus petits rayons, comme attendu (stéréologie - paragraphe D.3.3).

D.4.2 Tomographie sur mousses Kerysten®

D.4.2.1 Comparaison des distributions alvéolaires surfaciques et volumiques.

Les différentes mousses de Kerysten® analysées dans le chapitre D.D.3.2 grâce à la méthode d'enduction à la résine pigmentée sont analysées par tomographie (hormis la série Hostapur OSB à masse volumique constante $K_{dis67-72}$). La comparaison des distributions alvéolaires surfaciques et volumiques de l'ensemble des mousses est présentée dans l'annexe D.1. Contrairement aux cas des mousses modèles, les distributions alvéolaires surfaciques et

volumiques sont assez proches pour la plupart des mousses analysées. L'écart entre ces distributions alvéolaires est d'autant plus grand que la mousse possède de grandes occlusions. Un biais expérimental peut affecter les résultats. Si la taille de la zone d'analyse de l'échantillon est trop faible par rapport à la taille des occlusions, l'analyse d'image peut conduire à une distribution alvéolaire non représentative des occlusions présentes dans l'échantillon.

Le rapport entre la taille de la plus grosse bulle est la largeur de la zone d'analyse des mousses de Kerysten® est beaucoup plus grande que celle des mousses modèles. Par exemple, ce rapport est de 0,05 pour la mousse Kdis77 (mousse de Kerysten® ayant la plus forte résistance à la compression, $R_c = 3,47$ MPa) tandis qu'il atteint 0,15 pour la mousse modèle E11. Il est donc très probable que, pour les mousses modèles, ce problème de représentativité de la surface analysée justifie une partie de l'écart important constaté entre distributions alvéolaires surfaciques et volumiques. La zone d'analyse exploitée pour les échantillons modèles ne serait pas suffisante. Une notion de surface élémentaire représentative doit être considérée.

Dans le même esprit, des écarts plus importants apparaissent entre les deux distributions alvéolaires pour les mousses minérales présentant les plus grosses occlusions, Kdis148 (Neopor), Kdis07 (Sika) et Kdis11 (Microair), (Figure D.23 - gauche). La mousse Kdis11 présente une structure porale singulière comportant de nombreuses bulles non sphériques (Figure D.23 - droite). Ces bulles de formes particulières sont éliminées de l'analyse surfacique ce qui pénalise l'interprétation de l'écart entre les deux distributions alvéolaires.

Ces bulles de formes singulières indiquent que plusieurs membranes séparant deux bulles ont rompu avant que la prise ne se soit achevée. La pâte, à cet instant est néanmoins assez ferme pour que les bulles ne donnent pas naissance à une bulle parfaitement sphérique après coalescence. Ce phénomène est mis en évidence dans la partie B.4.4.2 à l'aide de gel de Carbopol®. L'analyse a montré que plus le seuil de mise en écoulement est élevé plus les bulles conservent leur forme après rupture de la membrane les séparant. Cette mousse est un cas particulier. Si les membranes avaient rompu plus tôt, la coalescence aurait abouti à des bulles uniques qui auraient à nouveau coalescé entre elles jusqu'à ce que certaines soient trop volumineuses et finissent par remonter à la surface (équation d'équilibre – partie B.4.2.3).

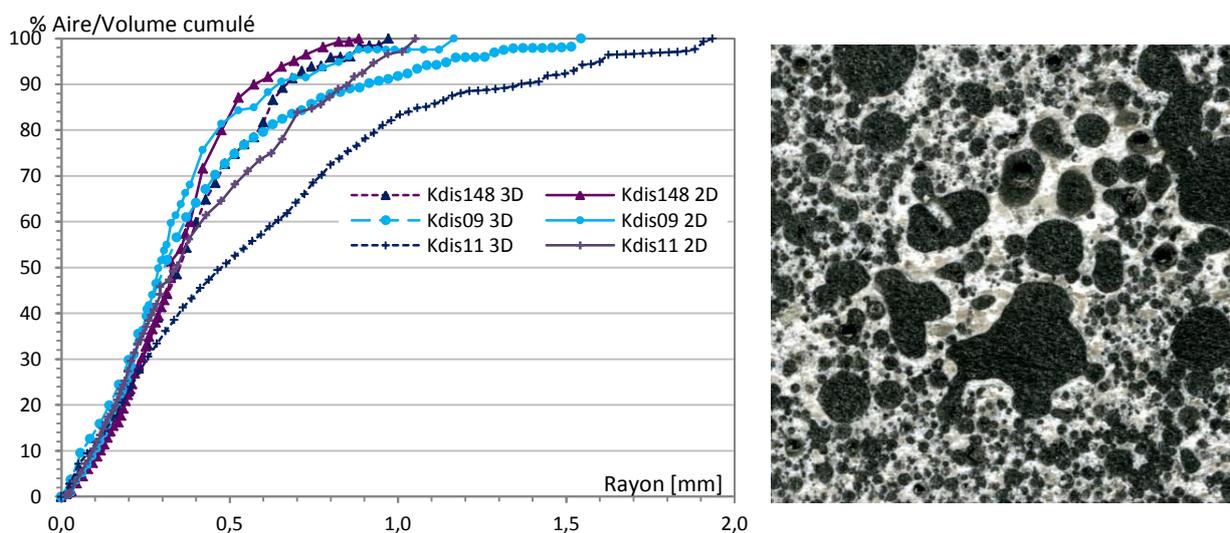


Figure D.23. Comparaison des distributions alvéolaires surfaciques et volumiques des mousses Kdis148, Kdis07 et Kdis11 (gauche) – Mousse Kdis11 engluée (droite).

Pour la grande majorité des mousses créées, les membranes sont présentes jusqu'à la prise. Le dosage en Microair de la mousse Kdis11 est critique, une légère réduction de ce dernier aurait entraîné une rupture plus rapide des membranes, à un stade moins avancé de la prise.

D.4.2.2 Analyse volumique : conclusions

La comparaison des distributions alvéolaires surfaciques et volumiques présentées en annexe D.1 révèle une divergence sur les mousses présentant les plus grosses bulles. Afin de synthétiser la comparaison entre ces distributions alvéolaires, les différents paramètres géométriques d'interprétation des distributions alvéolaires sont évalués à partir de l'analyse surfacique et volumique. Les résultats sont comparés sur la Figure D. 24. Les deux courbes sont équivalentes, celle de droite permet de distinguer les quatre paramètres géométriques tandis que celle de gauche permet de différencier les mousses. La Figure D. 24 (gauche) révèle une assez mauvaise correspondance des rayons à 10 %. Ces valeurs sont situées sous la droite $y = x$ (pointillés noirs courts) indiquant que les rayons obtenus par analyse volumique sont inférieurs à ceux déterminés par l'analyse des vues en coupe. Il est probable que la technique de visualisation surfacique soit erronée pour des bulles aussi fines. Les bulles de plus petits rayons, non détectées par l'analyse surfacique, apparaissent dans la distribution alvéolaire volumique, expliquant le décalage vers des rayons à 10 % de surface cumulée (r_{10} plus importants dans l'analyse surfacique). De même, une mauvaise estimation des paramètres géométriques surfaciques de l'échantillon KMS79 en raison de leurs petites tailles explique que certains de ces paramètres surfaciques soient inférieurs à leurs homologues volumiques.

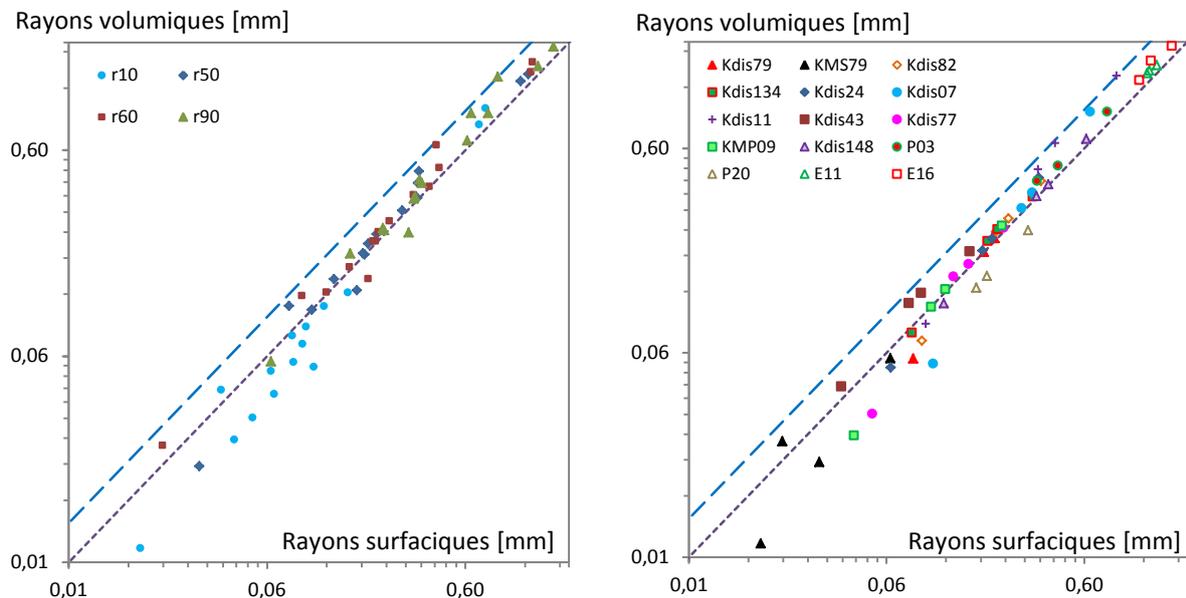


Figure D. 24. Comparaison des paramètres géométriques des distributions alvéolaires surfaciques et volumiques (échelle logarithmique) en fonction des paramètres géométriques (gauche), des mousses (droite).

La mousse P20 présente des paramètres géométriques surfaciques incohérents. Cette mousse présente une distribution alvéolaire singulière (Figure D. 12). L'étude de sa distribution alvéolaire surfacique pose des problèmes et explique les erreurs constatées sur la Figure D. 24 (droite). Pour les autres mousses, l'ensemble des paramètres géométriques volumiques est supérieur aux paramètres surfaciques, en accord avec la théorie développée dans le chapitre D.D.3.3.1. Les mousses présentant les performances mécaniques les plus intéressantes (Hostapur OSB, CTAB) présentent de très bonnes similitudes entre distributions alvéolaires surfaciques et volumiques. Les conclusions tirées de l'analyse surfacique restent valables lors de l'analyse volumique.

D.5 Passage 2D-3D

D.5.1 Méthode

Le passage entre la distribution alvéolaire 2D (en surface, induite par l'étude des plans de coupe) et la distribution alvéolaire en volume 3D (distribution alvéolaire réelle des occlusions) est envisagé en exploitant le modèle en r aléatoire correspondant à un cas d'occlusions monodisperses. L'idée est de reconstruire la distribution alvéolaire de l'échantillon étudié en considérant que les occlusions sont distribuées selon différentes classes alvéolaires. Chaque classe alvéolaire, caractérisée par un rayon unique d'occlusion produit une distribution alvéolaire 2D conforme à l'équation (D. 4). Il convient d'estimer la proportion d'occlusions de chaque classe qui permette de générer la distribution alvéolaire 2D de l'échantillon étudié. Pour identifier ces proportions, il convient d'analyser le problème des grandes tailles vers les petites tailles. La Figure D. 25 permet de présenter la méthode. La distribution alvéolaire 2D de l'échantillon monodisperse E11 précédemment présentée (Figure D. 10.) est rappelée dans l'insert de la Figure D. 25. Les points de cette courbe distinguant chaque classe alvéolaire sont notés G_i . Le rayon maximal identifié sur la distribution alvéolaire 2D est noté R_1 .

Les points notés P_{i+1} sont placés à l'intersection des droites d'équations $x = R_{i+1}$ et des courbes caractéristiques de l'équation (D. 4) : $y_i = G_i \left(\frac{r}{R_i}\right)^3$.

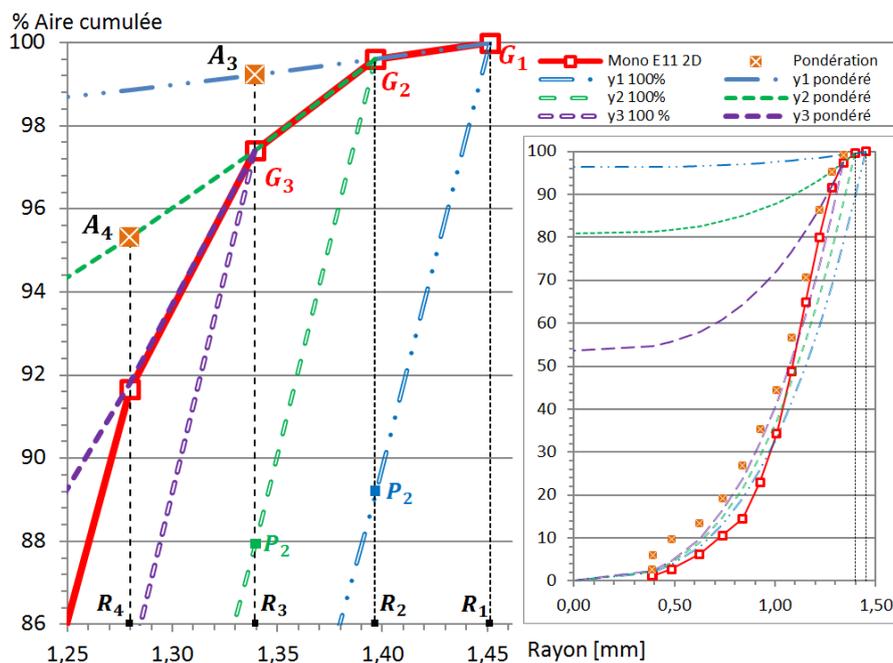


Figure D. 25. Echantillon monodisperse E11 - passage 2D-3D.

Sur la première classe ($R_2 < r < R_1$), seules les occlusions de rayon R_1 sont présentes. Dans cet intervalle, si l'échantillon avait été uniquement composé de ces grosses occlusions, la distribution alvéolaire 2D aurait évolué selon la courbe passant par P_2 . La proportion de ces grosses occlusions réellement présente dans l'échantillon est donnée par le rapport $(100 - G_2)/(100 - P_2)$.

Pour obtenir la proportion des occlusions de la seconde classe ($R_3 < r < R_2$), le principe est identique. Cependant, il faut remarquer que le refus propre à cette classe s'opère seulement

entre les points A_3 et G_3 , car le refus entre 100 et A_3 est imputable aux occlusions de la classe précédente (Figure D. 25). Dans l'hypothèse d'un mélange composé uniquement d'occlusions de la première et de la seconde classe, la distribution alvéolaire aurait évolué selon la courbe passant par P_3 . Ainsi, la proportion des occlusions de la seconde classe est donnée par le rapport $(A_3 - G_3)/(A_3 - P_3)$. Afin de généraliser l'expression des proportions de chaque classe, l'équation des courbes pondérées définissant les points A_{i+1} est donnée:

$$y_i \text{ pondérée } (r) = G_i \frac{G_i - G_{i+1}}{100 \left(1 - \left(\frac{R_{i+1}}{R_i}\right)^3\right)} \left(\left(\frac{r}{R_i}\right)^3 - 1\right) + G_i \quad \text{pour } r < R_i \quad (\text{D. 5})$$

La proportion de chacune des classes alvéolaires est :

$$pv_i = \frac{y_{i-1} \text{ pondéré}(R_{i+1}) - G_{i+1}}{y_{i-1} \text{ pondéré}(R_{i+1}) - G_i \left(\frac{R_{i+1}}{R_i}\right)^3} \quad (\text{D. 6})$$

Les proportions sont déterminées de proche en proche jusqu'à la dernière classe alvéolaire. Les résultats permettent ainsi de reconstruire, classe par classe, la distribution alvéolaire 3D en volume. La méthode est saisie dans une feuille de calcul d'un tableur.

D.5.2 Validation sur mousses modèles

Les résultats de la méthode de passage 2D-3D obtenus pour les deux échantillons modèles sont présentés sur la Figure D. 26. Dans le cas du mélange monodisperse E11 (Figure D. 26 – gauche), un assez bon ajustement est observé entre la distribution alvéolaire reconstruite et celle obtenue via tomographie.

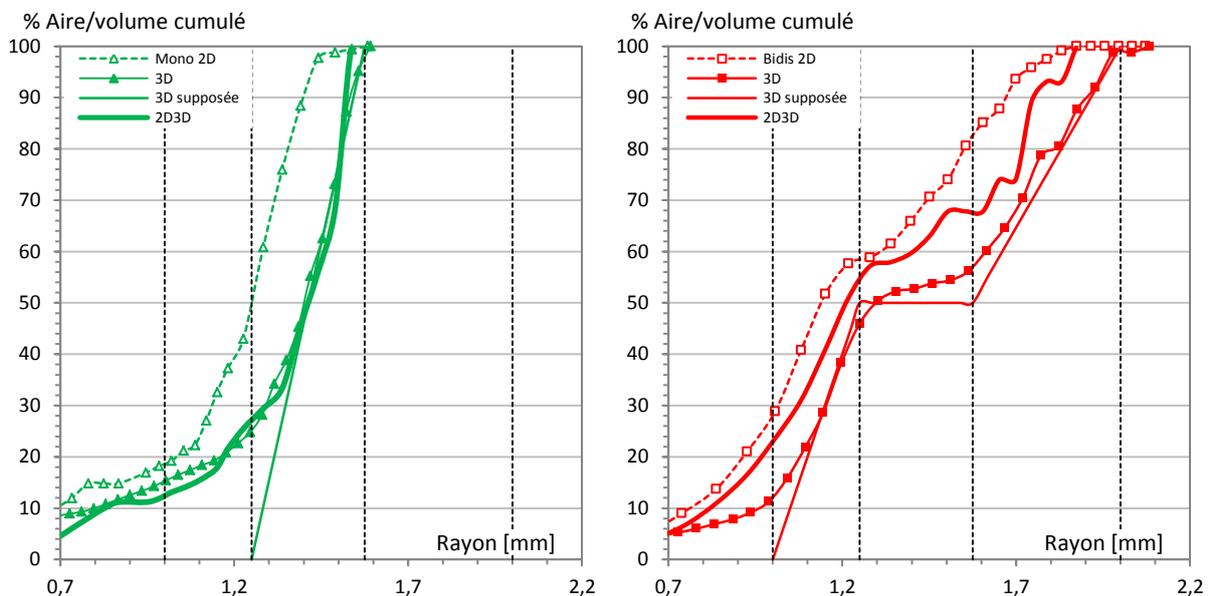


Figure D. 26. Monodisperse E11 et bidisperse E16: Passage de la distribution alvéolaire 2D à la 3D.

Une différence plus sensible dans le cas bidisperse E16 est constatée. En effet, le rayon de la plus grosse occlusion détectée sur le plan de coupe est 1,87 mm. Le rapport entre le rayon de la plus grosse occlusion r_{\max} et la taille de la surface analysée l_s (22 mm) est seulement de 0,085 pour l'échantillon E16. Il est donc peu probable qu'une occlusion ait été coupée suivant son rayon

maximal par les plans de coupe sélectionnés. La distribution alvéolaire 2D est donc décalée vers les petits rayons. Cette remarque rejoint la notion de surface élémentaire représentative, nécessaire à l'identification d'une distribution alvéolaire 2D retraduisant correctement la structure porale de l'ensemble de la mousse.

Une correction de la distribution alvéolaire 3D reconstituée est proposée. Elle consiste à pondérer la proportion identifiée pour chaque classe, après transcription 3D des distributions alvéolaires 2D, par un coefficient de correction K_c .

Cette correction est d'autant plus importante que le rapport entre le rayon de la plus grosse occlusion r_{max} et la largeur de la surface analysée l_s est fort. Le coefficient de correction K_c a été identifié pour chaque échantillon ayant fait l'objet d'une tomographie. L'évolution de K_c en fonction du rapport r_{max}/l_s est modélisée par une fonction simplement ajustée sur les données expérimentales. Les sections sont produites à partir des données tomographiques ainsi que les distributions alvéolaires volumiques :

$$K_c = 1 - 15 \left(\frac{r_{max}}{l_s} \right)^2 \quad (D. 7)$$

L'évolution de ce paramètre de correction est présentée sur la Figure D. 27 :

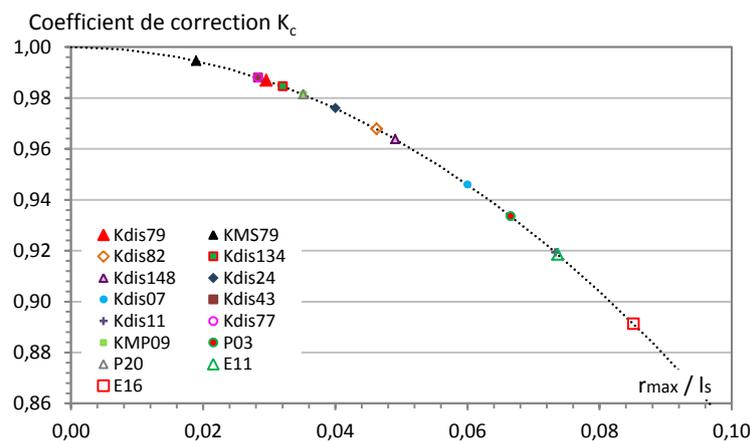


Figure D. 27. Evolution du facteur de correction D pour les différentes mousses.

Les distributions alvéolaires volumiques corrigées des deux mousses modèles sont présentées sur la Figure D. 28. L'intérêt de la correction apparaît clairement, notamment pour la mousse bidisperse E16 (Figure D. 28 – droite) pour laquelle la valeur de K_c est la plus faible (en raison des grosses billes de polystyrène qui la composent).

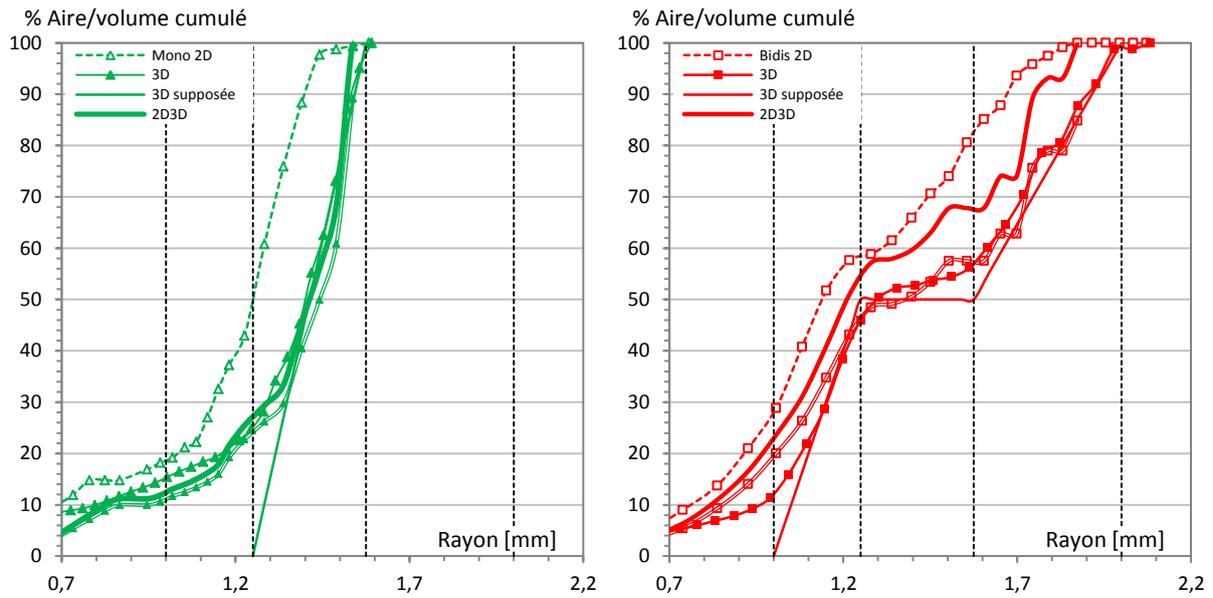


Figure D. 28. Distributions alvéolaires volumiques corrigées des deux mousses modèles E11 et E16.

Le principe de passage 2D-3D est appliqué aux deux mousses de Kerysten® Kdis07 et Kdis11 présentant les plus grands écarts entre distribution alvéolaire surfacique et volumique (Figure D. 23). Les distributions alvéolaires en volume produites par la méthode de passage 2D-3D s'ajustent bien sur la courbe 3D réelle si l'on tient compte de la correction K_c (Figure D. 29).

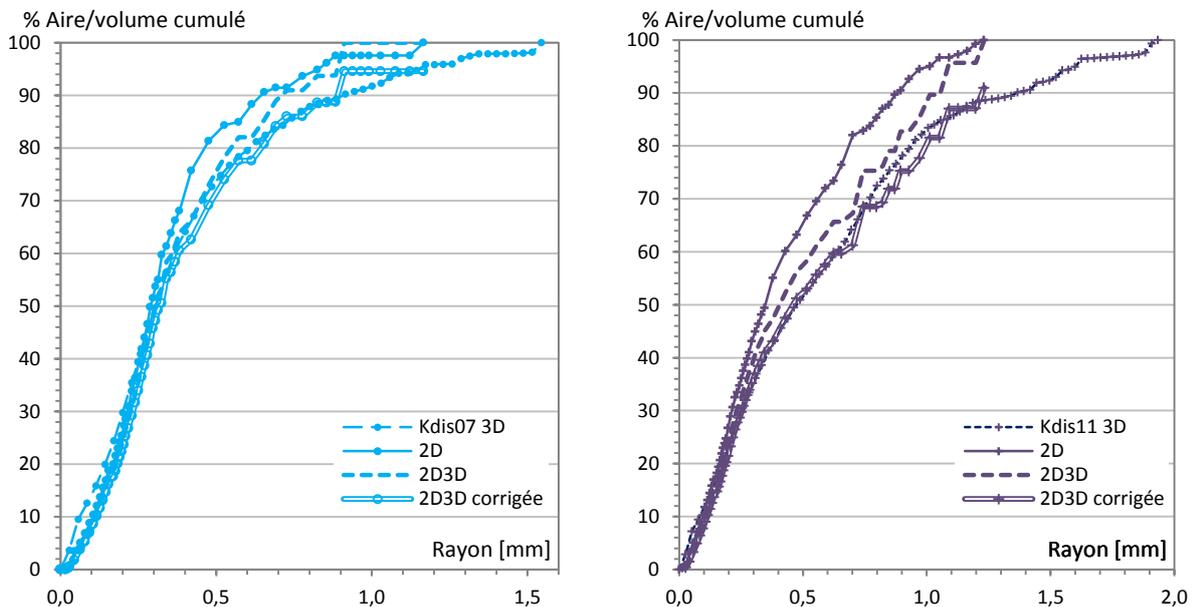


Figure D. 29. Mousses Kdis07 et Kdis11 : Passage 2D/3D.

À l'issue de ce travail d'analyse, la méthode créée pour le passage d'une distribution alvéolaire 2D à une distribution 3D permet de simplement déduire la structure porale volumique de mousses à partir d'une visualisation surfacique, technique simple et bon marché. Une correction des résultats est néanmoins nécessaire pour tenir compte de la représentativité de la section de coupe étudiée. Cette correction est d'autant plus grande que le rapport entre la dimension de la plus grosse bulle et celle de la zone étudiée est fort.

D.6 Discussion

L'étude des structures porales de ces différentes mousses permet de tirer plusieurs conclusions sur les relations entre l'évolution de la structure porale et le choix de la nature et du type de tensioactif.

L'étude des mousses Kdis77 et Kdis24 ainsi que la série de mousses Hostapur OSB à masse volumique constante (paragraphe D.3.2.3) ont permis de montrer que les structures porales évoluaient fortement au voisinage du dosage caractéristique en tensioactif. Cette évolution structurelle est plus importante lorsque le dosage en tensioactif passe d'une valeur inférieure au dosage caractéristique à ce dernier.

L'étude seule de la structure porale ne permet pas de classer précisément les mousses en termes de performances mécaniques. Cependant, les tensioactifs du groupe 1 conduisent à des évolutions similaires de leurs structures porales en fonction du dosage en tensioactif. Les mousses présentant les meilleures performances mécaniques ont un r_{50} se situant entre 0,1 et 0,3 mm, ce qui correspond, parmi l'ensemble des mousses fabriquées, à des mousses possédant une structure porale assez fine.

Cependant, identifier la structure porale d'une mousse n'est pas suffisant pour y associer une performance mécanique. Les tensioactifs utilisés ont un impact sur les conditions de cristallisation. L'augmentation du dosage en tensioactif diminue sensiblement les performances mécaniques des matrices (cf. Partie C) et plus particulièrement pour les tensioactifs du 2nd groupe. Le dosage caractéristique mis en évidence (pour les tensioactifs du premier groupe) correspond à un compromis entre une optimisation de la structure porale et une faible diminution des performances de la matrice. La permet d'illustrer le propos :

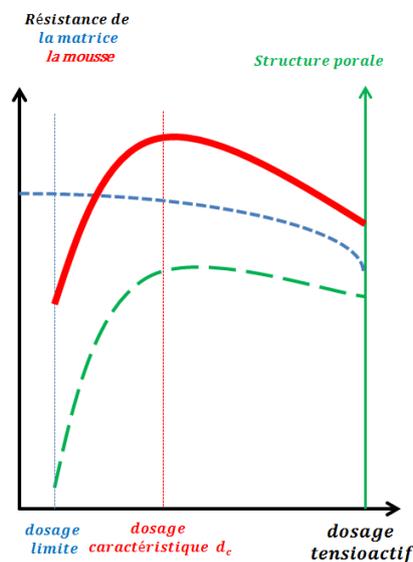


Figure D. 30. Premier groupe : Relation entre dosage en tensioactif et performances mécaniques pour une masse volumique donnée.

Lorsque le dosage est inférieur au dosage caractéristique, les performances de la matrice minérale sont bonnes (Figure D. 30 – pointillés courts bleus) avec une valeur maximale pour un dosage nul. Les performances de la matrice diminuent ensuite progressivement avec l'augmentation du dosage en tensioactif. Cette diminution se poursuit au-delà du dosage caractéristique identifié.

L'expérience a montré qu'il était impossible de créer des mousses minérales sans tensioactif. Un dosage minimal, dit dosage limite (Figure D. 30) est nécessaire pour permettre le maintien de la structure jusqu'à la prise. À ce dosage, le tensioactif est sous dosé et la structure porale associée est composée de grosses bulles (exemple : mousse Kdis24) potentiellement induites par de la coalescence. Les performances mécaniques de ces mousses sont assez faibles.

Lorsque le dosage en tensioactif atteint sa valeur caractéristique, la structure porale est optimisée (Figure D. 30 – pointillés longs verts). La quantité de tensioactif présente est suffisante pour former une structure fine, mais surtout plus homogène. L'arrangement des bulles permet une répartition homogène des efforts de compression. À ce dosage caractéristique, qui reste faible, la résistance de la matrice minérale est peu affectée par le tensioactif. Au-delà du dosage caractéristique, le rayon moyen des bulles augmente ce qui se traduit par une structure porale moins homogène. Les performances mécaniques des mousses s'en trouvent diminuées. La courbe de résistance des mousses (en rouge sur la

Figure D. 30) présente donc une résistance mécanique optimale pour le dosage caractéristique, résultant de la combinaison entre l'évolution de la structure porale et de la résistance de la matrice minérale.

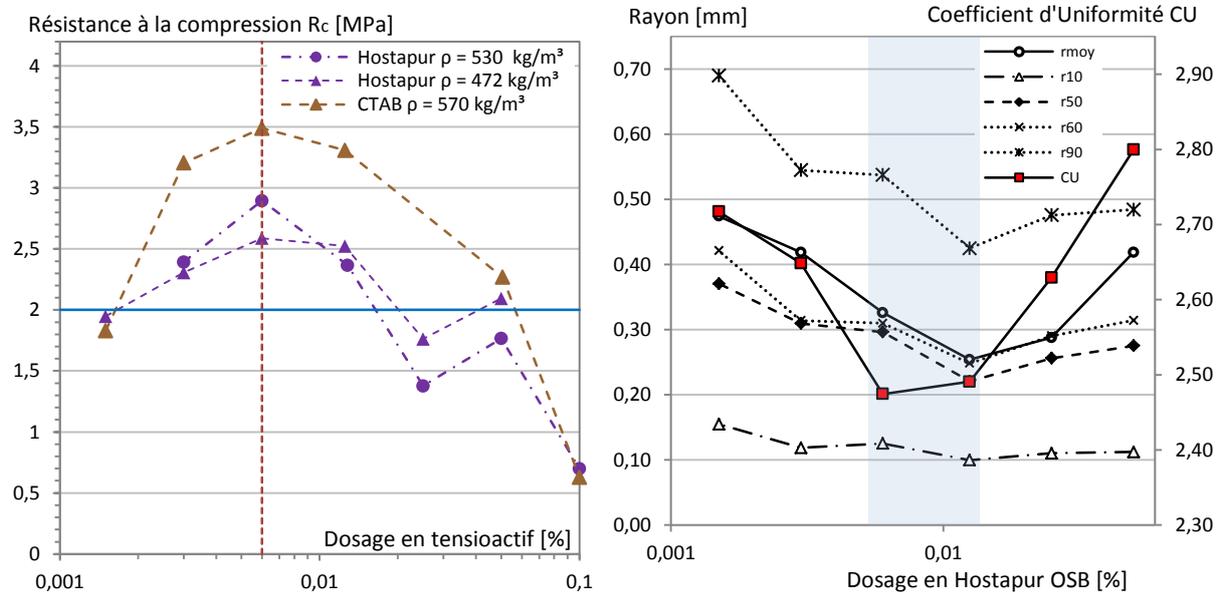


Figure D. 31. Effet de la structure : Evolution des performances mécaniques (gauche) et des paramètres géométriques de la série ($\rho = 472 \text{ kg/m}^3$) (droite) en fonction du dosage en tensioactif.

Cette analyse est étayée par les résultats obtenus pour deux tensioactifs (partie C et D). Les deux graphiques rappelés dans la Figure D. 31 montrent que le dosage caractéristique en tensioactif permet d'augmenter sensiblement les performances mécaniques (Figure D. 31 - gauche) grâce à l'obtention d'une structure porale plus uniforme (Figure D. 31 - droite).

Au-delà du dosage caractéristique, la structure porale se dégrade progressivement. En introduisant davantage de tensioactif, la surface spécifique interne de la mousse augmente et les bords de Plateau (cf. partie B.2.1.2) composés du gypse durci sont de plus en plus fins et fragiles ayant pour effet de fragiliser la mousse. Cependant, un très léger surdosage permet de s'assurer que la structure porale soit homogène en contrepartie d'une diminution minimale des performances mécaniques de la matrice.

L'ensemble des mousses produites par la méthode dissociée avec les tensioactifs du groupe 1 semble respecter les principes de la Figure D. 30. Il est intéressant de constater que le dosage en tensioactif caractéristique ramené au dosage en eau des pâtes correspond à environ 1,7 g/l. Cette valeur est un peu plus élevée que la CMC identifiée pour ces tensioactifs.

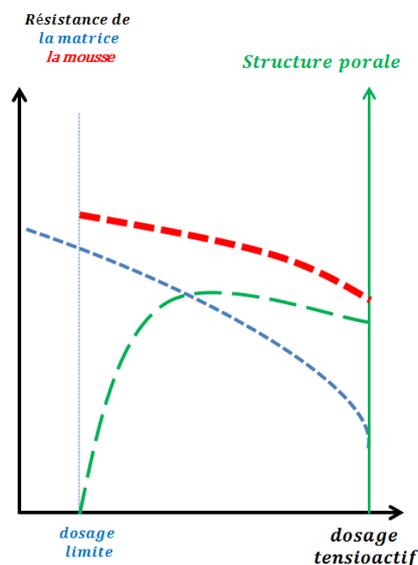


Figure D. 32. Second groupe : Relation entre dosage en tensioactif et performances mécaniques pour une masse volumique donnée.

Concernant les tensioactifs du groupe 2, les essais réalisés en solution dans la partie B indiquent qu'ils sont moins aptes à former des mousses. En suspension minérale, les mousses produites présentent des structures porales moins homogènes, participant à leurs mauvaises performances mécaniques. Les essais MEB réalisés dans la partie C indiquent que ces tensioactifs dégradent les conditions de cristallisation du gypse. Au niveau du dosage limite requis pour former une mousse et la maintenir jusqu'à la prise, la qualité de la matrice est déjà fortement dégradée (courbe pointillés bleus - Figure D. 32). La structure porale évolue également en fonction du dosage en tensioactif mais l'altération significative de la matrice explique pourquoi ces tensioactifs ne présentent pas de dosage caractéristique optimisant la structure porale (courbe pointillés rouge - Figure D. 32), comme cela avait été mis en évidence pour les tensioactifs du 1^{er} groupe.

Enfin, dans le cas de la production de mousses par méthode de mousses aqueuses préformée, le dosage en tensioactif requis est beaucoup plus important que ce qui est requis par la méthode dissociée. Donc, bien que la structure des mousses puisse être fine et relativement homogène, leurs performances mécaniques sont très pénalisées par l'altération de la matrice minérale.

D.7 Analyse numérique : Abaqus

L'objectif de cette analyse numérique est d'évaluer comment les visualisations réalisées par tomographie peuvent être valorisées afin d'alimenter un outil de calcul susceptible de modéliser numériquement la réponse mécanique de mousses minérales. Cette étude de faisabilité est essentiellement focalisée sur une analyse élastique linéaire, sans rupture. Les propriétés mécaniques évaluées lors des essais de compression destructifs (partie C.6.3.3) sont comparées avec les résultats des essais numériques.

D.7.1 Traitement des données Imorph

Le traitement des images de tomographie par Imorph permet d'obtenir N_{im} matrices carrées contenant chacune N_{im}^2 termes. Chaque matrice correspond à un plan de coupe de l'échantillon étudié. Pour chaque élément de chaque matrice, deux valeurs sont possibles, 1 si la zone correspondante est solide, 0 si la zone est une occlusion. La puissance de calcul des ordinateurs utilisés permet de travailler au maximum avec des matrices carrées contenant N^2 éléments (et $N \leq N_{im}$). Afin de traiter un volume d'échantillon plus important, la qualité des images issues des tomographies est généralement divisée par 2 ou 4. La largeur de la zone traitée peut ainsi être doublée ou quadruplée, mais la manipulation induit une perte de qualité des contours des occlusions.

Les mailles cubiques (cub8) sont retenues pour traiter le problème. Un maillage de N^3 éléments contenant chacun 8 nœuds est créé. La construction du maillage est présentée Figure D. 33. La mousse est reconstruite par tranche. Les données issues d'Imorph sont traitées et chacun des N^3 éléments est trié en fonction de son appartenance ou non à la matrice solide.

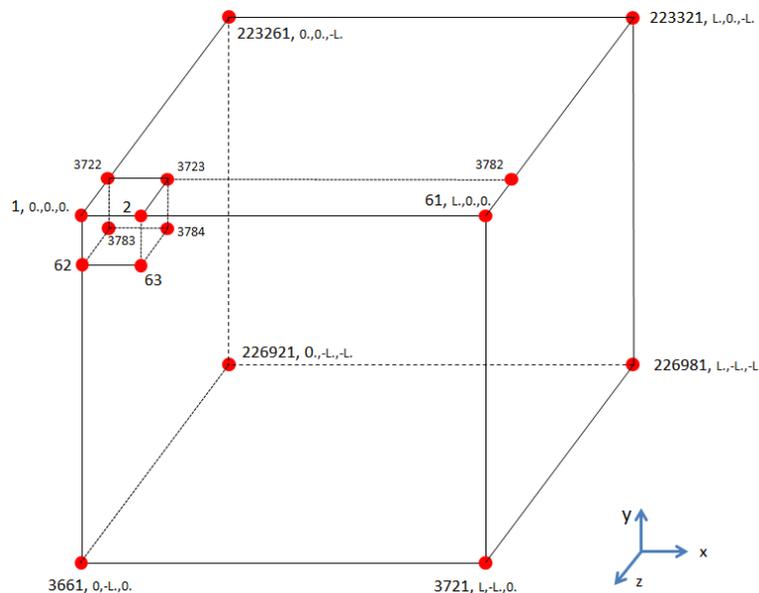


Figure D. 33. Abaqus : Création du maillage (exemple pour $N = 60$).

D.7.2 Maillage / Modèle numérique

Chaque élément est classé dans une des phases : solide ou occlusion. Un modèle de comportement élastique pur est utilisé. Chaque maille de la phase solide se voit attribuer une valeur du module d'Young $E_{mat} = 30$ GPa. Cette valeur correspond à la valeur expérimentale du

module d'Young de l'échantillon KMS00, sans tensioactif. Une loi élastique linéaire est également attribuée aux éléments représentant les occlusions. Il aurait été difficile de traiter le problème différemment en raison de la complexité du maillage. La valeur arbitraire du module d'Young de la phase gazeuse est choisie très faible, son module d'Young vaut $10^{-3} E_{\text{mat}}$ afin d'annuler son action. Pour les deux phases, le coefficient de Poisson vaut 0,2.

Afin de modéliser un chargement par déplacement imposé (essais de compression, partie C), les faces en regard sont déplacées de 0,02 mm l'une vers l'autre (Figure D. 34). Le déplacement total est de 0,04 mm. La section centrale reste globalement au même endroit. Les déplacements dans les autres directions sont libres.

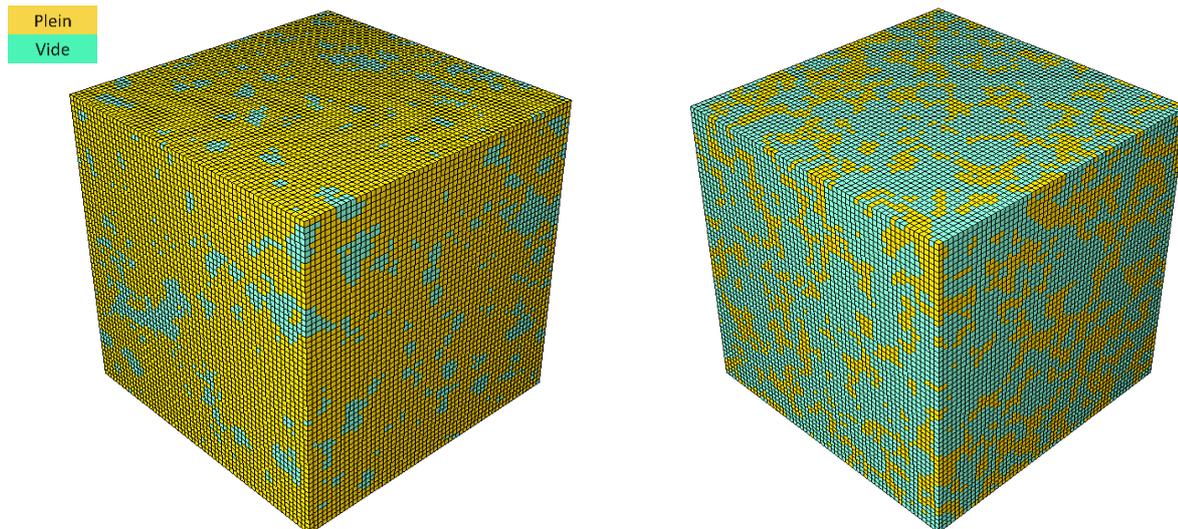


Figure D. 34. Maillage bi-phasique : KMS79 (gauche), Kdis79 (droite).

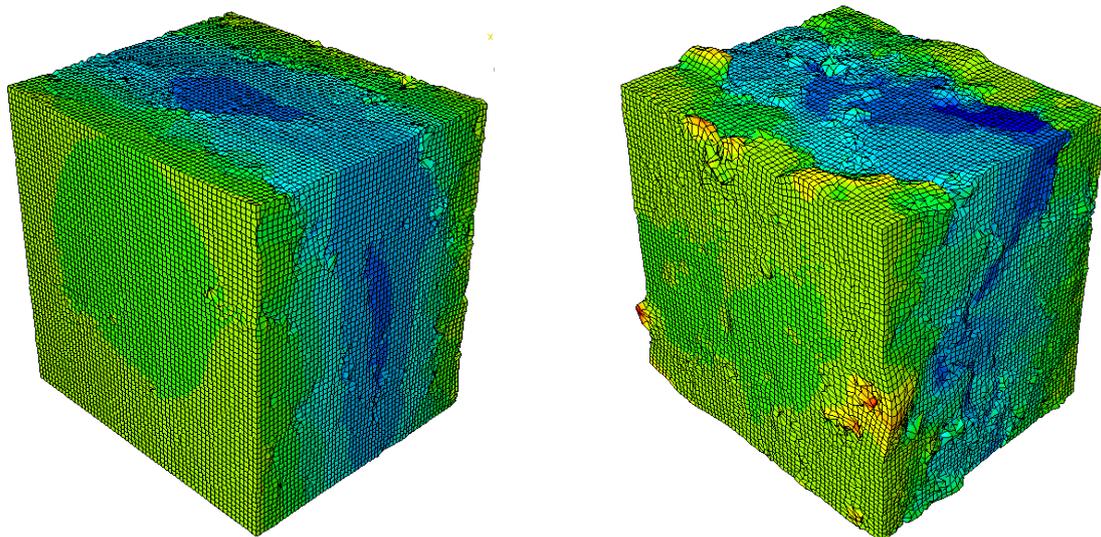


Figure D. 35. Déplacement - mousse KMS79 (gauche), Kdis79 (droite).

L'effort est transmis par les éléments de la phase solide. Afin de remonter au module d'Young apparent (noté E_{num}), la somme des efforts est calculée sur les deux faces où le déplacement a été imposé puis une contrainte est calculée. La Figure D. 36 représente la répartition des contraintes locales sur une face de la mousse.

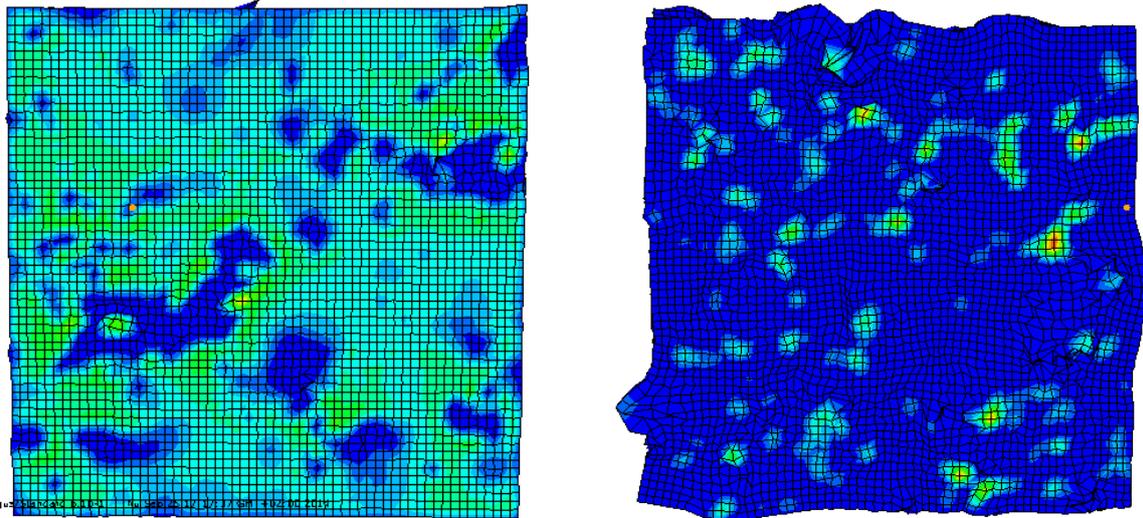


Figure D. 36. Répartition des contraintes dans la section centrale des mousses KMS79 (gauche et Kdis79 (droite).

Une grande partie de la surface de l'échantillon Kdis79 n'est pas sollicitée (bleu foncée), car constituée de vide. L'échantillon KMS79, beaucoup plus dense, présente une répartition plus homogène des contraintes que la mousse Kdis79 (couleur verte), de même composition, mais moussée avec la méthode dissociée (Figure D. 36).

D.7.3 Comparaison des modules d'Young numériques et expérimentaux

Par souci de lecture, modules d'Young numériques et expérimentaux sont comparés en les divisant par la valeur du module d'Young de la matrice E_{mat} . Les résultats sont présentés sur la Figure D. 37 :

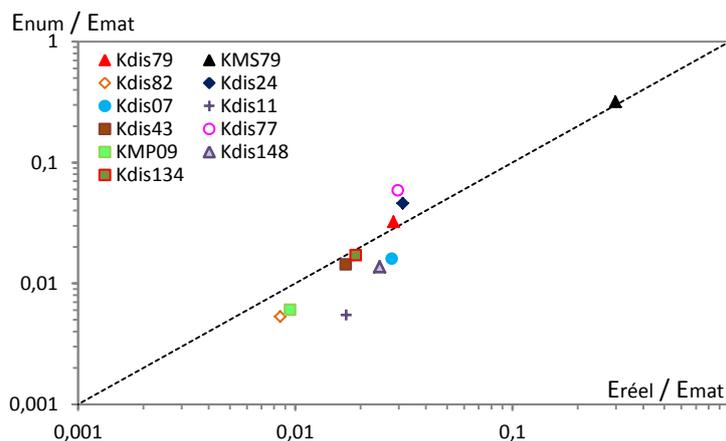


Figure D. 37. Comparaisons des modules d'Young numériques et expérimentaux.

La Figure D. 37 indique que les résultats numériques permettent de retrouver la tendance générale observée expérimentalement. La modélisation numérique réalisée sous-estime les petits modules d'Young, les points se situant sous la courbe $Y = X$ pour les mousses les plus légères.

Cette analyse numérique, basée sur l'utilisation d'un modèle de comportement très simple, permet de produire, à partir des structures porales identifiées par tomographie, l'évolution générale des modules d'Young des différentes mousses.

Ces résultats sont encourageants et réaliser la simulation avec un modèle de comportement plus réaliste peut apparaître accessible. Cependant, deux difficultés principales doivent être évoquées.

La structure porale des mousses étant très complexe, il est difficile de la retranscrire correctement avec le nombre limité d'éléments disponibles (60^3 éléments maximum). L'augmentation du nombre d'éléments permettrait vraisemblablement d'améliorer la précision du modèle numérique, mais pourrait conduire à des temps de calcul prohibitifs.

Exploiter un modèle de comportement mécanique avec rupture est nécessaire pour générer une description plus réaliste du comportement en charge des mousses minérales. Mais un tel modèle imposerait une procédure de remaillage complexe pour reproduire les effets de microfissures locales qui induisent une perte de rigidité locale, mais également les effets de compaction qui induisent une augmentation de rigidité locale.

D.8 Conclusions

L'analyse des propriétés mécaniques réalisées dans la partie C indique une évolution particulière des propriétés mécaniques en fonction du dosage et de la nature du tensioactif employé. La mise en place d'une technique de caractérisation de la structure porale permet d'établir des liens entre performances mécaniques et structure porale. Les bonnes performances sont associées à des structures porales assez fines ($0,1 < r_{50} < 0,3$ mm) et homogènes (CU minimal). La structure porale des mousses évolue fortement autour du dosage caractéristique.

La distribution alvéolaire volumique précise des mousses a été identifiée par tomographie. Ces distributions alvéolaires sont comparées aux distributions alvéolaires issues de la caractérisation surfacique. Un décalage vers les grands rayons est constaté sur les distributions alvéolaires volumiques, en accord avec les principes de la stéréologie.

L'utilisation de mousses modèles permet de proposer la mise en place d'une méthode originale de passage entre les distributions alvéolaires surfaciques et volumiques. Les distributions alvéolaires reconstruites à l'aide de cette méthode présentent de très bonnes similitudes avec les distributions alvéolaires volumiques. Toutefois, afin de tenir compte de la représentativité de la surface de coupe étudiée, une correction des distributions alvéolaires a été mise en place. La loi de correction est construite à partir des données obtenues par tomographie.

La résistance mécanique des mousses minérales dépend principalement de deux paramètres, la résistance de la matrice minérale et la structure porale. Ces deux paramètres s'avèrent influencés par le dosage en tensioactif ce qui rend leur découplage difficile.

Enfin, une analyse numérique prospective est réalisée à partir des données tomographiques. L'utilisation d'un modèle de comportement rhéologique simple (élasticité linéaire) permet de générer numériquement des rigidités réalistes pour les mousses étudiées. Ces premiers résultats sont encourageants. Mais la réalisation d'une simulation numérique réaliste permettant de découpler l'effet de structure porale de l'effet de la résistance de la matrice minérale soulève de nombreux problèmes.

Conclusion générale

Dans le pays industrialisé qu'est la France, 40 % de la dépense énergétique est imputable au secteur du bâtiment et 60 % de l'énergie consommée dans ce secteur est dédiée au chauffage et à la climatisation. Les contextes environnemental et économique motivent la réévaluation des solutions isolantes existantes et le développement de solutions alternatives.

Dans la première partie de ce mémoire, les solutions existantes d'isolation de bâtiments, rapportée et répartie, les plus utilisées ont été rappelées. Parmi les technologies d'isolation répartie, les cas des bétons légers, des mousses minérales et des bétons mousses ont fait l'objet d'une analyse descriptive plus détaillée incluant notamment les méthodes de production associées. Ces solutions constructives sont fréquemment associées à des procédés de fabrication souvent très énergivores et requièrent l'utilisation de matières premières nobles. L'objectif de ces travaux de recherche est donc centré sur le développement d'une solution d'isolation répartie, à base de matériaux alvéolaires, autoporteurs présentant de bonnes performances thermiques et réalisés selon un procédé peu énergivore.

Le travail présenté porte sur la formulation, les méthodes de production puis l'évaluation des performances de mousses minérales présentant de bonnes capacités isolantes et mécaniques en vue d'une optimisation de l'ensemble. Ces mousses, ont été formulées à partir d'une suspension minérale très concentrée et ont été produites à l'aide de deux méthodes traditionnelles : malaxage simple et mousse préformée et d'une méthode alternative peu énergivore, la méthode dissociée, spécifique au laboratoire. Différents objectifs de performances sont choisis. Les mousses recherchées devant être utilisées en tant que matériaux autoporteurs, une résistance minimale à la compression de 2 MPa est attendue. Afin d'être considéré comme un matériau isolant, une conductivité thermique maximale de 0,2 W/(m.K) est fixée. De plus, afin de participer à la préservation de ressources en matériaux nobles et faciliter la mise en œuvre sur chantier, ces mousses minérales doivent être légères. Une masse volumique maximale de 600 kg/m³ est fixée.

L'étude a débuté par la description des conditions de formation et de stabilité d'une mousse aqueuse. Le rôle déterminant des molécules tensioactives pour la production de mousse est relevé dans de nombreuses références bibliographiques. Cette influence est évaluée pour six molécules tensioactives sélectionnées en mettant en œuvre deux approches complémentaires. Dans un premier temps, la capacité de ces molécules à faire chuter la tension de surface a été évaluée grâce à un essai au tensiomètre. Cet essai met également en évidence, pour certaines molécules tensioactives, une Concentration Micellaire Critique. Au regard de cet essai, l'Hostapur OSB, le CTAB et le Cetrimide ont présenté un comportement similaire. Ils correspondent à une CMC autour de 36 mN/m et forment ainsi le 1^{er} groupe. Le 2nd groupe est constitué des trois autres tensioactifs (Neopor, AER Sika, Microair) qui sont caractérisés par des courbes de CMC différentes de celles du 1^{er} groupe. Le pouvoir moussant de ces molécules a ensuite été analysé à l'aide d'essais de moussabilité pour lesquels les protocoles et l'interprétation des résultats ont été développés spécifiquement. Ces essais ont permis de révéler un pouvoir moussant plus intéressant de l'Hostapur OSB et du Neopor. L'ensemble des résultats permet de classer les six tensioactifs testés en fonction de leur capacité à former une mousse aqueuse stable. L'Hostapur OSB s'est révélé être le tensioactif le plus performant, suivi par le Neopor, ce qui peut paraître surprenant au regard de sa faible capacité à abaisser la tension de surface. Le Cetrimide et le CTAB présentent un comportement intermédiaire tandis que le Microair et l'AER Sika ont un faible pouvoir moussant.

Les performances de ces tensioactifs identifiées dans l'eau peuvent être considérablement modifiées dans des suspensions minérales très concentrées. En effet, une suspension minérale présente un comportement rhéologique particulier, c'est un fluide à seuil. L'étude du comportement de bulles formées dans un tel fluide constitue une première étape nécessaire à la compréhension de la formation d'une mousse minérale. Cette étude est réalisée à l'aide d'un fluide à seuil modèle transparent, le gel de Carbopol®, et d'un système d'injection à pression contrôlée. Les conditions de formation, de croissance, de stabilité et d'évolution de la forme des bulles sont identifiées. Les résultats indiquent que la distribution des pressions au voisinage de la bulle est affectée par le seuil de mise en écoulement. Une forte contrainte seuil permet la formation de bulles plus sphériques. Dans le cas contraire, une anisotropie apparaît. Pour écrire correctement les relations de pression au voisinage d'une bulle, il convient de tenir compte des effets d'une zone plastifiée, se formant autour de la bulle, qui viennent se cumuler aux effets de la tension de surface déjà pris en compte dans l'équation de Laplace. Une forme approchée de cette relation modifiée est proposée. Il conviendrait d'affiner cette relation, par exemple en multipliant les données expérimentales obtenues sur des fluides de seuils différents et en utilisant des outils de régulation et de mesures de pression et de volume beaucoup plus précis. Un tel travail constitue une perspective intéressante.

Tout comme en solution aqueuse, l'introduction d'un tensioactif dans un gel de Carbopol® et la maîtrise de son dosage permettent la stabilité de la membrane entre deux bulles en contact. Le risque de coalescence est alors contrôlable. En cas de rupture de membrane, l'existence du seuil de cisaillement conduit à une géométrie particulière des bulles coalescées.

Ces différents aspects, évalués sur le fluide à seuil modèle, sont utiles pour interpréter la structure porale des mousses minérales, formée à partir d'une suspension minérale concentrée dont le seuil évolue rapidement sous l'effet de la prise et du durcissement de la matrice minérale.

Les différents liants minéraux utilisés pour produire des mousses minérales sont : un sulfate de calcium particulier le Kerysten®, un ciment Portland et un ciment Prompt. Ces liants sont caractérisés par une prise hydraulique rapide. Les suspensions minérales formulées sont caractérisées par des taux de gâchage assez faibles, conduisant à des fractions volumiques solides de l'ordre de 0,5. Les suspensions minérales ont fait l'objet de différentes analyses (rhéologie, densité...).

Le seuil de mise en écoulement des suspensions concentrées est assez faible, généralement autour de 1 Pa avec des valeurs comprises entre 1 et 4 Pa. L'Hostapur OSB, le CTAB et le Cetrimide, tous appartenant au 1^{er} groupe, ont permis de considérablement diminuer la masse volumique de pâte fraîche. Cette chute a atteint 50 % pour un dosage de seulement 0,0025 % d'un de ces tensioactifs. À l'inverse, le Neopor, l'AER Sika et le Microair, appartenant au 2nd groupe, ne sont pas parvenus à maintenir une quantité significative d'air dans la pâte.

Les méthodes de moussage peuvent être classées en fonction de leur aptitude à produire des mousses minérales légères. La méthode par malaxage simple a permis une diminution modérée des masses volumiques ($\rho \geq 920 \text{ kg/m}^3$). La méthode par mousse préformée a permis d'atteindre des masses volumiques plus basses ($382 < \rho < 819 \text{ kg/m}^3$) grâce à la fabrication séparée de mousse aqueuse, mais également en raison du taux de gâchage plus élevé (0,55) que celui employé pour les deux autres méthodes (0,35). Enfin, la maîtrise des paramètres de la méthode dissociée a permis d'atteindre des masses volumiques cibles très faibles ($247 < \rho < 747 \text{ kg/m}^3$) à partir d'une même composition de suspension minérale, ce qui constitue un intérêt majeur de cette technique qui se révèle fiable et performante.

Les performances thermiques de l'ensemble des mousses minérales durcies sont identifiées. Les mousses de ciment Prompt ($300 < \rho < 753 \text{ kg/m}^3$) présentent les conductivités thermiques les plus faibles ($0,08 < \lambda < 0,16 \text{ W/(m.K)}$). Sur une gamme de masse volumique similaire, les mousses de Kerysten® qui sont produites par méthode dissociée sont caractérisées par des conductivités thermiques légèrement supérieures, mais satisfaisantes ($0,08 < \lambda < 0,22 \text{ W/(m.K)}$). Les mousses de Kerysten® produites par mousse préformée et malaxage simple ont des conductivités thermiques plus fortes, en accord avec leurs masses volumiques plus élevées. Quel que soit le liant ou la méthode utilisée, la conductivité thermique des mousses est très fortement corrélée à la masse volumique.

L'analyse des performances mécaniques révèle une plus grande dispersion des résultats que ceux constatés pour la conductivité thermique. Les mousses de ciment Prompt possèdent de faibles performances mécaniques, expliquées par des conditions de cure et de stockage à optimiser et un dosage en tensioactif à adapter. Les mousses de Kerysten® sont beaucoup plus performantes. La méthode dissociée fournit les meilleures résistances mécaniques dans la gamme des densités ciblées ($\rho < 600 \text{ kg/m}^3$). Un grand nombre des mousses ayant une densité supérieure à 450 kg/m^3 satisfait au critère de résistance minimale. À l'inverse, la méthode par mousse préformée fournit des résistances mécaniques plus faibles s'expliquant par la nécessité, liée à cette méthode, d'avoir un taux de gâchage légèrement plus fort que celui utilisé pour la méthode dissociée. Pour une masse volumique donnée, un dosage caractéristique conférant une résistance mécanique optimisée des mousses de Kerysten® a été identifié pour deux tensioactifs du 1^{er} groupe. Il est de 0,006 % pour l'Hostapur OSB et le CTAB pour des densités de 472, 530 et 570 kg/m^3 . Ce dosage caractéristique est très bas. Il est assez voisin de la CMC. Ce point serait à reconsidérer afin d'évaluer la pertinence d'un lien entre ces deux dosages.

En dépit du fait que les tensioactifs Neopor, AER Sika et Microair ne sont pas parvenus à entrainer de l'air par malaxage simple dans une suspension minérale, la méthode dissociée a tout de même permis d'abaisser fortement la masse volumique du produit fini. Cependant, pour une masse volumique donnée, les tensioactifs du 1^{er} groupe conduisent aux meilleures performances mécaniques. Ce 1^{er} groupe de tensioactifs est donc à privilégier afin d'optimiser les résistances mécaniques de mousses légères minérales. Ils sont caractérisés par une CMC proche de 36 mN/m et permettent d'abaisser la densité de pâte fraîche lorsque leur dosage augmente. D'autres tensioactifs possédant des caractéristiques analogues, voire meilleures doivent exister. Les méthodes d'évaluation (tension de surface, CMC, moussabilité) proposées dans ce travail de thèse, réalisées sur mousse aqueuse, peuvent faciliter la sélection d'un tensioactif plus performant vis-à-vis de la formation de mousses minérales.

L'étude a été complétée par une analyse de la cristallisation minérale à l'aide de visualisations réalisées au MEB permettant de mieux cerner l'action des tensioactifs sur les conditions de cristallisation du liant, et plus particulièrement du gypse. L'analyse révèle des modifications de la structure cristalline plus ou moins importantes en fonction du tensioactif employé et de façon moins nette de son dosage. L'Hostapur OSB et le CTAB sont les deux tensioactifs fournissant le type de structure le plus apte à supporter d'importantes charges mécaniques, mais également, dans une moindre mesure, à mieux conduire la chaleur.

L'observation, à l'œil nu, de plans de coupe de mousses permet de dresser les premiers constats quant à l'influence de la nature et du dosage en tensioactif sur la structure porale des mousses et les performances thermomécaniques associées. Cependant, une étude quantitative de caractérisation de la structure porale a été nécessaire. Elle s'est tout d'abord appuyée sur des visualisations surfaciques. Les mousses présentant de bonnes performances mécaniques possèdent des structures porales assez fines ($0,1 < r_{50} < 0,3 \text{ mm}$) et relativement homogènes (CU inférieur à 2,5). La structure porale des mousses évolue fortement autour du dosage

caractéristique. Cependant, les distributions alvéolaires issues de coupe 2D ne rendent pas compte de la répartition volumique réelle des bulles, ceci constituant les bases de la stéréologie.

Ces distributions alvéolaires surfaciques ont été comparées aux résultats d'essai par tomographie permettant d'obtenir une distribution alvéolaire volumique. Un décalage vers les grands rayons a été constaté sur les distributions alvéolaires volumiques, en accord avec les principes de la stéréologie. L'utilisation de mousses modèles a permis d'appréhender la mise en place d'une méthode analytique de passage entre les distributions alvéolaires surfaciques et volumiques permettant de s'affranchir d'essais tomographiques. L'originalité de cette méthode est d'introduire un coefficient de correction dépendant du rapport entre la taille de la plus grande bulle et de la taille de la zone analysée. Les distributions alvéolaires reconstruites à l'aide de cette méthode présentent de très bonnes similitudes avec les distributions alvéolaires volumiques, validant ainsi le principe de traitement d'une visualisation surfacique. La validation de cette méthode sur des mousses produites avec d'autres liants, d'autres méthodes de moussage et l'évaluation de ses limites d'applications en présence de milieux très peu compacts et très connectés restent à envisager.

La résistance mécanique des mousses minérales s'est révélée dépendre principalement de deux paramètres, la résistance de la matrice minérale et la structure porale. Ces paramètres dépendent tous deux du dosage et du type de tensioactif ce qui rend leur découplage difficile. Néanmoins, l'identification d'un dosage caractéristique, pour les tensioactifs du 1^{er} groupe, permet d'atteindre des performances mécaniques très satisfaisantes.

La maîtrise de toutes les étapes de fabrication des mousses minérales et la compréhension des phénomènes physiques intervenant tout au long de la production d'une mousse (de la suspension minérale jusqu'à la mousse durcie) permettent d'obtenir des produits satisfaisant les objectifs fixés : légèreté, isolation et caractère autoporteur.

L'optimisation des mousses de ciment Prompt est maintenant envisageable au vu de l'expérience acquise dans la réalisation de mousses minérales de gypse. Les dosages en tensioactifs utilisés pour la réalisation de ces mousses ont été vraisemblablement beaucoup trop élevés, ce qui a dû pénaliser les conditions d'hydratation du liant, comme cela a été mis en évidence avec les mousses de Kerysten. Les différentes techniques mises au point durant ces travaux de thèse sont tout à fait transposables à d'autres liants et ouvrent la possibilité de réaliser des mousses minérales de tous types.

Mieux comprendre le couplage entre l'effet du tensioactif sur la matrice minérale et sur la structure porale peut s'appuyer sur une modélisation numérique. L'ébauche d'une telle approche est présentée. L'utilisation d'un modèle numérique simple permet de retrouver numériquement l'ordre de grandeur du module d'Young des mousses modélisées à partir des données tomographiques. L'utilisation de modèles numériques permettant de mieux traduire le comportement mécanique réel de la matrice minérale (matrice fragile) permettrait également de décrire plus fidèlement le comportement observé lors des essais de compression. Cependant, une telle approche impose l'accès à des centres de calculs puissants qui permettraient d'augmenter la précision géométrique des modèles numériques.

Références bibliographiques

- [1] MOLLE D, PATRY P-M, SENOVA. « RT 2012 et RT existant : Réglementation thermique et efficacité énergétique, Construction et rénovation », Paris, *Eyrolles*, 2011.
- [2] FEDULLO D, GALLAUZIAUX T. « Le grand livre de l'isolation : Solutions thermiques, acoustiques, écologiques et hautes performances », Paris, *Eyrolles*, 2011.
- [3] KAYNAKLI O. « A review of the economical and optimum thermal insulation thickness for building applications », *Renewable Sustainable Energy Reviews*, vol. 16, p. 415–25, 2012.
- [4] ZHENG G, JING Y, HUANG H, Gao Y. « Application of improved grey relational projection method to evaluate sustainable building envelope performance », *Applied Energy*, vol. 87, p. 710–20, 2010.
- [5] BOLATTÜRK A. « Determination of optimum insulation thickness for building walls with respect to various fuels and climate zones in Turkey », *Applied Thermal Engineering*, vol. 26, p. 1301–9, 2006.
- [6] OZEL M. « Thermal performance and optimum insulation thickness of building walls with different structure materials », *Applied Thermal Engineering*, vol. 31, p. 3854–63, 2011.
- [7] CONSOGLOBE. « Consommation d'énergie finale par secteur », *Planetoscope.com*, 2014.
- [8] LANOS C, GLOUANNEC P, MOUNANGA P, COLLET F, PIERRE T, POUILLAIN P. « Construire et réhabiliter : vers quelles solutions d'isolation ? », *Colloque Matériaux - Génie civil et habitat du futur*, Nantes, France, p. 8. 2010.
- [9] PACHECO-TORGAL F, FARIA J, JALALI S. « Embodied Energy versus Operational Energy. Showing the Shortcomings of the Energy Performance Building Directive (EPBD). *Material Science Forum*, vol. 730-732, p. 587–91, 2012.
- [10] PEREZ FERNANDEZ N. « The influence of construction materials on life cycle energy use and carbon dioxide emissions of medium size commercial buildings », Thèse de doctorat, Victoria University, 2008.
- [11] SCHNEIDER M, ROMER M, TSCHUDIN M, BOLIO H. « Sustainable cement production - present and future ». *Cement and concrete research*, vol. 41, p. 642–50, 2011.
- [12] DAMTOFT JS, LUKASIK J, HERFORT D, SORRENTINO D, GARTNER EM. « Sustainable development and climate change initiatives ». *Cement and concrete research*, vol. 38, p. 115–27, 2008.
- [13] GJ OLIVER J, JANSSENS-MAENHOUT G, MUNTEAN M, AHW PETERS J. « Trends in global CO2 emissions : 2013 report », The Hague: PBL Netherlands Environmental Assessment Agency, 2013.
- [14] ZHANG Z, PROVIS JL, REID A, WANG H. « Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction ». *Construction and building materials*, vol. 56, p. 113-27, 2014.
- [15] CEMBUREAU. « World cement production by region - evolution 2001 - 2013 ». *Cembureau.be*, 2014
- [16] JELLE BP. « Traditional, state-of-the-art and future thermal building insulation materials and solutions – Properties, requirements and possibilities ». *Energy and building*, vol. 43, p. 2549–63, 2011.

- [17] AIT OUMEZIANE Y. « Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique: application aux parois en béton de chanvre », Thèse de doctorat, LGCGM - INSA Rennes, 2013.
- [18] BOUCHIE R, BUSSON B, CORMIER B, DELAIRE A, FARKH S, LEGUILLON F. « Performance énergétique : les matériaux et procédés d'isolation - Choix et mise en oeuvre des matériaux et des procédés, Performances et références réglementaires, plus de 35 solutions analysées », Paris, *CSTB éditions*, 2013.
- [19] NEVILLE AM. « Properties of Concrete ». Édition : 5, Harlow, England, New York, *Prentice Hall*, 2011.
- [20] MCCARTHY A, NEWLANDS MD, DHIR RK. « Use of Foamed Concrete in Construction ». *Thomas Telford Ltd*, 2005.
- [21] ACI 122R-02 : « Guide to thermal properties of concrete and masonry systems ». *ACI Committee Reports*, 2002.
- [22] ACI 213R-87 : « Guide for structural lightweight-aggregate concrete », *ACI Committee Reports*, 2003.
- [23] OTHUMAN Mydin MA. « Lightweight foamed concrete (LFC) thermal and mechanical properties at elevated temperatures and its application to composite walling system », Thèse de doctorat, Manchester university, 2010.
- [24] LITEBUILT.COM. « Applications for Litebuilt® aerated and composite concrete », <http://litebuilt.com>, 2014
- [25] EUROLIGHTCON. « Mechanical properties of lightweight aggregate concrete. Economic Design and Construction with Light Weight Aggregate Concrete », *European Union*, 2000.
- [26] Techniques de l'ingénieur, Les bétons spéciaux, 2005.
- [27] COUASNET Y. « Propriétés et caractéristiques des matériaux de construction », *Edition du moniteur*, 2000.
- [28] ANWAR HOSSAIN KM. « Properties of volcanic pumice based cement and lightweight concrete ». *Cement and concrete research*, vol. 34, p. 283–91, 2004.
- [29] DEMIRDAG S, GUNDUZ L. « Strength properties of volcanic slag aggregate lightweight concrete for high performance masonry units ». *Construction and building materials*, vol. 22, p. 135–42, 2008.
- [30] ARNAUD L, AMZIANE S. « Bio-aggregate-based Building Materials: Applications to Hemp Concretes », Hoboken, *ISTE Ltd*, 2013.
- [31] COLLET F, PRETOT S. « Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content ». *Construction and building materials*, vol. 65, p. 612–9, 2014.
- [32] ARNAUD L, GOURLAY E. « Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes ». *Construction and building materials*, vol. 28, p. 50–6, 2012
- [33] AAMR-DAYA E, LANGLET T, BENAZZOUK A, QUÉNEUDEC M. « Feasibility study of lightweight cement composite containing flax by-product particles: Physico-mechanical properties ». *Cement and Concrete Composites*, vol. 30, p. 957–63, 2008.
- [34] MOHAMMED BS, ABDULLAHI M, HOONG CK. « Statistical models for concrete containing wood chipping as partial replacement to fine aggregate ». *Construction and building materials*, vol. 55, p. 13–9, 2014.

- [35] TORKAMAN J, ASHORI A, SADR MOMTAZI A. « Using wood fiber waste, rice husk ash, and limestone powder waste as cement replacement materials for lightweight concrete blocks ». *Construction and building materials*, vol. 50, p. 432–6, 2014.
- [36] SCHACKOW A, EFFTING C, FOLGUERAS MV, GÜTHS S, Mendes GA. « Mechanical and thermal properties of lightweight concretes with vermiculite and EPS using air-entraining agent ». *Construction and building materials*, vol. 57, p. 190–7, 2014.
- [37] SENGUL O, AZIZI S, KARAOSMANOGLU F, TASDEMIR MA. « Effect of expanded perlite on the mechanical properties and thermal conductivity of lightweight concrete ». *Energy and building*, vol. 43, p. 671–6, 2011.
- [38] CHEN B, LIU N. « A novel lightweight concrete-fabrication and its thermal and mechanical properties ». *Construction and building materials*, vol. 44, p. 691–8, 2013.
- [39] KAYALI O. « Fly ash lightweight aggregates in high performance concrete ». *Construction and building materials*, vol. 22, p. 2393–9, 2008.
- [40] TAN K, PU X. « Strengthening effects of finely ground fly ash, granulated blast furnace slag, and their combination ». *Cement and concrete research*, vol. 28, p. 1819–25, 1998.
- [41] TURHAN ERDOĞAN S, W. FOWLER D. « Determination of Aggregate Shape Properties Using X-ray Tomographic Methods and the Effect of Shape on Concrete Rheology », Rapport, *Foundation for Technology Research, and Education*, 2005.
- [42] NGUYEN LH, BEAUCOUR A-L, ORTOLA S, NOUMOWÉ A. « Influence of the volume fraction and the nature of fine lightweight aggregates on the thermal and mechanical properties of structural concrete », *Construction and building materials*, vol. 51, p. 121–32, 2014
- [43] UYSAL H, DEMIRBOĞA R, ŞAHİN R, GÜL R. « The effects of different cement dosages, slumps, and pumice aggregate ratios on the thermal conductivity and density of concrete ». *Cement and concrete research*, vol. 34, p. 845–8, 2004.
- [44] CHANDRA S, BERNTSSON L. « Lightweight Aggregate Concrete », *Elsevier Science*, 2008.
- [45] LIU MYJ, ALENGARAM UJ, JUMAAT MZ, MO KH. « Evaluation of thermal conductivity, mechanical and transport properties of lightweight aggregate foamed geopolymer concrete », *Energy and building*, vol. 72, p. 238–45, 2014.
- [46] LO TY, CUI HZ, LI ZG, « Influence of aggregate pre-wetting and fly ash on mechanical properties of lightweight concrete », *Waste Management*, vol. 24, p. 333–8, 2004.
- [47] CUI HZ, LO TY, MEMON SA, XING F, SHI X. « Analytical model for compressive strength, elastic modulus and peak strain of structural lightweight aggregate concrete », *Construction and building materials*, vol. 36, p. 1036–43, 2012.
- [48] HAQUE MN, AL-KHAIAT H, KAYALI O. « Strength and durability of lightweight concrete », *Cement and Concrete Composites*, vol. 26, p. 307–14, 2004
- [49] BOGAS JA, GOMES A. « Compressive behavior and failure modes of structural lightweight aggregate concrete – Characterization and strength prediction », *Material Design*, vol. 46, p. 832–41, 2013.
- [50] KE Y. « Caractérisation du comportement mécanique des bétons de granulats légers : expérience et modélisation », Thèse de doctorat, Cergy-Pontoise, 2008.

- [51] GUTIÉRREZ-GONZÁLEZ S, GADEA J, RODRÍGUEZ A, BLANCO-VARELA MT, CALDERÓN V. « Compatibility between gypsum and polyamide powder waste to produce lightweight plaster with enhanced thermal properties », *Construction and building materials*, vol. 34, p. 179–85, 2012.
- [52] YU QL, BROUWERS HJH. « Development of a self-compacting gypsum-based lightweight composite », *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, p. 1033–43, 2012.
- [53] TAN RBH, KHOO HH. « Life cycle assessment of EPS and CPB inserts: design considerations and end of life scenarios ». *Journal of Environmental Management*, vol. 74, p. 195–205, 2005.
- [54] DOLTON B, HANNAH C. « Cellular Concrete: Engineering and Technological Advancement for Construction in Cold Climates », *Cematrix*, 2006.
- [55] TIKALSKY PJ, POSPISIL J, MACDONALD W. « A method for assessment of the freeze–thaw resistance of preformed foam cellular concrete », *Cement and concrete research*, vol. 34, p. 889–93, 2004.
- [56] CABRILLAC R, FIORIO B, BEAUCOUR A, DUMONTET H, ORTOLA S. « Experimental study of the mechanical anisotropy of aerated concretes and of the adjustment parameters of the introduced porosity », *Construction and building materials*, vol. 20, p. 286–95, 2006.
- [57] FEBECEL.be. Le béton cellulaire : Matériau d’avenir. Belgique, n.d.
- [58] JERMAN M, KEPPERT M, VÝBORNÝ J, ČERNÝ R. « Hygric, thermal and durability properties of autoclaved aerated concrete », *Construction and building materials*, vol. 41, p. 352–9, 2013.
- [59] SAMSON G, PHELIPOT-MARDELE A, LANOS C. « Influence du tensioactif sur les propriétés des gypses cellulaires », *XXXe Rencontres AUGC-IBPSA*, Chambéry, p.10, 2012.
- [60] BUYN K, SONG H, SARK S. « Development of structural lightweight foamed concrete using polymer foam agent », department of civil engineering, Seoul, n.d.
- [61] YANG K-H, LEE K-H. « Tests on high-performance aerated concrete with a lower density ». *Construction and building materials*, vol. 74, p. 109–17, 2015.
- [62] JUST A, MIDDENDORF B. « Microstructure of high-strength foam concrete », *Material Characterisation*, vol. 60, p. 741–8, 2009.
- [63] RAMAMURTHY K, KUNHANANDAN NAMBIAR EK, INDU SIVA RANJANI G. « A classification of studies on properties of foam concrete », *Cement and Concrete Composites*, vol. 31, p. 388–96, 2009.
- [64] NAMBIAR EKK, RAMAMURTHY K. « Influence of filler type on the properties of foam concrete », *Cement and Concrete Composites*, vol. 28, p. 475–80, 2006
- [65] KEARSLEY EP, WAINWRIGHT PJ. « The effect of high fly ash content on the compressive strength of foamed concrete ». *Cement and concrete research*, vol. 31, p. 105–12, 2001.
- [66] KEARSLEY EP, WAINWRIGHT PJ. « Porosity and permeability of foamed concrete », *Cement and concrete research*, vol. 31, p. 805–12, 2001.
- [67] JONES MR, MCCARTHY A. « Heat of hydration in foamed concrete: Effect of mix constituents and plastic density ». *Cement and concrete research*, vol. 36, p. 1032–41, 2006.

- [68] AWANG H, OTHUMAN MYDIN MA, FARHAN ROSLAN A. « Effect of additives on mechanical and thermal properties of lightweight foamed concrete ». Rapport de master. School of Housing, Building and Planning, Université Sains Malaysia, 2012.
- [69] BOGAS JA, GOMES MG, GOMES A. « Compressive strength evaluation of structural lightweight concrete by non-destructive ultrasonic pulse velocity method ». *Ultrasonics*, vol. 53, p. 962–72, 2013
- [70] ALDRIDGE D. « Introduction to foamed concrete: What, Why, and How. Use Foam », Concrete. Construction, *Thomas Telford Ltd*, 2005.
- [71] PANESAR DK. « Cellular concrete properties and the effect of synthetic and protein foaming agents ». *Construction and building materials*, vol. 44, p. 575–84, 2013.
- [72] BARBERO-BARRERA MM, GARCÍA-SANTOS A, NEILA-GONZÁLEZ FJ. « Thermal conductivity of lime mortars and calcined diatoms. Parameters influencing their performance and comparison with the traditional lime and mortars containing crushed marble used as renders », *Energy and building*, vol. 76, p. 422–8, 2014.
- [73] MILED K, SAB K, LE ROY R. « Particle size effect on EPS lightweight concrete compressive strength: Experimental investigation and modelling ». *Mechanics of Materials*, vol. 39, p. 222–40, 2007.
- [74] BUMANIS G, BAJARE D, LOCS J, KORJAKINS A. « Alkali-silica reactivity of foam glass granules in structure of lightweight concrete », *Construction and building materials*, vol. 47, p. 274–81, 2013
- [75] LIMBACHIYA M, MEDDAH MS, FOTIADOU S. « Performance of granulated foam glass concrete ». *Construction and building materials*, vol. 28, p. 759–68, 2012.
- [76] LAUKAITIS A, ŽURAUŠKAS R, KERIEN J. « The effect of foam polystyrene granules on cement composite properties ». *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, p. 41–7, 2005.
- [77] LEE Y, HUNG Y. « Exploitation of solid wastes in foamed concrete challenges ahead », *Thomas Telford Ltd*, 2005.
- [78] DU L, FOLLIARD KJ. Mechanisms of air entrainment in concrete ». *Cement and concrete research*, vol. 35, p. 1463–71, 2005.
- [79] ŁAŻNIEWSKA-PIEKARCZYK B. « Influence of anti-foaming admixture and polycarboxylic superplasticizer type on fresh hardened properties of self-compacting mortar », *Journal of Civil Engineering and Management*, vol. 12, 2010.
- [80] WEIGLER H, KARL S. « Structural lightweight aggregate concrete with reduced density - lightweight aggregate foamed concrete », *International Journal of Cement Composites Lightweight Concrete*, vol. 2, p. 101–4, 1980.
- [81] KEARSLEY EP, Wainwright PJ. « The effect of porosity on the strength of foamed concrete ». *Cement and concrete research*, vol. 32, p. 233–9, 2002.
- [82] KEARSLEY EP. « The use of foam concrete for affordable development in third world countries », Dundee, Scotland, p. 10, 1996

- [83] NAMBIAR EKK, RAMAMURTHY K. « Air-void characterisation of foam concrete ». *Cement and concrete research*, vol. 37, p. 221–30, 2007.
- [84] VISAGIE M. « The effect of microstructure on the properties of foamed concrete ». Thèse de doctorat, University of Pretoria, 2000.
- [85] SOROUSHIAN P, ELZAFRANEY M. « Morphological operations, planar mathematical formulations, and stereological interpretations for automated image analysis of concrete microstructure ». *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, p. 823–33, 2005.
- [86] WEI S, YIQIANG C, YUNSHENG Z, JONES MR. « Characterization and simulation of microstructure and thermal properties of foamed concrete ». *Construction and building materials*, vol. 47, p. 1278–91, 2013.
- [87] VIMMROVÁ A, KEPPERT M, SVOBODA L, ČERNÝ R. « Lightweight gypsum composites: Design strategies for multi-functionality ». *Cement and Concrete Composites*, vol. 33, p. 84–9, 2011
- [88] SKUJANS J, VULANS A, ILJINS U, ABOLTINS A. « Measurements of heat transfer of multi-layered wall construction with foam gypsum ». *Applied Thermal Eng*, vol. 27 vol. 1219–24, 2007.
- [89] ÇOLAK A. « Density and strength characteristics of foamed gypsum ». *Cement and Concrete Composites*, vol. 22, p. 193–200, 2000
- [90] YANG L, YAN Y, HU Z. « Utilization of phosphogypsum for the preparation of non-autoclaved aerated concrete », *Construction and building materials*, vol. 44, p. 600–6, 2013.
- [91] CANTAT I, COHEN ADDAD S, SAINT-JALMES A, ELIAS F, HÖHLER R, PITOIS O. *Mousses liquides : structure et dynamique* », *Belin*, Paris, 2010.
- [92] MUKERJEE P, MYSELS KJ. « Critical micelle concentrations of aqueous surfactant systems ». U.S. National Bureau of Standards, U.S. Govt, 1971.
- [93] SEGUINEAU DE PREVAL E, DUCEPT F, GRANDA P, CUVELIER G, MEZDOUR S. « Impact de la viscoélasticité d'interface sur la taille de bulle de mousses modèles », *GFR*, Nantes, p. 8, 2013
- [94] SALAGER J-L. « Surfactants : types and uses ». Université Des Andes, Venezuela - Laboratory of Formulation, Interfaces Rheology and Processes, 2002.
- [95] FRELICHOWSKA J. « Émulsions stabilisées par des particules solides: études physico-chimiques et évaluation pour l'application cutanée ». Thèse de doctorat, Université Claude Bernard - Lyon I, 2009.
- [96] SAINT-JALMES A. « Physical chemistry in foam drainage and coarsening », *Soft Matter*, vol. 2, p. 836–49, 2006.
- [97] SANADA T, SATO A, SHIROTA M, WATANABE M. « Motion and coalescence of a pair of bubbles rising side by side », *Chemical Engineering Science*, vol. 64, p. 2659–71, 2009.
- [98] DUINEVELD PC. « Bouncing and Coalescence of Bubble Pairs Rising at High Reynolds Number in Pure Water or Aqueous Surfactant Solutions ». *Applied Science Research*, vol. 58, p. 409–39, 1997.

- [99] TADMOR R. « Marangoni flow revisited ». *Journal of Colloid Interface Science*, vol. 332, p. 451–4, 2009.
- [100] MURRAY BS. « Stabilization of bubbles and foams ». *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, vol. 12, p. 232–41, 2007.
- [101] SAINT-JALMES A, PEUGEOT M-L, FERRAZ H, LANGEVIN D. « Differences between protein and surfactant foams: Microscopic properties, stability and coarsening ». *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 263, p. 219–25, 2005.
- [102] COUSSOT P, ANCEY C. « Rhéophysique des pâtes et des suspensions ». Paris, *EDP Sciences*, 1999.
- [103] COUSSOT P, TOCQUER L, LANOS C, OVARLEZ G. « Macroscopic vs. local rheology of yield stress fluids ». *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 158, p. 85–90, 2009.
- [104] GROSSIORD JL, COUSSOT P, « Comprendre la rhéologie. De la circulation du sang à la prise du béton », *EDP Sciences*, 2002.
- [105] COUSSOT P. « Rheometry of Pastes, Suspensions, and Granular Materials. Rheometry Pastes Suspens. Granul. Mater », *John Wiley & Sons*, p. 280, 2005.
- [106] BERIS AN, TSAMOPOULOS JA, ARMSTRONG RC, BROWN RA. « Creeping motion of a sphere through a Bingham plastic ». *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 158, p. 219–44, 1985
- [107] TOKPAVI DL, JAY P, MAGNIN A, JOSSIC L. Experimental study of the very slow flow of a yield stress fluid around a circular cylinder ». *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vl. 164, p. 35–44, 2009.
- [108] JOSSIC L, MAGNIN A. « Drag and stability of objects in a yield stress fluid. *AIChE Journal*, vol. 47, p. 2666–72, 2001.
- [109] ATAPATTU DD, CHHABRA RP, UHLHERR PHT. « Wall effect for spheres falling at small reynolds number in a viscoplastic medium ». *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 38, p. 31–42, 1990.
- [110] HARIHARAPUTHIRAN M, SUBRAMANIAN RS, CAMPBELL GA, CHHABRA RP. « The settling of spheres in a viscoplastic fluid ». *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 79, p. 87–97, 1998.
- [111] GHEISSARY G, VAN DEN BRULE BHAA. « Unexpected phenomena observed in particle settling in non-Newtonian media ». *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 67, p. 1–18, 1996.
- [112] PUTZ AMV, BURGHELEA TI, FRIGAARD IA, MARTINEZ DM. « Settling of an isolated spherical particle in a yield stress shear thinning fluid ». *Physics of Fluids*, vol. 20, 2008.
- [113] SNABRE P, MAGNIFOTCHAM F. I. « Formation and rise of a bubble stream in a viscous liquid ». *Condensed Matter and Complex Systems*, vol. 4, p. 369–77, 1998.
- [114] CHEN L, GARIMELLA SV, REIZES JA, LEONARDI E. « The development of a bubble rising in a viscous liquid », *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 387, p. 61–96, 1999.
- [115] SIKORSKI D, TABUTEAU H, DE BRUYN JR. « Motion and shape of bubbles rising through a yield-stress fluid », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 159, p. 10–6, 2009.

- [116] MOUGIN N, MAGNIN A, PIAU J-M. « The significant influence of internal stresses on the dynamics of bubbles in a yield stress fluid », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 171, p. 42–55, 2012.
- [117] TERASAKA K, TSUGE H. « Bubble formation at a nozzle submerged in viscous liquids having yield stress ». *Chemical Engineering Science*, vol. 56, p. 3237–45, 2001.
- [118] DUBASH N, FRIGAARD I. « Conditions for static bubbles in viscoplastic fluids ». *Physics of Fluids*, vol. 16, p. 4319–30, 2004.
- [119] DUBASH N, FRIGAARD IA. « Propagation and stopping of air bubbles in Carbopol solutions ». *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 142, p. 123–34, 2007.
- [120] CRABTREE JR, BRIDGWATER J. « Bubble coalescence in viscous liquids ». *Chemical Engineering Science*, vol. 26, p. 839–51, 1971.
- [121] YU Z, YANG H, FAN L-S. « Numerical simulation of bubble interactions using an adaptive lattice Boltzmann method ». *Chemical Engineering Science*, vol. 66, p. 3441–51, 2011.
- [122] LI HZ, FRANK X, FUNFSCHILLING D, MOULINE Y. « Towards the understanding of bubble interactions and coalescence in non-Newtonian fluids: a cognitive approach ». *Chemical Engineering Science*, vol. 56, p. 6419–25, 2001.
- [123] LIN T-J, LIN G-M. « The mechanisms of bubble coalescence in a non-Newtonian fluid ». *Canadian Journal of Chemical Engineering*, vol. 81, p. 476–82, 2003.
- [124] LIU J, ZHU C, FU T, MA Y, LI H. « Numerical simulation of the interactions between three equal-interval parallel bubbles rising in non-Newtonian fluids », *Chemical Engineering Science*, vol. 93, p. 55–66, 2013.
- [125] PIERRE A, LANOS C, ESTELLÉ P. « Extension of spread-slump formulae for yield stress evaluation ». *Applied Rheology*, vol. 23, p. 4, 2013.
- [126] PIERRE A. « Rhéologie de suspensions concentrées de sulfate de calcium ». Thèse de doctorat. LGCGM - INSA Rennes, 2013.
- [127] OVARLEZ G, COHEN-ADDAD S, KRISHAN K, GOYON J, COUSSOT P. « On the existence of a simple yield stress fluid behavior ». *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 193, p. 68–79, 2013.
- [128] COUSSOT P. « Yield stress fluid flows: A review of experimental data ». *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 211, p. 31–49, 2014.
- [129] ISO 4311-1979. « Anionic and non-ionic surface active agents -- Determination of the critical micellization concentration -- Method by measuring surface tension with a plate, stirrup or ring », 1980.
- [130] BIOLIN SCIENTIFIC – Surface Tension measurements, <http://www.biolinscientific.com/application/surface-tension-measurement/>.
- [131] RASBAND W. ImageJ freeware. n.d.
- [132] OVARLEZ G. « Caractérisation rhéologique des fluides à seuil ». *Rhéologie*, vol. 20, p.28–43, 2011.

- [133] ŁAŻNIEWSKA-PIEKARCZYK B. « The influence of chemical admixtures on cement hydration and mixture properties of very high performance self-compacting concrete ». *Construction and building materials*, vol. 49, p. 643–62, 2013.
- [134] GERMAIN. « Introduction à la mécanique des milieux continus ». *Dunod*, 1997.
- [135] MOUGIN N. « Dynamique des bulles dans les fluides à seuil: Etude expérimentale dans les suspensions de micro-gels ». Thèse de doctorat. Université de Grenoble, 2012.
- [136] ANSLEY RW, SMITH TN. « Motion of spherical particles in a Bingham plastic ». *AIChE Journal*, vol. 13, p. 1193–6, 1967.
- [137] AHONGUIO F, JOSSIC L, MAGNIN A. Influence of surface properties on the flow of a yield stress fluid around spheres ». *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 206, p. 57–70, 2014.
- [138] MARTIAS C. « Synthèse et caractérisation de matériaux composites à base de sulfate de calcium destinés à la protection incendie », Thèse de doctorat, Université de Toulon et du Var, 2011.
- [139] ARANDA B. « Réactivité et durabilité de mélanges à base de Kerysten et de liants minéraux classiques », Thèse de doctorat, Chimiques de Rennes / Matériaux Inorganiques: Chimie Douce et Réactivité, 2012.
- [140] BAUX C. « Procédé de fabrication industrielle de compositions à base de sulfate de calcium anhydre sous forme anhydrite iii', compositions et liants correspondants ». FR2933688 (A1), 2009.
- [141] AFNOR NF P15-314. « Liants hydrauliques - Ciment Prompt naturel », 1993.
- [142] AFNOR NF EN 934-5. « Adjuvants pour bétons, mortier et coulis », 2012.
- [143] HOT J. « Influence des polymères de type superplastifiants et agents entraîneurs d'air sur la viscosité macroscopique des matériaux cimentaires », Thèse de doctorat, Paris Est, 2013.
- [144] NAMBIAR EKK, RAMAMURTHY K. « Air-void characterisation of foam concrete », *Cement and concrete research*, vol. 37, p. 221–30, 2007.
- [145] ROUSSEL N, COUSSOT P. « “Fifty-cent rheometer” for yield stress measurements: From slump to spreading flow », *Journal of Rheology*, vol. 49, 2005.
- [146] GUTIERREZ-GONZALEZ E, LANOS C, PHELIPOT-MARDELE A. « Mousses de CSS, mousse de Kerysten, Pâte de CSS », rapport de master, LGCGM, 2011.
- [147] RUSTE J. « Technique de l'ingénieur : Microscopie à balayage électronique », 2013.
- [148] PETIT J-Y, WIRQUIN E, VANHOVE Y, KHAYAT K. « Yield stress and viscosity equations for mortars and self-consolidating concrete ». *Cement and concrete research*, vol. 37, p. 655–70, 2007.
- [149] PHAM V-N. « Caractérisation du module acoustique de mousses minérales », rapport de master, LGCGM - INSA Rennes, 2014.
- [150] POMEAU Y. « Sur un problème de stéréologie », *Annale IHP*, 1983.

[151] UNDERWOOD EE. « Quantitative stereology », *Addison-Wesley Pub. Co*, 1970.

Annexes

Annexe A.1 : Production de granulats légers selon [26]

Type de granulat	Pays producteurs	Marque commerciale	Nombre de centres de production	Production annuelle en tonnes	
Ponce	États-Unis, Canada	Geolite		3 000 000* à 3 200 000* suivant les années	
	RFA			7 000 000 en 1970, en diminution constante	
	Italie			450 000 en 1968	
Pouzzolane	France	Domes -63		480 000 en 1991	
Argile et schiste expansé	États-Unis	Très nombreuses	70	8 910 000 en 1971 (estimation 1972 : 9 180 000)	
	URSS		70	10 000 000 en 1970	
	RFA	Leca®			291 000 en 1970
			Norlit		
			Detoon	6	
			Berwilit		
	Belgique	Isol			900 000 (capacité de production en 1971)
			Argex	3	
			Korlin		
	Hollande	Hollith		2	250 000 (capacité de production en 1971)
	Grande-Bretagne	Aglite®		3	310 000 en 1968
		Leca®			
	Autriche	Leca®		1	130 000 en 1970
	Pologne				250 000 en 1970
France	Leca®			95 000 (capacité de production en 1971)	
	GEM (granulex)		3		
	Argi 16				
Danemark	Leca®		4	400 000 en 1968	
Ardoise expansée	États-Unis		5	640 000 en 1968	
	Grande-Bretagne	Solite		300 000 (capacité de production estimée en 1971)	
Cendres volantes frittées	États-Unis		3	186 000 en 1970	
	Grande-Bretagne	Lytag®		400 000 en 1968	
Laitier expansé	États-Unis		17 (22 en 1966)	14 millions de tonnes produites en 2004	
	Grande-Bretagne		4	Plusieurs millions de tonnes	
	Hollande		1	1,2 million de tonnes en 2004	
	Suède			600 000	
	RFA			9 millions de tonnes	
Vermiculite	États-Unis	Grace		207 000 en 1971	
	France	Efisol		90 000	
Perlite	États-Unis	Schundler		387 000 en 1971	
	Grèce	Aegean			
	France	Efisol			
Copeaux de bois	Canada et Suisse	Durisol	1	40 000 m ³	
	France	Agresta			
Verre expansé	RFA	Poraver		10 000 m ³	

* Ces chiffres comprennent la pouzzolane.

Annexe A.2 : Vue d'ensemble des compositions, méthodes et performances thermomécaniques associées

Réf	Auteurs	Titre	Composition	Fabrication	Dosage en Liant [kg/m ³]	Gamme de rapport massique E/L	Gamme de densité pâte [kg/m ³]	Gamme de densité [kg/m ³]	Gamme de résistance [MPa]	Méthode Dimension s + âge	Conductivité thermique [W/(m.K)]	Porosité Structure porale (SP)	Utilisation Remarques Conclusions
[19]	Neville	Properties of Concrete	divers	GL, C, MR, MP	divers			300 1850	0,3 - 70	Cube 28 jours	0,1 - 0,65	non	divers
[23]	Othuman Mydin	Lightweight foamed concrete (LFC) thermal and mechanical properties at elevated temperatures and its application to composite walling system	C, S, EA (protéine)	MP		E/C = 0,5 E/L = 0,33	800	650 - 1850	3,2 - 15,3	Cylindre 28 jours	0,226 - 0,484	non	Effet de la température sur les propriétés thermomécaniques
[28]	Anwar Hossein	Properties of volcanic pumice based cement and lightweight concrete	C, GL, S	GL	430 - 490	E/C = 0,45	étalement	1831 - 2515	24 - 40	Cube 28 jours	non	non	Économie de ciment via remplacement d'une partie des granulats par de la pierre ponce
[29]	Demirdag	Strength properties of volcanic slag aggregate lightweight concrete for high performance masonry units	C, GL	GL	41 - 162	2 < E/C < 10	1254 - 1505	1185 - 1472	0,49 - 8,48	Cube 28 jours	0,44 - 0,65	non	Économie de ciment + isolation thermique
[36]	Schackow	Mechanical and thermal properties of lightweight concretes with vermiculite and EPS using air-entraining agent	C, GL, S, EA Microair®, SP	GL	non	0,5 < E/C < 1,10	non	1070 - 1290	6,31 - 15,55	Cube 28 jours	0,34 - 0,56	non	EPS vs vermiculite
[37]	Sengul	Effect of expanded perlite on the mechanical properties and thermal conductivity of lightweight concrete	C, GL, S, EA, SP	GL	295 - 317	0,55	696 - 2015	392 - 1992	0,1 - 28,8	Cube 28 jours	0,13 - 0,6	non	Effet du dosage en perlite sur la conductivité thermique résistance mécanique
[38]	Chen	A novel lightweight concrete-fabrication and its thermal and mechanical properties	C, FS, ciment à haute teneur en alumine latex de polymère PP fibres, GL, SP EA	GL	1230	0,26	395 - 810	400 - 800	1,58 - 11	Cube 28 jours	0,07 - 0,3	non	Quantité variable de mousse
[39]	Kayali	Fly ash lightweight aggregates in high performance concrete	C, CV, GL, SP	GL	300 - 370	0,56 < E/C < 0,64	1722 - 2280	1602 - 2290	44,6 - 66,75	Cube 28 jours	non	non	Béton léger hautes performances
[42]	Nguyen	Influence of the volume fraction and the nature of fine lightweight aggregates on the thermal and mechanical properties of structural concrete	C, SG, GL	GL	426	E/C = 0,45	non	1170 - 2030	22,2 - 45,3	Cylindre 28 jours	0,43 - 1,6	non	Influence du taux de substitution du SG par les GL et de la composition minéralogique de GL sur les propriétés thermomécaniques.
[43]	Uysal	The effects of different cement dosages, slumps, and pumice aggregate ratios on the thermal conductivity and density of concrete	C, GL	GL	200 - 500	Non	étalement	1970 - 2040	non	non	0,776 - 1,458	non	Influence du dosage en ciment et en granulats légers sur les propriétés thermiques

[45]	Liu	Evaluation of thermal conductivity, mechanical and transport properties of lightweight aggregate foamed geopolymer concrete	CV, huile de palme, cendres de combustible, SP	MP	0	non	non	1291 - 1791	8,3 - 30,1	Cube 28 jours	0,47 - 0,49	non	Propriétés thermomécaniques de béton de granulats légers de coquille de palme	
[46]	Lo	Influence of aggregate pre-wetting and fly ash on mechanical properties of lightweight concrete	C, CV, GL	GL	338 - 420	$0,54 < E/C < 0,56$	étalement	1617 - 1851	29,19 - 38,58	Cube 28 jours	non	non	Influence de la durée de mouillage des granulats d'argile sur la résistance mécanique	
[47]	Cui	Analytical model for compressive strength, elastic modulus and peak strain of structural lightweight aggregate concrete	C, S, GL	GL	non	$E/C = 0,35$	non	non	18,9 - 59,1	Cube + Cylindre 28 jours	non	oui	Influence de la fraction volumique et du type de granulat	
[49]	Bogas	Compressive behavior and failure modes of structural lightweight aggregate concrete - Characterization and strength prediction	C, GL, S SP	GL	300 - 594	$0,3 < E/C < 0,55$	étalement	1494 - 2358	28,1 - 81,6	Cube 28 jours	non	non	Influence du type de granulats et du taux de gâchage sur la résistance mécanique	
[50]	Ke	Caractérisation du comportement mécanique des bétons de granulats légers: expérience et modélisation	C, S, FS, GL, SP	GL	414 - 826	$0,29 < E/L < 0,46$	étalement	1605 - 2156	1453 - 2107	24,91 - 85,93	Cylindre 28 jours	Non	Non	Influence de la nature et du dosage en granulat sur les propriétés mécaniques
[51]	Gutiérrez-González	Compatibility between gypsum and polyamide powder waste to produce lightweight plaster with enhanced thermal properties	G, poudre de polyamide,	GL	0	$0,4 < E/L < 0,5$	non	751 - 1477	1,47 - 15,64	4x4x16 28 jours	non	non	Compatibilité entre gypse et poudre de polyamide et propriétés thermomécanique associées	
[54]	Dolton	Cellular Concrete: Engineering and Technological Advancement for Construction in Cold Climates	C, CV, EA	MR	non	non	non	400 - 600	0,71 - 1,98	Cube	0,075 - 0,097	non	Review de plusieurs papiers	
[55]	Tikalski	A method for assessment of the freeze-thaw resistance of preformed foam cellular concrete	C, CV, S, EA	MP	57 - 629	$0,40 < E/L < 0,57$	non	497 - 629	0,71 - 1,77	Cube 28 jours	non	non	Influence de cycle de gel - dégel sur les propriétés mécaniques	
[56]	Cabrillac	Experimental study of the mechanical anisotropy of aerated concretes and of the adjustment parameters of the introduced porosity	C, Chx, S, EA	C	non	$0,4 < E/C < 0,45$	non	non	non	Cube 28 jours	non	porosité	Influence de mélange sur les propriétés mécaniques. Anisotropie mécanique	
[61]	Yang	Tests on high-performance aerated concrete with a lower density	C, FS, G, SP, EA	MP	400 - 650	$0,2 < E/C < 0,3$	étalement	491 - 694	2,4 - 6,9	Cube 3, 7 et 28 jours	0,118 - 0,199	oui	Influence du taux de gâchage, présence de fumée de silice sur les performances thermomécaniques	
[62]	Just	Microstructure of high-strength foam concrete	C, alu, SP, FS	MC		$0,45 < E/C < 0,6$	étalement	450 - 1300	2 - 24		non	oui	Influence du taux de gâchage sur la structure porale. Etude de la sphéricité en fonction de la taille de bulle	
[65]	Kearsley	The effect of high fly ash content on the compressive strength of foamed concrete	C, CV, EA (protéine)	MP	193 - 1620	$0,3 < E/C < 1,17$ $0,3 < E/L < 0,6$	non	1000 - 1500	5,8 - 85,7	Cube 28 jours	non	non	Influence de la composition et de l'âge des éprouvettes sur la résistance mécanique	
[67]	Jones	Heat of hydration in foamed concrete: Effect of mix constituents and plastic density	C, CV, S, SP, EA	MP	210 - 600	$0,32 < E/C < 0,58$	non	610 - 1230	1 - 6,8	Cube 28 jours	non	non	Influence de plusieurs paramètres sur la température lors de l'hydratation	

[69]	Bogas	Compressive strength evaluation of structural lightweight concrete by non-destructive ultrasonic pulse velocity method	C, CV, S, FS, GL, EA, SP	MR	300 - 525	$0,3 < E/L < 0,65$	non	1458 - 2430	25,2 - 81,6	Cube 28 jours	non	non	Détermination de la résistance à la compression par méthode acoustique
[70]	Aldridge	Introduction to foamed concrete: What, Why, and How	C, S, CV, FS, EA	MP	non	non	non	400 - 1600	0,5 - 10	non	0,1 - 0,64	non	Review rapide des techniques de moussage
[71]	Panesar	Cellular concrete properties and the effect of synthetic and protein foaming agents	C, S, Cal, 3 EA (1 protéine - 2 synthétique)	MP	361 - 611	$E/C = 0,29$	étalement	1600 - 2240	2 - 58	Cylindre 28 jours	0,78 - 1,1	Essai de sorption	Influence de type et du dosage en agent moussant sur les propriétés thermomécaniques
[81]	Kearsley	The effect of porosity on the strength of foamed concrete	Ciment Portland prise rapide, CV, EA (protéine)	MP	320 - 1000	$0,3 < E/C < 1,17$ $0,3 < E/L < 0,6$	non	772 - 1972	5,8 - 85,7	Cube 365 jours	non	non	Relation porosité - résistance mécanique
[83]	Nambiar	Air-void characterisation of foam concrete	C, S, CV, EA (organique)	MP	non	non	Densité fraîche	600 - 1200	1 - 15	non	non	oui	Influence de la structure porale sur les propriétés mécaniques
[48]	Haque	Strength and durability of lightweight concrete	C, GL	GL	280 - 536	$0,42 < E/C < 0,80$	étalement	1775 - 2355	38 - 57	Cube 28 jours	non	non	Evaluation des propriétés mécaniques de bétons légers contenant 2 granulats différents. Influence des conditions de cure sur les propriétés mécaniques
[84]	Visagie	The effect of microstructure on the properties of foamed concrete	C, CV, EA	MP		$0,3 < E/C < 1,6$ $0,27 < E/L < 0,33$	non	536 - 1235	1 - 24,2	Cylindre 28 jours	non	oui	Distribution porale, d_{10} , d_{50} , d_{90} - relation aux performances mécaniques
[86]	Wei	Characterization and simulation of microstructure and thermal properties of foamed concrete	C, CV, SP, EA (protéine)	MP	80 %	$E/C = 0,32$ $E/L = 0,18$	non	252 - 1870	0,42 - 45,5	non	0,065 - 0,5	Oui	Modélisation numérique de la conductivité thermique
[87]	Vimmrov á	Lightweight gypsum composites: Design strategies for multi-functionality	G, C, carbonate de calcium, GL, microsilice, EA	GL et C	non	$0,53 < E/G < 1,07$	non	547 - 945	2 - 12	4 4 16	0,12 - 0,39	non	Confrontation de deux techniques de moussage sur une matrice gypse
[89]	Çolak	Density and strength characteristics of foamed gypsum	G, poudre de marbre, sulfate d'aluminium, potassium aluminium, EA	GL et C	0	$0,55 < E/G < 85$	non	756 - 1086	0,35 - 2,2	Cube	non	non	Confrontation de deux techniques de moussages sur une matrice gypse
[90]	Yang	Utilization of phosphogypsum for the preparation of non-autoclaved aerated concrete	C, G, C, Chx, Lhf, sulfate de sodium, poudre d'aluminium	C	15 - 45 %	$0,43 < E/L < 0,55$	non	590 - 740	2,2 - 6,4	Cube 28 jours	non	non	Influence de plusieurs paramètres sur la résistance à la compression

Liant : C = Ciment ; Chx = Chaux ; CV = Cendres volantes ; Laitier des hauts fourneaux = Lhf ; Granulats légers = GL ; Fumées de Silice = FS ; S = Sable ; Gypse = G ; Fines = F ; Superplastifiant = SP ; Entraîneur d'air = EA

Fabrication : Granulats légers = GL ; Moussage chimique = MC ; Malaxage rapide = MR ; Mousse préformée = MP

Annexe B.1 : Enveloppe sphérique soumise à une pression intérieure

Soit une enveloppe sphérique, homogène, de rayon intérieur a , de rayon extérieur B . Le matériau qui la constitue est élastique parfaitement plastique, à élasticité linéaire isotrope, ayant pour critère de plasticité le critère de Von Mises ou celui de Tresca. Partant de l'état initial naturel, cette sphère est soumise à une pression intérieure normale uniforme P (Figure B. 32 – gauche).

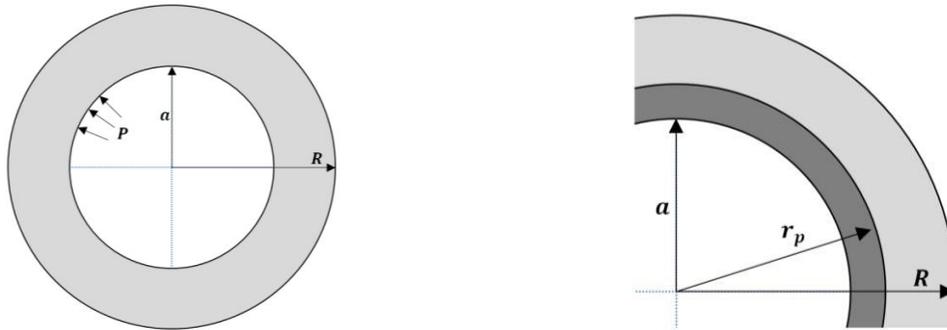


Figure B. 32. Géométrie et chargement appliqué à la sphère sous pression (gauche) ; Progression de la zone plastique à partir de la surface intérieure (droite).

Analyse élastique

Le volume étudié est à symétrie sphérique, constitué d'un matériau homogène et isotrope ; les conditions aux limites possèdent aussi la symétrie sphérique. Il faut alors chercher une solution du problème dans un système de coordonnées sphériques r, θ, φ , tel que les champs de déplacement, de contrainte et de déformation soient respectivement de la forme :

$$u_r(r) = h(r) \quad (\text{Anx B. 1})$$

$$u_\theta = u_\varphi = 0 \quad (\text{Anx B. 2})$$

$$\sigma_{rr} = f_1(r) \quad (\text{Anx B. 3})$$

$$\sigma_{\theta\theta} = \sigma_{\varphi\varphi} = g_1(r) \quad (\text{Anx B. 4})$$

$$\sigma_{r\theta} = \sigma_{r\varphi} = \sigma_{\theta\varphi} = 0 \quad (\text{Anx B. 5})$$

$$\varepsilon_{rr} = f_2(r) \quad (\text{Anx B. 6})$$

$$\varepsilon_{\theta\theta} = \varepsilon_{\varphi\varphi} = g_2(r) \quad (\text{Anx B. 7})$$

$$\varepsilon_{r\theta} = \varepsilon_{r\varphi} = \varepsilon_{\theta\varphi} = 0 \quad (\text{Anx B. 8})$$

Les équations d'équilibre se réduisent à :

$$\frac{d\sigma_{rr}}{dr} + \frac{2}{r}(\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}) \quad (\text{Anx B. 9})$$

Les conditions aux limites statiques ont la forme :

$$\sigma_{rr}(r = a) = -P \quad (\text{Anx B. 10})$$

$$\sigma_{rr}(r = R) = 0 \quad (\text{Anx B. 11})$$

Les équations cinématiques ont la forme :

$$\varepsilon_{rr} = \frac{du_r}{dr} \quad (\text{Anx B. 12})$$

$$\varepsilon_{\theta\theta} = \frac{u_r}{r} \quad (\text{Anx B. 13})$$

La loi de Hooke donne :

$$E\varepsilon_{rr} = (\sigma_{rr} - 2\nu\sigma_{\theta\theta}) \quad (\text{Anx B. 14})$$

$$E\varepsilon_{\theta\theta} = (\sigma_{\theta\theta}(1 - \nu) - \nu\sigma_{rr}) \quad (\text{Anx B. 15})$$

En remplaçant les déformations par leurs expressions en fonction des déplacements les contraintes suivantes sont obtenues, Λ désignant le coefficient de Lamé :

$$\Lambda = \frac{E\nu}{(1 - 2\nu)(1 + \nu)} \quad (\text{Anx B. 16})$$

$$\sigma_{rr} = \frac{\Lambda}{\nu} \left[(1 - \nu) \frac{du_r}{dr} + 2\nu \frac{u_r}{r} \right] \quad (\text{Anx B. 17})$$

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{\Lambda}{\nu} \left[\nu \frac{du_r}{dr} + \frac{u_r}{r} \right] \quad (\text{Anx B. 18})$$

En substituant ces deux relations dans les équations d'équilibre, l'équation différentielle suivante est obtenue :

$$\frac{d^2u_r}{dr^2} + \frac{2}{r} \frac{du_r}{dr} - \frac{2}{r^2} u_r = 0 \quad (\text{Anx B. 19})$$

La solution de cette équation est :

$$u_r = C_1 r + \frac{C_2}{r^2} \quad (\text{Anx B. 20})$$

En remplaçant la valeur de u_r dans les expressions précédentes :

$$\sigma_{rr} = \frac{\Lambda}{\nu} \left[(1 - \nu)C_1 - 2(1 - 2\nu) \frac{C_2}{r^3} \right] \quad (\text{Anx B. 21})$$

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{\Lambda}{\nu} \left[(1 + \nu)C_1 + (1 - 2\nu) \frac{C_2}{r^3} \right] \quad (\text{Anx B. 22})$$

Les constantes C_1 et C_2 s'obtiennent à partir des conditions aux limites :

$$\sigma_{rr}(r = R) = 0 \Rightarrow C_2 = \frac{1 + \nu}{2(1 - 2\nu)} R^3 C_1 \quad (\text{Anx B. 23})$$

$$\sigma_{rr}(r = a) = -P \Rightarrow C_1 = \frac{1 - 2\nu}{E} \frac{a^3}{R^3 - a^3} P \quad (\text{Anx B. 24})$$

Finalement :

$$\sigma_{rr} = -\frac{a^3}{R^3 - a^3} \left(\frac{R^3}{r^3} - 1 \right) P \quad (\text{Anx B. 25})$$

$$\sigma_{\theta\theta} = \sigma_{\varphi\varphi} = \frac{a^3}{R^3 - a^3} \left(\frac{R^3}{2r^3} + 1 \right) P \quad (\text{Anx B. 26})$$

$$u_r = \frac{a^3}{R^3 - a^3} \left[(1 - 2\nu)r + (1 + \nu) \frac{R^3}{2r^3} \right] \frac{P}{E} \quad (\text{Anx B. 27})$$

Charge limite d'élasticité de la sphère sous pression pour les critères de Von Mises et Tresca

Le critère de plasticité de Tresca, comme celui de Von Mises, est indépendant de la pression moyenne. Le tenseur $\tilde{\sigma}$ peut être remplacé par la somme de $\tilde{\sigma}$ et d'un tenseur sphérique. Ici, si s'ajoute à $\tilde{\sigma}$ le tenseur $-\sigma_{\theta\theta}\tilde{I}$, un tenseur uniaxial est obtenu, d'une unique composante non nulle $\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}$. D'après les formules précédentes, tant que l'enveloppe sphérique reste élastique :

$$\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta} = -\frac{3}{2} \frac{a^3}{R^3 - a^3} \frac{R^3}{r^3} P \quad (\text{Anx B. 28})$$

Le critère de plasticité est atteint lorsque $\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}$, fonction décroissante de P, devient égale à la limite d'élasticité $-\sigma_y$ en compression simple. Le premier point plastique apparaît donc en $r = a$ et lorsque la pression P atteint la valeur P_E , limite d'élasticité initiale de la sphère sous pression :

$$P_E = \frac{2}{3} \left(1 - \frac{a^3}{R^3} \right) \sigma_y \quad (\text{Anx B. 29})$$

Analyse élasto-plastique

Lorsque la pression interne croît au-delà de la pression P_E , comme le premier point élastique est apparu sur la face intérieure de l'enveloppe, il est normal de supposer qu'une zone plastique se développe à partir de cette face et occupe un volume $a < r < r_p$, où r_p est une fonction de P. La zone $r_p < r < R$ est alors élastique. Le vecteur contrainte sur une facette normale à l'axe r prend la même valeur dans la zone plastique et la zone élastique, à la traversée de la surface en $r = r_p$. Sur cette surface, la contrainte normale est alors égale en valeur absolue à la limite d'élasticité initiale d'une sphère creuse de rayon intérieur r_p , de rayon extérieur R, soumise à une pression interne, soit :

$$\sigma_{rr}(r_p) = -\frac{2}{3} \left(1 - \frac{r_p^3}{R^3} \right) \sigma_y \quad (\text{Anx B. 30})$$

Les contraintes dans la **zone élastique** et le déplacement sont données par les équations précédentes ((Anx B. 25) et ((Anx B. 26)) dans lesquelles a et P sont remplacés par r_p et $-\sigma_{rr}(r_p)$; Dans cette zone :

$$\sigma_{rr}(r) = -\frac{2 r_p^3}{3 R^3} \left(\frac{R^3}{r^3} - 1 \right) \sigma_y \quad (\text{Anx B. 31})$$

$$\sigma_{\theta\theta}(r) = \frac{2 r_p^3}{3 R^3} \left(\frac{R^3}{2r^3} + 1 \right) \sigma_y \quad (\text{Anx B. 32})$$

$$u_r(r) = \frac{2 r_p^3}{3E R^3} \left[(1 - 2\nu)r + (1 + \nu) \frac{R^3}{2r^3} \right] \sigma_y \quad (\text{Anx B. 33})$$

Au sein de la **zone plastique** ($a < r < r_p$). Pour y déterminer les contraintes, les équations d'équilibre et du critère de plasticité sont vérifiées en tout point, soit :

$$\frac{d\sigma_{rr}}{dr} + \frac{2}{r}(\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}) = 0 \quad (\text{Anx B. 34})$$

$$\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta} = -\sigma_y \quad (\text{Anx B. 35})$$

En combinant ces deux équations, sont obtenus successivement :

$$\frac{d\sigma_{rr}}{dr} + \frac{2}{r}\sigma_y = 0 \quad (\text{Anx B. 36})$$

$$\sigma_{rr} = 2\sigma_y \ln(r) + C_3 \quad (\text{Anx B. 37})$$

La détermination de la constante d'intégration C_3 s'effectue en $r = r_p$, en utilisant la continuité de la composante σ_{rr} :

$$2\sigma_y \ln(r) + C_3 = -\frac{2}{3} \left(1 - \frac{r_p^3}{R^3} \right) \sigma_y \quad (\text{Anx B. 38})$$

Finalement, dans la zone plastique :

$$\sigma_{rr}(r) = -\frac{2}{3} \sigma_y \left[1 + 3 \ln \left(\frac{r_p}{r} \right) - \frac{r_p^3}{R^3} \right] \quad (\text{Anx B. 39})$$

$$\sigma_{\theta\theta}(r) = \frac{2}{3} \sigma_y \left[1 - 3 \ln \left(\frac{r_p}{r} \right) + \frac{r_p^3}{R^3} \right] \quad (\text{Anx B. 40})$$

Ces contraintes dépendent du paramètre r_p , dont il faut donc déterminer l'évolution en fonction de la pression p. Dans la zone plastique, pour $r = a$:

$$\sigma_{rr}(r = a) = -P \quad (\text{Anx B. 41})$$

$$P = \frac{2}{3} \sigma_y \left[1 + 3 \ln \left(\frac{r_p}{a} \right) - \frac{r_p^3}{R^3} \right] \quad (\text{Anx B. 42})$$

La transformation de la sphère est supposée infinitésimale, a et R sont des constantes.

$$\frac{dP}{dc} = \frac{2\sigma_y}{r_p} \left(1 - \frac{r_p^3}{R^3}\right) \quad (\text{Anx B. 43})$$

Ce terme est toujours positif. Le rayon r_p de la zone plastique croît donc constamment avec P . Ce résultat est cohérent avec l'hypothèse faite : La zone plastique se développe à partir de la face interne de la sphère creuse. Le rayon extérieur de cette zone atteint la valeur R lorsque P atteint la pression limite P_p :

$$P_p = 2\sigma_y \ln\left(\frac{R}{a}\right) \quad (\text{Anx B. 44})$$

Déformation plastique

S'il est possible, à partir de la solution en contrainte obtenue précédemment de construire, en utilisant la loi de comportement, un champ de déplacement qui soit compatible avec les liaisons (cinématiquement admissible), la solution trouvée est unique.

Conservant l'hypothèse de symétrie sphérique, le déplacement radial est calculé dans la zone plastique. Comme la déformation plastique ne produit pas de variation de volume du matériau, cette variation n'est due qu'à la partie élastique de la déformation, soit :

$$\varepsilon_{rr} + 2\varepsilon_{\theta\theta} = \frac{1-2\nu}{E} (\sigma_{rr} + 2\sigma_{\theta\theta}) \quad (\text{Anx B. 45})$$

L'expression de la composante radiale du déplacement devient :

$$\frac{du_r}{dr} + 2\frac{u_r}{r} = -\frac{2(1-2\nu)}{E} \sigma_y \left[3\ln\left(\frac{r_p}{r}\right) - \frac{r_p^3}{R^3} \right] \quad (\text{Anx B. 46})$$

$$u_r = \frac{C_4}{r^2} - \frac{2(1-2\nu)}{E} r \sigma_y \left[\ln\left(\frac{r_p}{r}\right) + \frac{1}{3} \left(1 - \frac{r_p^3}{R^3}\right) \right] \quad (\text{Anx B. 47})$$

En utilisant le fait que le déplacement radial est continu à la traversée de la surface en $r = r_p$, la constante d'intégration peut être déterminée :

$$C_4 = (1-\nu) \frac{\sigma_y}{E} r_p^3 \quad (\text{Anx B. 48})$$

Finalement, dans la zone plastique :

$$u_r = \frac{\sigma_y}{E} r \left[(1-\nu) \frac{r_p^3}{r^3} - \frac{2}{3} (1-2\nu) \left(1 + 3\ln\left(\frac{r_p}{r}\right) - \frac{r_p^3}{R^3} \right) \right] \quad (\text{Anx B. 49})$$

Cette expression du déplacement permet de calculer les déformations totales dans la zone plastique. Les déformations plastiques sont obtenues par différence entre les déformations totales et les déformations élastiques calculées en utilisant les formules donnant les contraintes. Les seules composantes non nulles sont :

$$\varepsilon_{rr}^p = \frac{2\sigma_y}{E}(1-\nu) \left(1 - \frac{r_p^3}{r^3}\right) \quad (\text{Anx B. 50})$$

$$\varepsilon_{\theta\theta}^p = \varepsilon_{\varphi\varphi}^p = -\frac{\sigma_y}{E}(1-\nu) \left(1 - \frac{r_p^3}{r^3}\right) \quad (\text{Anx B. 51})$$

Comme c'est une fonction croissante de P et que le trajet de chargement étudié est par hypothèse à « P croissant », r_p peut être choisi comme paramètre de chargement. Le tenseur de vitesse de déformation est du type compression simple :

$$\dot{\varepsilon}_{rr}^p = \frac{d\varepsilon_{rr}^p}{dc} = -\frac{6\sigma_y}{E}(1-\nu) \frac{r_p^3}{r^3} < 0 \quad (\text{Anx B. 52})$$

$$\dot{\varepsilon}_{\theta\theta}^p = \dot{\varepsilon}_{\varphi\varphi}^p = -\frac{1}{2}\dot{\varepsilon}_{rr}^p \quad (\text{Anx B. 53})$$

Trajet de charge / décharge

Si une sphère creuse à une pression interne $P_M > P_E$ puis déchargée jusqu'à $P = 0$, les contraintes résiduelles, présentes après cette décharge, seront égales à la différence entre les contraintes calculées en élasto-plasticité et la solution élastique correspondant à un chargement $-P_M$. Le champ de contraintes résiduelles est :

Dans la zone plastique ($a < r < r_p$):

$$\sigma_{rr}^r(r) = -\frac{2}{3}\sigma_y \left[1 + 3 \ln\left(\frac{r_p}{r}\right) - \frac{r_p^3}{R^3}\right] + \frac{a^3}{R^3 - a^3} \left(\frac{R^3}{r^3} - 1\right) P_m \quad (\text{Anx B. 54})$$

$$\sigma_{\theta\theta}^r(r) = \sigma_{\varphi\varphi}^r(r) = \frac{2}{3}\sigma_y \left[\frac{1}{2} - 3 \ln\left(\frac{r_p}{r}\right) + \frac{r_p^3}{R^3}\right] - \frac{a^3}{R^3 - a^3} \left(\frac{R^3}{2r^3} + 1\right) P_m \quad (\text{Anx B. 55})$$

Dans la zone élastique ($r_p < r < R$):

$$\sigma_{rr}^r(r) = -\frac{2}{3} \frac{r_p^3}{R^3} \left(\frac{R^3}{r^3} - 1\right) \sigma_y + \frac{a^3}{R^3 - a^3} \left(\frac{R^3}{r^3} - 1\right) P_m \quad (\text{Anx B. 56})$$

$$\sigma_{\theta\theta}^r(r) = \frac{2}{3} \frac{r_p^3}{R^3} \left(1 + \frac{R^3}{2r^3}\right) \sigma_y - \frac{a^3}{R^3 - a^3} \left(\frac{R^3}{2r^3} + 1\right) P_m \quad (\text{Anx B. 57})$$

Les équations précédentes ne sont valides que s'il n'apparaît aucune déformation plastique pendant la décharge.

Pour que la plastification réapparaisse en compression, il faut traverser le domaine d'élasticité, et retrouver un point pour lequel : $\sigma_{rr}^r(r) - \sigma_{\theta\theta}^r(r) = \sigma_y$. Cela se produira effectivement à partir du moment où la pression atteinte P_m est égale à $2P_E$. L'étude des variations de P_E et P_m en fonction de a/R indique que cela n'est possible que si la pression limite est elle-même supérieure à $2P_E$. Ceci fournit une condition géométrique sur la sphère. La Figure B. 33 illustre le fait que P_p dépasse $2P_E$ si le rapport a/R est inférieur à une valeur critique x , solution de l'équation $(4/3)(1 - x^3) = 2 \ln(x)$, soit :

$$\frac{a}{R} < x \approx 0,59$$

(Anx B. 58)

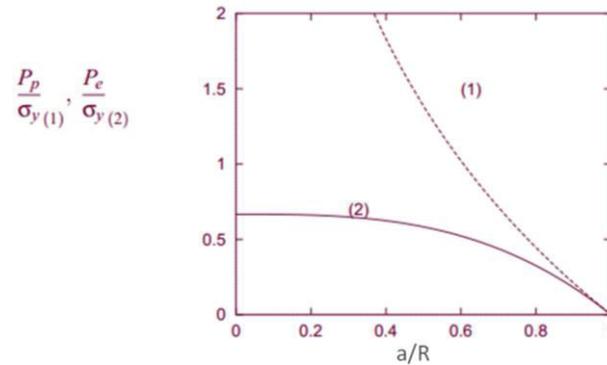


Figure B. 33. Evolution de P_E et P_p en fonction de a/R

Dans le cas où il n'y a pas plastification à la décharge, la structure est dite est adaptée. Il s'agit de régime de fonctionnement sûr, qui est utilisé dans la pratique pour les récipients sous pression : ceux-ci subissent avant mise en fonctionnement une opération de timbrage au cours de laquelle ils sont portés à une pression supérieure à la pression de service ultérieure. Si au contraire il y a replastification, des déformations plastiques cycliques vont se produire, avec un phénomène de fatigue plastique du matériau, qui conduira à la ruine de la structure au cours des cycles successifs.

Annexe C.1. Récapitulatifs de l'ensemble des essais

Légende : * signifie que la valeur a été calculée en prenant la moyenne des valeurs de la partie supérieure et inférieure.

	dosage d	Pâte fraîche			Mousse sèche					Essais non destructifs		Analyse surfacique		3D
		ρ	Etallement	τ_s pâte	ρ	Φ	λ	R_c	E	E Pundit	E Erudit	Photo	MEB	Tomo
		kg/m ³	mm	Pa	kg/m ³	%	W/(m.K)	MPa	MPa	MPa	MPa	-	-	-
Unité	%													
Hostapur OSB	Kdis25	0,003			535	66	0,17	2,39	1513			oui		
	Kdis71	0,003	1708	260	1,61	470	70	0,15	2,31	1247			oui	
	Kdis24	0,006			536	66	0,17	2,90	1859			oui		
	Kdis70	0,006	1672	265	1,43	475	70	0,15	2,59	1481			oui	oui
	Kdis140	0,008	1644	280	1,07	507	68	0,17	2,29	1418	1861*	1110*	oui	
	Kdis141	0,008	1644	280	1,07	500	68	0,16	2,35	1304	1845*	1036*	oui	
	Kdis144	0,008	1656	280	1,08	497	68	0,16	2,42	1370	1754*	1116*	oui	oui
	Kdis145	0,008	1648	285	0,98	497	68	0,16	2,35	1391			oui	
	Kdis146	0,008	1664	285	0,99	487	69	0,16	2,21	1190			oui	
	Kdis147	0,008	1648	280	1,07	490	69	0,16	2,30	1328			oui	
	Kdis69	0,0125	1588	265	1,36	485	69	0,16	2,52	1510				oui
	Kdis74	0,0125	1620			390	75	0,13	1,58	680	1429	1016		
	Kdis75	0,0125	1732	260	1,63	337	78	0,11	1,03	486				
	Kdis76	0,0125	1608	260	1,51	295	81	0,10	0,75	412				
	Kdis77	0,0125	1568	235	2,44	552	65	0,18	3,47	1710	1929	1281		
	Kdis78	0,0125	1580	285	0,94	247	84	0,09	0,37	179	563	329		
	Kdis26	0,0128				519	67	0,16	2,37	1047			oui	
	Kdis72	0,0015	1768	265	1,51	472	70	0,15	1,95	1148			oui	oui
	Kdis22	0,025				516	67	0,14	1,38	823			oui	
	Kdis68	0,025	1608	265	1,37	440	72	0,14	1,76	1046			oui	oui
Kdis21	0,05				517	67	0,15	1,77	1134			oui		
Kdis67	0,05	1664	270	1,30	462	70	0,15	2,10	1489					
Kdis20	0,1				548	65	0,15	0,70	559			oui		
CTAB	Kdis81	0,003	1780	280	1,16	556	64	0,19	3,21	941			oui	oui
	Kdis80	0,006	1796	275	1,28	569	64	0,18	3,49	1522			oui	oui
	Kdis133	0,0065	1752	300	0,81	475	70	0,15	1,23	512			oui	
	Kdis132	0,008	1752	295	0,88	475	70	0,15	1,08	421			oui	
	Kdis142	0,008	1792	290	0,98	457	71	0,17	1,39	945				
	Kdis43	0,008	1792	295	0,90	465	70	0,16	1,39	960				
	Kdis128	0,01	1724	300	0,79	417	73	0,13	1,27	740			oui	
	Kdis137	0,012	1668	315	0,60	415	73	0,13	1,24	659			oui	
	Kdis79	0,0125	1728	275	1,23	564	64	0,18	3,31	1977			oui	oui
	Kdis134	0,0125	1656	295	0,83	465	70	0,15	1,53	877			oui	oui
	Kdis82	0,0015	1776	280	1,15	562	64	0,18	1,83	770			oui	oui
	Kdis135	0,015	1616	295	0,81	485	69	0,16	1,90	1087			oui	oui
	Kdis84	0,02	1592	260	1,50	551	65	0,18	3,19	1699	1948*	1948*	oui	oui
	Kdis85	0,02	1592	275	1,13	466	70	0,15	2,31	540	1595*	1051*	oui	oui
	Kdis86	0,02	1608	275	1,14	384	75	0,13	1,34	326	142	866	oui	oui
	Kdis87	0,02	1608	275	1,14	294	81	0,10	0,73	351	773	490	oui	oui
	Kdis88	0,02	1600	275	1,14	254	84	0,09	0,46	161	582	370	oui	
	Kdis136	0,02	1512	290	0,82	482	69	0,15	1,88	822			oui	
	Kdis42	0,025	1520			604	61	0,16	0,92	508			oui	
	Kdis41	0,0506	1384			591	62	0,18	2,27	537			oui	oui
Kdis138	0,08	1788	295	0,89	412	74	0,14	0,88	642			oui		
Kdis40	0,1	1260			584	63	0,16	0,63	155			oui		

	dosage d	Pâte fraîche			Mousse sèche					Essais non destructifs		Analyse surfacique		3D	
		ρ	Etalement	τ_s pâte	ρ	Φ	λ	R_c	E	E Pundit	E Erudit	Photo	MEB	Tomo	
		Unité	%	kg/m ³	mm	Pa	kg/m ³	%	W/(m.K)	MPa	MPa	MPa	MPa	-	-
Cetrimide	Kdis91	0,004		285		505	68	0,17	1,92	489			oui		
	Kdis90	0,006		280		527	66	0,17	1,90	1118	1746	1047	oui		
	Kdis89	0,0125		280		521	67	0,17	2,03	258	1634	890	oui		
	Kdis62	0,025	1536	270	1,20	422	73	0,13	1,53	947				oui	
	Kdis63	0,025	1540	270	1,20	337	78	0,11	0,96	577				oui	
	Kdis64	0,025	1544			522	67	0,17	2,70	1497	1816	1136		oui	
	Kdis65	0,025	1488	265	1,27	382	76	0,12	1,35	761				oui	
	Kdis66	0,025	1544	265	1,32	455	71	0,15	2,01	1193				oui	
	Kdis32	0,05	1292			407	74	0,12	0,96	740				oui	
	Kdis43	0,05	1356			588	62	0,17	1,59	754				oui	oui
	Kdis59	0,05	1416	275	1,01	420	73	0,14	1,55	1012					
	Kdis93	0,05		265		532	66	0,17	2,47	312				oui	
	Kdis16	0,05	-			747	52	0,19	1,56	1192				oui	
	Kdis58	0,1	1356	270	1,06	422	73	0,14	1,47	937					
	Kdis94	0,1		250		535	66	0,17	2,65	416				oui	
	Kdis31	0,1	1082			356	77	0,11	0,90	643				oui	
	Kdis60	0,1	1408	265	1,20	412	74	0,13	1,38	873					
	Kdis17	0,15	1006			315	80	0,11	0,52					oui	
Kdis57	0,15	808	215	1,97	427	73	0,12	0,67	605						
Kdis29	0,2				297	81	0,09	0,24	127				oui		
Kdis28	0,2	902			292	81	0,08	0,03	6				oui		
Kdis30	0,25	962			324	79	0,10	0,34	275				oui	oui	
Neopor	Kdis115	0,016	1748	265	1,49	485	69	0,15	1,14	361					
	Kdis122	0,0178	1756	275	1,25	385	75	0,11	0,50	314					
	Kdis123	0,0178	1756	280	1,14	345	78	0,11	0,54	302					
	Kdis124	0,0178	1664	290	0,91	445	72	0,13	0,90	524					
	Kdis125	0,0178	1688	280	1,10	695	56	0,19	1,12	717					
	Kdis126	0,0178	1672	290	0,91	347	78	0,11	0,62	332					
	Kdis148	0,0178	1752	270	1,36	522	67	0,16	2,00	1301				oui	oui
	Kdis15	0,0178	1748	275	1,24	352	77	0,11	0,83	460					
	Kdis149	0,0178	1752	270	1,36	445	72	0,14	1,62	978					
	Kdis114	0,03	1752	285	1,04	467	70	0,15	1,51	795					
	Kdis120	0,033	1740	280	1,13	390	75	0,11	0,35	224					
	Kdis113	0,06	1716	275	1,22	485	69	0,15	1,51	1011					
	Kdis119	0,063	1744	280	1,13	397	75	0,13	0,74	313					
	Kdis112	0,12	1732	285	1,03	457	71	0,15	1,34	629					
	Kdis118	0,12	1728	310	0,67	395	75	0,11	0,38	47				oui	
	Kdis111	0,24	1712	285	1,02	505	68	0,15	1,15	861					
Kdis117	0,24	1692	295	0,85	472	70	0,12	0,82	320						
Kdis116	0,5		240		472	70	0,14	1,37	732						
Sika	Kdis13	0,05				617	61	0,18	1,42	866				oui	
	Kdis12	0,1	1786			581	63	0,17	1,83	1510				oui	
	Kdis99	0,1		285		517	67	0,18	2,24	235					
	Kdis97	0,15		270		509	67	0,17	2,32	248					
	Kdis08	0,16	1730			660	58	0,18	0,93	614				oui	
	Kdis09b	0,2	1728			555	65	0,17	2,86	1528				oui	oui
	Kdis09	0,2	1754			713	54	0,20	2,37	511					
	Kdis100	0,25		305		517	67	0,15	1,37	254					
	Kdis98	0,3		275		525	66	0,17	2,26	530					
	Kdis10	0,4				560	64	0,16	1,99	1333				oui	

	dosage d	Pâte fraîche			Mousse sèche					Essais non destructifs		Analyse surfacique		3D	
		ρ	Etalement	τ_s pâte	ρ	Φ	λ	R_c	E	E Pundit	E Erudit	Photo	MEB	Tomo	
		kg/m ³	mm	Pa	kg/m ³	%	W/(m.K)	MPa	MPa	MPa	MPa	-	-	-	
Unité	%														
Microair	Kdis55	0,013	1768	290	0,96	472	70	0,16	1,55	1404				oui	
	Kdis54	0,025	1752	295	0,88	512	67	0,17	2,44	1788					
	Kdis14	0,05				590	62	0,18	2,12	1388			oui		
	Kdis53	0,05	1744	290	0,95	497	68	0,16	2,33	1659					
	Kdis11	0,1				588	62	0,18	3,38	749			oui		oui
	Kdis52	0,1	1736	300	0,80	527	66	0,17	2,54	1795					
	Kdis15b	0,2				583	63	0,18	3,00	1670			oui		
	Kdis46	0,2	1796	280	1,17	646	59	0,22	5,03	2621			oui		
	Kdis47	0,2	1784	280	1,16	613	61	0,21	3,16	2160	2225	1542	oui		
	Kdis48	0,2	1804	280	1,17	485	69	0,16	2,03	1295	1710	981	oui		
	Kdis49	0,2	1792	280	1,16	390	75	0,13	1,24	972	1307	561	oui		
Kdis50	0,2	1792	280	1,16	311	80	0,11	0,61	462	1104	1816	oui			

	Masse bille	Type bille 1	Type bille 2	Pâte fraîche			Mousse sèche					Essais non destructifs		3D	
				ρ	Etalement	τ_s pâte	ρ	Φ	λ	R_c	E	E Pundit	E Erudit	Tomo	
				kg/m ³	mm	Pa	kg/m ³	%	W/(m.K)	MPa	MPa	MPa	MPa	-	
Unité	g	-	-												
Mousses modèles	E00M				1711	nul	> 200	1359	0		17,30	5093			
	E11	6,6	35					904	33						oui
	E13	10	35					699	49						oui
	E16	10	34	36				958	30						oui
	E32	5	34					1092	20		10,51	4252	6241	5434	
	E25	5	35					1002	26		8,58	3207	5587	4653	
	E26	5	36					1064	22		8,90	3832	6312	5182	
	E31	5	35	37				1072	21		9,72	3846	6439	5228	
	E39	5	34	36				1067	21			1652	6205	5106	
	E29	10	35					945	30		5,75	2348	5007	4260	
	E27	10	36					900	34		7,11	2172	4836	3809	
	E30	10	37					853	37		4,74	1362	4558	3604	
	E40	10	35	37				895	34		6,20	2250	4626	3905	
	E35	10	34	36				895	34		5,63	2271	4571	3660	
	E34	15	34					778	43		4,49	1025	3591	3001	
	E24	15	35					749	45		5,25	1281	3311	2851	
	E28	15	36					768	43		4,75	1194	3563	2925	
E38	15	35					761	44		5,33	1151	3488	2798		

	dosage d	Pâte fraîche			Mousse sèche					Essais non destructifs		Analyse surfacique		3D	
		ρ	Etalement	τ_s pâte	ρ	Φ	λ	R_c	E	E Pundit	E Erudit	Photo	MEB	Tomo	
		kg/m ³	mm	Pa	kg/m ³	%	W/(m.K)	MPa	MPa	MPa	MPa	-	-	-	
Unité	Tensioactif	%													
Malaxage simple	KMS00		1792	300	0,824	1565	0	0,63	33,0	30493	31788	28336			
	KMS25	OSB	0,003	1621	260	1,525	1622	0	0,65	30,4	28896				
	KMS26	OSB	0,003	1391	230	2,415	1391	11	0,54	6,2	2143				
	KMS20	OSB	0,100	926	210	2,534	926	41	0,32	0,7	749				
	KMS80	CTAB	0,006	1511	290	0,823	1512	3	0,61	12,8	13374				
	KMS79	CTAB	0,0125	1258	270	0,980	1258	20	0,50	9,9	6799				oui
	KMS32	Cetrimide	0,050	1246	270	0,970	1247	20	0,48	14,5	7167				
	KMS29	Cetrimide	0,250	1106	205	3,413	1107	29	0,42	12,3	2915				
	KMS148	Neopor	0,018	1594	270	1,241	1594	0	0,62	32,0	31758				
	KMS99	AER Sika	0,100	1542	300	0,709	1632	1	0,62	28,9	22318				

Synthèse et propriétés de mousses minérales

			Pâte fraîche			Mousse sèche					Essais non destructifs		Analyse surfacique		3D
		dosage d	ρ	Etale ment	τ s pâte	ρ	Φ	λ	R_c	E	E Pundit	E Erudit	Photo	MEB	Tomo
Unité	Tensioactif	%	kg/m ³	mm	Pa	kg/m ³	%	W/(m.K)	MPa	MPa	MPa	MPa	-	-	-
Prompt	P00M		1500			1310	0								
	P02	Cetrimide	0,06			671	49	0,136	0,91	293					
	P03	Cetrimide	0,06			536	59	0,121	0,67	265					oui
	P07	Cetrimide	0,08			412	69	0,098	0,41	18					
	P08	Cetrimide	0,08			449	66	0,098	0,41	92					
	P12	Cetrimide	0,70	1309		589	55	0,133	1,00	477					
	P13	Cetrimide	0,20	1408		412	69	0,097	0,18	6					
	P14	Cetrimide	0,12	1494		405	69	0,096	0,28	10					
	P15	Cetrimide	0,07	1491		397	70	0,093	0,37	12					
	P16	Neopor	0,020	1556		457	65	0,108	0,56	280					
	P17	Neopor	0,010	1548		753	43	0,162	1,21	386					
	P18	Neopor	0,240	-		300	77	0,080	0,11	30					
	P19	Neopor	0,040	1544		295	77	0,086	0,31	38					
	P20	OSB	0,006	1272		499	62	0,107	0,22	112					oui
	P21	OSB	0,006	1112		479	63	0,109	0,36	175					
	P22	OSB	0,003	1092		494	62	0,098	0,19	44					
P23	OSB	0,001	1324		494	62	0,111	0,58	302						
P24	OSB	0,001	1324		472	64	0,108	0,52	230						
Mousse préformée	KMP01	OSB	0,012		260	745	52	0,22	3,22	1659					
	KMP02	OSB	0,012		245	667	57	0,21	2,81	1517					
	KMP03	OSB	0,012		205	595	62	0,19	2,70	810					
	KMP04	OSB	0,012		230	560	64	0,16	1,53	1063					
	KMP05	Cetrimide	0,05		205	819	48	0,26	4,89	578					
	KMP06	Cetrimide	0,1		205	763	51	0,25	3,66	290					
	KMP07	Neopor	0,48		210	382	76	0,09	0,10	514					
	KMP08	Neopor	0,48		220	417	73	0,09	0,16	131					
	KMP09	Neopor	0,48		240	512	67	0,12	0,41	369				oui ^m	oui

Annexe C.2 : Essais acoustiques : présentation des mousses analysées et résultats

	Unité	Groupe	G1 : Dosage Microair constant				G2: Cetrimide ρ constant (525kg/m ³)			
Eprouvette	-	KMS00	Kdis47H	Kdis48H	Kdis49H	Kdis50H**	Kdis64B*	Kdis89	Kdis90	Kdis93H
L	[mm]	80,1	43,7	60,4	53,6	50,2	57,2	53,1	51,0	58,6
ρ	[kg/m ³]	1564	596	467	394	337	556	510	515	526
E méca	[MPa]	30443	2240	1697	1472	530	1582	1254	1665	1487
Vt	[m/s]	2776	1279	1259	1193	1220	1168	1164	1243	1183
Vl	[m/s]	5381	1979	1968	1886	1830	1901	1869	1952	1902
E Pundit®	[MPa]	31788	2225	1710	1307	1104	1816	1634	1846	1746
Poisson ν	-	0,30	0,14	0,15	0,17	0,10	0,20	0,18	0,16	0,18
Fréquence f_r	[Hz]	26599	18390	11983	11140	9527	12488	12090	14223	12034
E Erudite®	[MPa]	28336	1542	981	561	308	1136	840	1083	1047
	Unité	G3 : Répétabilité						G4 : d Hostapur OSB constant		
Eprouvette	-	Kdis140H	Kdis140B	Kdis141H	Kdis141B	Kdis144H	Kdis144B	Kdis74B	Kdis77H	Kdis78B
L	[mm]	55,1	60,8	54,0	60,1	54,4	60,6	75,3	63,6	64,0
ρ	[kg/m ³]	509	550	501	550	490	549	412	538	267
E méca	[MPa]	1150		1567		1777		1112	1669	200
Vt	[m/s]	1226	1214	1225	1223	1190	1207	1230	1241	914
Vl	[m/s]	1925	1987	1902	1989	1875	1941	1910	1956	1604
E Pundit®	[MPa]	1775	1947	1722	1968	1614	1893	1429	1929	563
Poisson ν	-	0,16	0,20	0,15	0,20	0,16	0,19	0,15	0,16	0,26
Fréquence f_r	[Hz]	12428	12476	12817	11615	13128	12377	10427	12133	8663
E Erudite®	[MPa]	955	1265	961	1111	999	1233	1016	1281	329
	Unité	G5 : Dosage CTAB constant								
Eprouvette	-	Kdis84B	Kdis84H*	Kdis85B	Kdis85H*	Kdis86H*	Kdis87B	Kdis88B		
L	[mm]	66,2	56,2	56,1	70,0	76,0	62,6	62,5		
ρ	[MPa]	1585	1585	1471	1471	1081	426	326		
E méca	[m/s]	1196	1216	1159	1184	1106	1002	930		
Vt	[m/s]	2023	1892	1908	1923	1858	1707	1632		
Vl	[MPa]	2056	1839	1646	1543	1142	773	582		
E Pundit®	-	0,23	0,15	0,21	0,19	0,23	0,24	0,26		
Poisson ν	[Hz]	12360	13185	124223	11118	9920	10010	9415		
Fréquence f_r	[MPa]	1560	1189	985	1116	866	490	370		

Annexe C.3 : Essais acoustiques sur matériaux denses

Des essais sur matériaux denses ont été menés au laboratoire par Van-Nguyen Pham [149] afin de comparer les résultats donnés par les deux appareils (Pundit® et Erudite®) aux valeurs du module d'Young mécanique. Une première série est réalisée sur des bétons normaux. Les modules d'Young de ces éprouvettes sont obtenus par un essai de compression en instrumentant l'éprouvette à l'aide d'une cage métallique permettant la mise en place de trois capteurs de déplacement. Les données de ces essais sont fournies dans le Tableau C. 19 ci-dessous :

Tableau C. 19. Essais acoustiques, résultats des essais

	Béton						
	Béton 1	Béton 2	Béton 3	Béton 4	Béton 5	Béton 6	Béton 7
Longueur [mm]	320	306	290	307	280	275	308
ρ [kg/m ³]	2329	2329	2348	2354	1184	1165	1177
Vt [m/s]	2413	2359	2453	2414	1701	1661	1715
Vl [m/s]	4678	4500	4495	4417	3378	3372	3310
E Pundit® [MPa]	35779	33982	36408	35308	9110	8610	9116
Fréquence f_r [Hz]	6001	6427	6730	6432	4929	5069	4475
E Erudite® [MPa]	34359	36037	35657	36721	9017	9023	8916
E méca [MPa]	30768	31612	31363	31962	9555	9687	9774
Vt / Vl	0,516	0,524	0,546	0,546	0,504	0,492	0,518

	Matériaux divers					
	Fer 1	Fer 2	Fer 3	Aluminium	Béton prisme 1	Béton prisme 2
Longueur [mm]	319	420	122	129	280	281
ρ [kg/m ³]	7686	7708	7783	2780	1993	2017
Vt [m/s]	3127	3165	3188	3139	2141	2137
Vl [m/s]	5606	5607	5692	5620	3480	3479
E Pundit® [MPa]	191559	195547	201194	69752	21846	22051
Fréquence f_r [Hz]	8149	6190	21320	19700	5947	5970
E Erudite® [MPa]	207746	208396	209939	71476	22109	22704
E biblio [MPa]	196000	196000	196000	69000	20000 - 50000	20000 - 50000
Vt / Vl	0,558	0,564	0,560	0,559	0,615	0,614

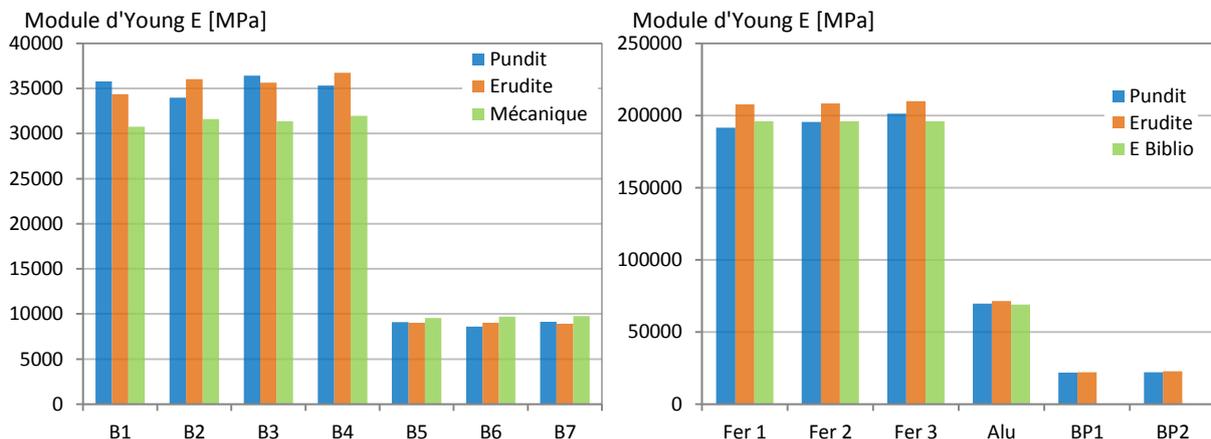
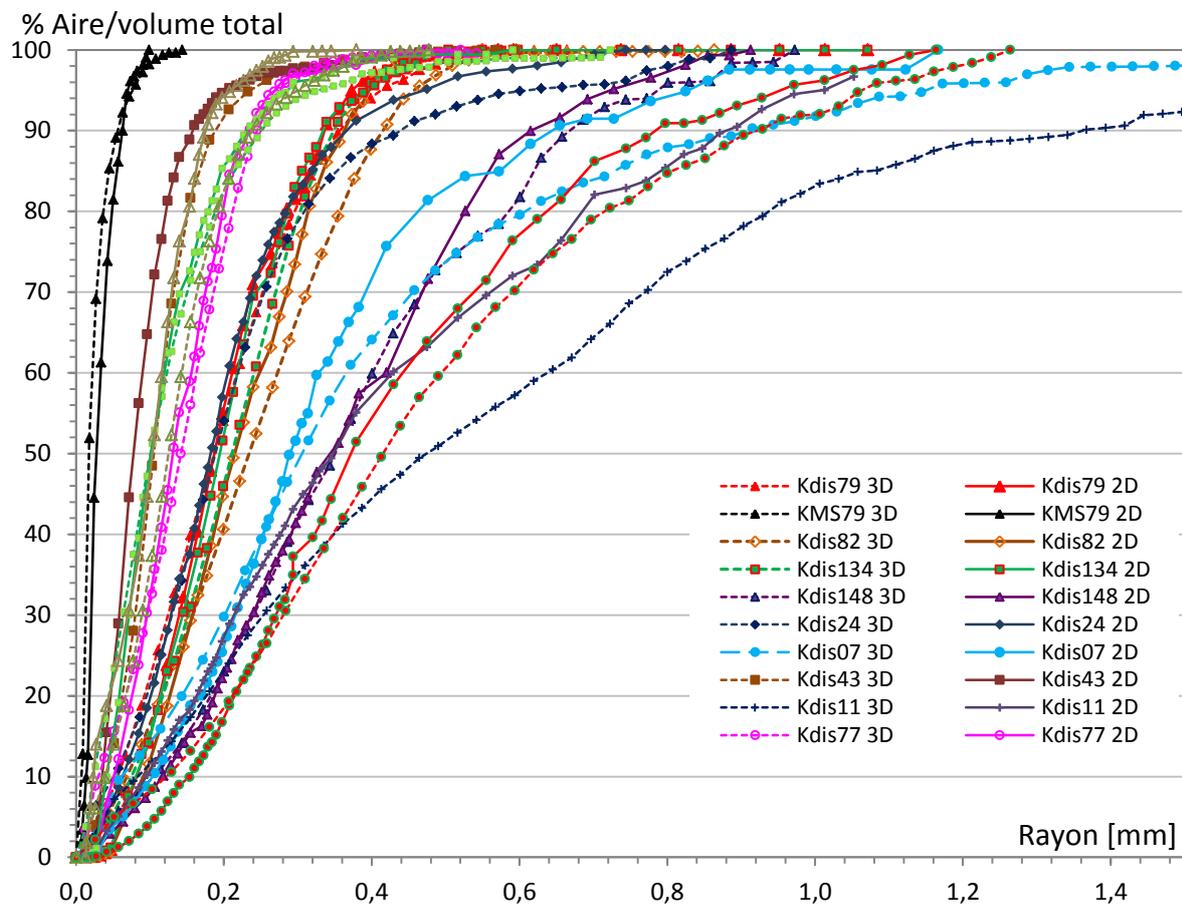


Figure C. 58. Comparaison des modules d'Young acoustiques aux au module d'Young mécaniques issus d'essai mesurés expérimentalement (gauche) et trouvés dans la littérature.

La Figure C. 58 présente les résultats obtenus et indique que les deux méthodes acoustiques fournis des modules dynamiques proches des modules d'Young mécaniques mesurés ou trouvés dans la littérature. Ces essais permettent de valider les deux méthodes acoustiques sur les matériaux denses. Pour plus de détails, rapport de master de Van-Nguyen Pham [149].

Annexe D.1 : Comparaison des distributions alvéolaires surfaciques et volumiques



AVIS DU JURY SUR LA REPRODUCTION DE LA THESE SOUTENUE

Titre de la thèse:

Synthèse et propriétés de mousses minérales

Nom Prénom de l'auteur : SAMSON GABRIEL

Membres du jury :

- Monsieur LANOS Christophe
- Madame PHELIPOT-MARDELÉ Annabelle
- Madame ROSSIGNOL Sylvie
- Monsieur CYR Martin
- Monsieur OVARLEZ Guillaume
- Madame BEAUCOUR Anne-Lise

Président du jury : *Sylvie ROSSIGNOL*

Date de la soutenance : 09 Juin 2015

Reproduction de la these soutenue

Thèse pouvant être reproduite en l'état

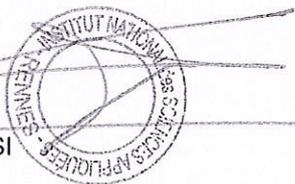
Thèse pouvant être reproduite après corrections suggérées

Fait à Rennes, le 09 Juin 2015

Signature du président de jury

Le Directeur,

M'hamed DRISSI



Résumé

Abstract

Les mousses minérales sont des matériaux alvéolaires utilisables en isolation thermique répartie. L'objectif de ces travaux de recherche est de développer, à partir d'une suspension très concentrée de liants hydrauliques, des mousses légères présentant de bonnes performances mécaniques et thermiques.

L'introduction de tensioactif est nécessaire à la formation des mousses minérales. Six molécules tensioactives sont sélectionnées dans cette étude. Leurs capacités à réduire la tension de surface et à stabiliser une mousse aqueuse sont évaluées. Deux groupes de tensioactifs sont distingués sur la base de différents critères : tension de surface, CMC, stabilité de la mousse.

Les suspensions minérales concentrées sont des fluides à seuil. L'étude du comportement de bulles formées dans de tels fluides est réalisée à l'aide d'un fluide à seuil modèle transparent, le Carbopol®, et d'un système d'injection à pression contrôlée. Le seuil de mise en écoulement affecte les conditions de formation, de croissance, de stabilité et d'évolution de la forme des bulles en modifiant la distribution des pressions au voisinage de la bulle. L'étude permet de proposer une équation de Laplace modifiée prenant en compte l'influence de la sphéricité et du seuil de cisaillement. L'introduction du tensioactif affecte les conditions de contact entre bulles et permet de contrôler le risque de coalescence. En cas de rupture de membrane, la présence du seuil de cisaillement conduit à une géométrie particulière des bulles coalescées.

Les liants minéraux choisis sont un sulfate de calcium anhydre particulièrement réactif, un ciment Portland et un ciment prompt. La formulation des suspensions découle d'un critère de fluidité. La pâte fraîche est caractérisée par un seuil de cisaillement faible. Sa masse volumique apparente dépend de la nature et du dosage en tensioactif. Les mousses minérales sont générées à partir d'une composition identique. Deux méthodes de moussage traditionnelles : malaxage simple et mousse préformée et une méthode alternative : la méthode dissociée, sont exploitées. Les meilleures performances thermomécaniques des mousses durcies sont obtenues avec la méthode dissociée, méthode spécifique au laboratoire et peu énergivore. Un groupe de tensioactifs permet d'obtenir des mousses peu denses satisfaisant simultanément aux critères de performances thermomécaniques fixés. Pour ces tensioactifs, un dosage caractéristique est identifié permettant une optimisation des performances mécaniques. Des visualisations réalisées au MEB révèlent des modifications sensibles de la structure cristalline fonction du tensioactif employé et de son dosage.

Les structures les plus fines et homogènes sont les plus résistantes. Les performances des mousses et leur structure porale sont donc liées. Pour analyser quantitativement la structure porale, les distributions alvéolaires surfaciques sont construites puis comparées aux distributions alvéolaires volumiques obtenues par tomographie. Une méthode analytique de passage 2D/3D est créée en s'appuyant sur les principes de la stéréologie. Un coefficient de correction est proposé pour tenir compte de la représentativité de la surface étudiée.

La maîtrise de toutes les étapes de fabrication des mousses minérales ainsi que la compréhension des phénomènes physiques intervenant tout au long de la production d'une mousse (de la suspension minérale jusqu'à la mousse durcie) permettent d'obtenir des produits satisfaisant les objectifs fixés : légèreté, isolation et caractère porteur.

Mineral foams are cellular materials usable as thermal insulation solution. The purpose of these PhD researches is to develop lightweight foams with good thermal and mechanical performances realized from highly concentrated mineral suspension.

Surfactant addition is required for foaming. Six surfactants molecules are selected. Their abilities to reduce surface tension and to stabilize aqueous foam are evaluated. Two surfactants groups are detected based on different criteria: surface tension, CMC and aqueous foam stability.

Concentrated mineral suspensions are yield stress fluids. The study of bubbles behavior in such fluids is performed with a transparent yield stress fluid, Carbopol® and an injection device with controlled pressure. Yield stress impacts bubbles creation, growth, stability and shape by changing local pressure distribution in the fluid nearby bubble. The study proposes a revised Laplace law depending on yield stress and bubble sphericity. Contact conditions between bubbles are influenced by surfactant addition allowing to control coalescence phenomena. In case of inter-bubbles membrane breakage, presence of yield stress leads to particular geometry of the coalesced bubbles.

Mineral binders selected are a highly reactive anhydrous calcium sulfate, ordinary Portland and prompt cements. Mineral suspension formulations arise from expected fluidity criterion. Fresh paste is characterized by a low yield stress. Its bulk density depends on surfactant nature and content. Mineral foams are created with same composition. Two traditional foaming methods: mix-foaming and pre-foaming and an alternative one, the dissociated method are employed. Best thermo-mechanical performances are achieved with the dissociated method, a specific method of the laboratory. A surfactant group leads to lightweight foams which simultaneously fulfills both thermal and mechanical targeted objectives. For these surfactants a characteristic content is found leading to optimized mechanical performances. Visualizations performed with SEM reveal sensitive crystalline structure modifications depending on surfactant nature and content.

Thinner and more homogeneous structures are associated with the best mechanical performances which demonstrates the existing link between the porous structure and mineral foams mechanical performances. To quantitatively evaluate porous structure, surface bubble-size distributions are built and then compared to volume bubble-size distributions obtained by tomography analysis. An analytic method linking 2D and 3D distributions is created based on stereology principles. A correction coefficient is proposed to take into account the analyzed representative surface.

By controlling all production steps and associated physical phenomena during mineral foams production (from mineral suspension to solid foams), products satisfying all targeted objectives are realized: lightness, insulation and load-bearing ability.