



**HAL**  
open science

# Mousses minérales : développement, structure porale et propriétés d'usages

Nourhan Mortada

► **To cite this version:**

Nourhan Mortada. Mousses minérales : développement, structure porale et propriétés d'usages. Matériaux. Université de Rennes, 2021. Français. NNT : 2021REN1S096 . tel-03649652

**HAL Id: tel-03649652**

**<https://theses.hal.science/tel-03649652>**

Submitted on 22 Apr 2022

**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.

# THESE DE DOCTORAT DE

L'UNIVERSITE DE RENNES 1

ECOLE DOCTORALE N° 602  
*Sciences pour l'Ingénieur*  
Spécialité : « *Génie Civil* »

Par

« **Nourhan MORTADA** »

« **Mousses Minérales : Développement, Structure Porale et Propriétés d'usage** »

Thèse présentée et soutenue à « Rennes », le « 14/12/2021 »

Unité de recherche : LGCGM

Thèse N° :

## Rapporteurs avant soutenance :

Olivier Pitois Directeur de recherche - Laboratoire Navier, Université Gustave-Eiffel

Nadia Saiyouri Professeur - I2M, Université de Bordeaux

## Composition du Jury :

Président : Yannick Mélinge

Examineurs : Arnaud Perrot

Gabriel Samson

Dir. de thèse : Christophe Lanos

Co-enc de thèse : Annabelle Phelipot-Mardelé

Professeur - LRMH et L2MGC, CY Cergy Paris Université

Maître de conférences HdR - IRDL, Université de Bretagne Sud

Maître de conférences – LMDC, INSA Toulouse

Professeur – LGCGM, Université Rennes 1

Maître de conférences – LGCGM, Université Rennes 1



# Remerciements

Vivre ces dernières années a été aussi intense qu'un tour de montagnes russes. J'ai eu ma part de hauts et de bas : les marathons de travail nocturnes, le stress lié au respect des délais, la joie qui accompagne une percée dans la recherche. Certains disent que l'obtention d'un doctorat est un accomplissement personnel, une conséquence directe du nombre d'heures difficiles que l'on a passées à travailler. Quant à moi, j'ai eu la chance d'être associé à des personnes extraordinaires tout au long de ma vie. Je suis intimement persuadé que leurs efforts et leur soutien combinés m'ont propulsé, moi et ma carrière, jusqu'à ce jour. Je leur en serai toujours reconnaissante.

La vie a une étrange façon de se dérouler. Les décisions que l'on prend peuvent, par hasard, présenter des opportunités surprenantes avec le temps. Mon arrivée en France en 2016 était une de ces décisions.

Je suis très reconnaissante envers mes encadrants Christophe LANOS et Annabelle PHELIPOT-MARDELE. Sans leur soutien, leurs encouragements, leur expertise et leurs conseils, ce travail n'aurait jamais pu être achevé. Ce fut un véritable privilège d'être sous leur direction. Tout au long de ces trois années, je suis heureuse d'avoir développée une très belle complicité avec eux. En y repensant, si j'avais eu la possibilité de recommencer mon doctorat, j'aurais certainement choisi le même chemin.

Je remercie tout particulièrement Monsieur Olivier PITOIS et Madame Nadia SAIYOURI de l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de cette thèse et pour leurs commentaires constructifs vis-à-vis des travaux effectués. Je tiens également à remercier Monsieur Yannick MELINGE d'avoir accepté de présider mon jury de thèse ainsi que pour ses remarques avisées. Un grand merci à Messieurs Arnaud PERROT et Gabriel SAMSON d'avoir accepté d'examiner mon travail et pour les discussions fructueuses que nous avons eues lors de ma soutenance de thèse. De même, je suis reconnaissante envers mes collègues au sein du LGCGM : Sana, Naima, Samah, Damien, Lily, Moussa...

Un grand merci à toute l'équipe du département Génie Civil et Construction Durable de l'IUT de Rennes, professeurs, enseignant-chercheurs, enseignants, doctorants, personnels de l'IUT, pour leur accueil, leur présence et leur aide. Merci à Matthieu MACHARD, Tony HAUTECOEUR et Guy BIANEIS, cela a été un vrai plaisir de travailler avec vous.

Où serait-on sans famille ? Avant tout, je suis reconnaissante à Dieu et, bien évidemment, à mes parents Ahmad et Samia; dont leur amour, prières et leurs souhaits m'ont accompagnée depuis le premier jour. Merci du fond du cœur pour tous les sacrifices que vous m'avez. Je remercie aussi mes sœurs Zeinab, Rim et Tima, mon frère Hussein et mes beaux-frères Ali et Ahmad. Ils ont tous été ma source d'encouragement et de motivation constante, qui m'a permis de rester concentrée, et sans laquelle je n'aurais pu atteindre aucun de mes objectifs sérieux.

Cette thèse a été l'occasion de découvrir une nouvelle ville 'Rennes' qui m'a fait rencontrer dès mon arrivée des personnes qui ont marqué cette aventure : Yasser, Nour, Lina, Hanin, Zahraa, Hassan, Marwan, Ali, Ahmad, Kassem, Ibrahim, Bassima, Nour, Noubough, Raghed, Malak, May et Ali.

Merci infiniment à mes amis au Liban: Nour (Ruru), Mohamad, Mahmoud, Hanin, Narjes, Nour, Hassan et Roudaina.





# Table des matières

---

Résumé .....	8
Abstract.....	9
Liste de notations .....	10
Introduction générale.....	12
Problématiques et axes de l'étude .....	13
Chapitre I : Etude bibliographique .....	14
I.1 - Contexte environnemental.....	16
I.2 - Béton léger .....	17
I.2.1. Béton de granulats légers.....	17
I.2.2. Béton mousse et mousses minérales.....	18
I.2.2.1 Moussage chimique.....	18
I.2.2.2 Moussage mécanique .....	18
I.2.3. Les différents types de liant.....	19
I.2.3.1 Liant cimentaire .....	19
I.2.3.2 Le gypse .....	20
I.2.3.3 La chaux .....	21
I.2.3.4 Liant géopolymère .....	22
I.2.4. Les propriétés thermomécaniques des mousses minérales .....	23
I.2.4.1 Propriétés thermiques .....	23
I.2.4.2 Propriétés mécaniques.....	25
I.3 - Les agents moussants.....	27
I.3.1. Les tensioactifs.....	27
I.3.1.1 Tension de surface .....	27
I.3.1.2 Type de tensioactif .....	28
I.3.1.3 Concentration micellaire critique, CMC .....	29
I.3.1.4 Isotherme de tension de surface .....	29
I.3.2. Les protéines .....	30
I.3.2.1 Structure des protéines .....	30
I.3.2.2 Mode d'adsorption .....	31
I.4 - Mousses aqueuses.....	32
I.4.1. Géométrie d'une mousse aqueuse.....	32
I.4.2. Fraction liquide .....	33
I.4.3. Phénomènes d'instabilité des mousses aqueuses.....	33
I.4.3.1 Drainage .....	33
I.4.3.2 Mûrissement .....	34
I.4.3.3 La coalescence.....	34
I.4.4. Effet de Gibbs-Marangoni.....	35

I.5 -	Transcription aux mousses minérales .....	35
I.5.1.	Rhéologie des mousses .....	35
I.6 -	Identification des thématiques de recherche .....	38
I.7 -	Références .....	39
Chapitre II :	Caractérisation des mousses aqueuses et minérales en frais .....	46
II.1 -	Introduction .....	48
II.2 -	Matériaux .....	49
II.2.1.	Liants utilisés .....	49
II.2.1.1	Le plâtre .....	49
II.2.1.2	La Chaux .....	49
II.2.2.	Adjuvants .....	50
II.2.3.	Agents moussants .....	50
II.3 -	Méthodes .....	51
II.3.1.	Tensiomètre : Tension de surface, CMC .....	51
II.3.2.	Pouvoir moussant et structure porale : Analyseur de mousses DFA100.....	52
II.3.3.	Méthode de moussage .....	54
II.3.3.1	Méthode par moussage direct : DF .....	54
II.3.3.2	Méthode par pré-moussage : PF .....	55
II.3.4.	Rhéométrie .....	55
II.3.4.1	Rhéomètre Kinexus .....	55
II.3.4.2	Rhéomètre Brookfield .....	56
II.3.4.3	Protocoles de mesure.....	56
II.3.5.	Formulation et production des échantillons de mousses minérales.....	58
II.3.6.	Masse volumique de pâte et des mousses minérales.....	59
II.3.7.	Porosité.....	59
II.4 -	Les mousses aqueuses .....	59
II.4.1.	Tension de surface, CMC .....	59
II.4.2.	Moussabilité et stabilité des mousses aqueuses .....	61
II.4.2.1	Pouvoir moussant .....	61
II.4.2.2	Stabilité des mousses : Calcul de $t_{dev}$ .....	63
II.4.2.3	Fraction volumique $V_{eau}/V_{mousse}$ .....	64
II.4.3.	Pouvoir moussant des protéines .....	64
II.4.4.	Structure porale des mousses aqueuses .....	65
II.4.4.1	Méthode d'interprétation des visualisations .....	65
II.4.4.2	Répétabilité de la mesure .....	66
II.4.4.3	Cas de l'OSB : effet du dosage en tensioactif .....	67
II.4.4.4	Effet de la nature du tensioactif, à la CMC .....	68
II.4.4.5	Confrontation entre OSB et protéines .....	70
II.4.5.	Rhéologie des mousses aqueuses.....	73
II.5 -	Mousse de gypse à l'état frais .....	74

II.5.1.	Masse volumique apparente .....	74
II.6 -	Mousse de chaux à l'état frais .....	76
II.6.1.	Masse volumique apparente .....	76
II.7 -	Rhéologie des mousses minérales .....	77
II.7.1.	Pâte de gypse .....	77
II.7.2.	Comparaison des mesures rhéologiques Kinexus-Brookfield.....	79
II.7.3.	Les mousses minérales de gypse .....	79
II.7.3.1	Influence du temps de malaxage.....	79
II.7.3.2	Influence du dosage en tensioactif .....	80
II.7.3.3	Influence du taux de gâchage .....	82
II.7.3.4	Cas de mousses PFAB .....	83
II.7.4.	Vers un modèle d'homogénéisation .....	84
II.8 -	Lien entre mousses minérales et mousses aqueuses .....	85
II.8.1.	Modèle de mousse minérale .....	85
II.8.2.	Notion de démixion .....	88
II.9 -	Conclusions .....	90
II.10 -	Références .....	91
Chapitre III :	Propriétés d'usage des mousses minérales .....	92
III.1 -	Introduction .....	94
III.2 -	Méthodes de caractérisation .....	94
III.2.1.	Préparation des échantillons .....	94
III.2.2.	Masse volumique.....	94
III.2.3.	Porosité.....	95
III.3 -	Caractérisation hygrothermique .....	95
III.3.1.	Conductivité thermique .....	95
III.3.2.	Valeur Tampon Hygrique (MBV : Moisture Buffer Value).....	96
III.4 -	Caractérisation mécanique .....	97
III.4.1.	Résistance à la compression.....	98
III.4.1.1	Correction de la mesure : essai à vide .....	98
III.4.2.	Module acoustique .....	100
III.5 -	Perméabilité à l'air des mousses.....	101
III.5.1.	Perméabilité apparente au gaz.....	101
III.5.1.1	Protocole de la mesure.....	101
III.5.1.2	Vérification de la nature d'écoulement .....	102
III.6 -	Analyse des résultats : Mousse de Gypse .....	104
III.6.1.	Caractérisation physique .....	104
III.6.1.1	Influence du temps de malaxage.....	104
III.6.1.2	Influence du dosage en tensioactif et du rapport E/L .....	106
III.6.2.	Morphologie de la mousse .....	107
III.6.2.1	Influence du temps de malaxage.....	107

III.6.2.2	Influence du dosage en tensioactif et du rapport E/L .....	109
III.6.3.	Performance thermique .....	113
III.6.3.1	Influence du temps de malaxage.....	114
III.6.3.2	Influence du dosage en tensioactif et du rapport E/L .....	116
III.6.4.	Performance mécanique .....	117
III.6.4.1	Influence du temps de malaxage.....	117
III.6.4.2	Influence du dosage en tensioactif et du rapport E/L .....	119
III.6.4.3	Modules acoustique et mécanique .....	121
III.6.5.	Performance hygrique des mousses de gypse .....	125
III.6.5.1	Contribution des porosités .....	127
III.6.6.	Perméabilité à la vapeur d'eau par simulation numérique .....	130
III.6.7.	Perméabilité à l'air .....	134
III.7 -	Analyse des résultats : Mousse de Chaux .....	134
III.7.1.	Performance thermique .....	135
III.7.2.	Performance mécanique .....	135
III.7.3.	Performance hygrique .....	135
III.8 -	Discussion et synthèse .....	138
III.9 -	Références .....	145
Chapitre IV :	Structure porale .....	148
IV.1 -	Introduction .....	150
IV.2 -	Structure des pores analysée par visualisation MEB .....	151
IV.3 -	Analyse de la structure des pores des mousses de gypse .....	152
IV.3.1.	Echantillons étudiés.....	152
IV.3.2.	Technique d'analyse.....	152
IV.3.3.	Numérisation et traitement de maillage .....	153
IV.3.4.	Distribution alvéolaire .....	154
IV.3.4.1	Influence du temps de malaxage.....	155
IV.3.4.2	Influence du dosage en tensioactif .....	158
IV.3.4.3	Influence du taux de gâchage .....	162
IV.4 -	Ajustement d'un modèle de perméabilité .....	164
IV.5 -	Comparaison des structures porales des mousses aqueuses et minérales .....	167
IV.5.1.	Comparaison des rayons.....	168
IV.5.2.	Influence du dosage en tensioactif et taux de gâchage .....	168
IV.5.3.	Influence du temps de malaxage.....	169
IV.6 -	Conclusions .....	171
IV.7 -	Références .....	172
Conclusion générale	.....	174
Annexe 1.....	.....	178

## Résumé

---

Les mousses minérales constituent une alternative intéressante pour obtenir des produits constructifs allégés et isolants. Cinq tensioactifs (synthétiques et protéiniques) sont sélectionnés pour cette étude. Leur capacité à réduire la tension de surface et à produire des mousses aqueuses stables est évaluée. Une classification des tensioactifs est proposée. Des mousses minérales à base de gypse et de chaux sont alors produites par moussage direct ou par pré-moussage en faisant varier le temps de malaxage, le type de tensioactif, son dosage et le taux de gâchage. Considérer une mousse minérale comme un mélange d'une mousse aqueuse et d'une suspension concentrée permet d'interpréter les pertes de stabilité constatées ainsi que les réponses rhéologiques des mousses à l'état frais. Ces mousses sont caractérisées à l'état durci en distinguant les contributions des porosités associées aux bulles et à la matrice. Les performances thermiques, mécaniques, hygriques et les perméabilités à l'air et à la vapeur d'eau des mousses sont évaluées. Les interactions entre la formulation, les conditions de moussage et les propriétés d'usage des mousses sont discutées. Pour compléter l'analyse, les structures porales des mousses minérales sont confrontées à celles des mousses aqueuses. Les différents résultats obtenus permettent d'identifier les meilleurs compromis de production au regard de performances ciblées.

**Mots clés :** Mousse aqueuse, Mousse minérale, Tensioactif, Rhéologie, Propriétés d'usage, Structure porale.

## Abstract

---

Mineral foams represent an interesting alternative for obtaining lightweight and insulating construction materials. Five surfactants (synthetic and protein-based) are selected for this study. Their ability to reduce surface tension and to produce stable aqueous foams is evaluated. A classification of surfactants is proposed. Mineral foams based on gypsum and lime are then produced by direct foaming or by pre-foaming by varying the mixing time, the type of surfactant, its dosage and the mixing ratio. Considering a mineral foam as a mixture of an aqueous foam and a concentrated suspension allows the interpretation of the stability lost and the rheological responses of the foams in the fresh state. These foams are characterized in the cured state by determining the contributions of the porosities associated to the bubbles and the matrix. The thermal, mechanical, hygric performances and the air and water vapor permeabilities of the foams are evaluated. The interactions between formulation, foaming conditions and the usage properties of the foams are discussed. To complete the analysis, the poral structures of mineral foams are compared with those of aqueous foams. The different results obtained allow the identification of the best production compromises with respect to targeted performance.

**Keywords :** Aqueous foam, Mineral foam, Surfactant, Rheology, Use properties, Poral structure.

## Liste de notations

Symbole	Unité	Nomenclature
$\nu$		Coefficient de Poisson
PI		Coefficient de polydispersité
CU		Coefficient d'uniformité
CMC	mg/l ou %	Concentration micellaire critique
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$	W/(m.K)	Conductivité thermique à l'état humide (23°C, 50% HR)
$\lambda_{\text{sec}}$	W/(m.K)	Conductivité thermique à l'état sec (23°C, 0% HR)
$m$		Constante des modèles rhéologiques
$\sigma$	Pa	Contrainte de cisaillement
$\sigma_c$	MPa	Contrainte de compression
$\sigma_i$		Contrainte de mise en écoulement de la phase continue
$\sigma_m$	Pa	Contrainte de seuil d'écoulement de la mousse minérale
$\sigma'_m$	Pa	Contrainte de seuil d'écoulement de la mousse aqueuse
$\sigma_0$	Pa	Contrainte de seuil d'écoulement de la pâte
$\sigma_{\text{Brookfield}}$	Pa	Contrainte de seuil d'écoulement mesuré avec le rhéomètre Brookfield
$\sigma_{\text{Kinexus}}$	Pa	Contrainte de seuil d'écoulement mesuré avec le rhéomètre Kinexus
Q	m <sup>3</sup> /s	Débit du fluide passant dans le matériau
$\epsilon$	mm/mm	Déformation
$d_{\text{presse}}$	mm	Déplacement de la presse lors des essais mécaniques
$d_0$ ou $d_c$	m	Diamètre des ouvertures
$D_p$	m	Diamètre des pores
D	%	Dosage en tensioactif (exprimé en pourcentage de la masse d'eau)
$\Phi_{\text{max}}$		Fraction volumique de packing dans la pâte
$\Phi_{\text{lim}}$		Fraction volumique de packing des occlusions rigides
$\varphi$		Fraction volumique des occlusions rigides
$\Phi_s^*$		Fraction volumique solide critique
$\Phi_s$		Fraction volumique solide
$\varphi_p$		Fraction volumique solide dans la pâte
$H_M$	mm	Hauteur de la mousse créée
$H_L$	mm	Hauteur du liquide
$H_{\text{Totale}}$ ou $H_T$	mm	Hauteur totale (= $H_M + H_L$ )
L	m	Hauteur de l'échantillon
HR	%	Humidité relative
$P_0$	Pa	Pression à laquelle le débit passant est mesuré (dans cette étude $P_0=P_1$ )
$P_1$	Pa	Pression de sortie
$P_2$	Pa	Pression d'entrée
$\rho_{\text{fraîche}}$	kg/m <sup>3</sup>	Masse volumique apparente des mousses à l'état frais
$\rho_{\text{app}}$ ou $\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$	kg/m <sup>3</sup>	Masse volumique apparente durcie à 23°C et 50% HR
$\rho_{\text{sec}}$	kg/m <sup>3</sup>	Masse volumique apparente durcie à 23°C et 0% HR
$\rho_{\text{air}}$	kg/m <sup>3</sup>	Masse volumique de l'air
$\rho_r$	kg/m <sup>3</sup>	Masse volumique réelle de la matrice



$E_{\text{acoustique}}$	MPa	Module acoustique
$E_{\text{apparent}}$	MPa	Module apparent
$E_{\text{mécanique}}$	MPa	Module mécanique
$R_e$		Nombre de Reynolds
$\lambda$		Paramètre de confinement
$\delta\rho$	kg/(m.s.Pa)	Perméabilité à la vapeur d'eau
$k_a$	m <sup>2</sup>	Perméabilité apparente
$k_{\text{int}}$	m <sup>2</sup>	Perméabilité intrinsèque
$\rho_M$		Porosité de la matrice
$\rho_{MA}$		Porosité de la mousse aqueuse
$\rho_V$		Porosité des vides (= bulles d'air uniquement)
$\rho_T$		Porosité totale
$r_{10}$	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
$r_{32}$	mm ou $\mu\text{m}$	Rayon de Sauter
$r_{\text{moyen}}$	mm ou $\mu\text{m}$	Rayon moyen
$R_c$	MPa	Résistance à la compression
$S$	m <sup>2</sup>	Surface de l'échantillon
$E/L$		Taux de gâchage
$t_0$	s	Temps de la fin de bullage
$t_{\text{dev}}$	s	Temps de déviation
$t_{\text{tr}}$	s	Temps de transition
$t_{50\%}$	s	Temps de demi-vie des mousses aqueuses
$t_{\text{stab}}$	s	Temps de stabilisation ( $t_0+20$ secondes)
$w_{\text{GAB}}$	%	Teneur en eau massique estimée avec le modèle de GAB
$w$	%	Teneur en eau massique expérimentale
$\Delta m$	kg/m <sup>2</sup>	Teneur en eau massique/surfacique à l'amplitude du premier cycle de MBV
$w_m$	%	Teneur en eau monomoléculaire
$W$	kg/m <sup>3</sup>	Teneur en eau volumique
$\gamma$	mN/m	Tension de la surface
$\tau$		Tortuosité moyenne de la structure porale
MBV	g/(m <sup>2</sup> .%HR)	Valeur tampon hygrique
$\mu$	Pa.s	Viscosité de l'air
$\eta_p$	Pa.s	Viscosité plastique de la pâte
$\dot{\gamma}$	s <sup>-1</sup>	Vitesse de cisaillement
$V_l$	m/s	Vitesse de propagation longitudinale
$V$	m/s	Vitesse inertielle du gaz dans le matériau
$V_{EP}$	ml	Volume d'eau restant dans la matrice après la formation de la mousse
$V_{\text{eau}}$	ml	Volume d'eau dans la mousse aqueuse
$V_{\text{mousse}}$	ml	Volume de la mousse aqueuse
$V_p$	m <sup>3</sup>	Volume des pores calculé à partir de $D_p$
$V_L$	ml	Volume du liant

## Introduction générale

---

Le secteur du bâtiment est responsable de plus de 40% de la consommation énergétique mondiale [1]–[3]. Ce secteur est le plus grand consommateur d'énergie en France, représentant 46% de la consommation énergétique en 2016 dont plus de 50% est utilisé pour le chauffage et le refroidissement des locaux. Cette consommation est plus importante que celle de secteur du transport et l'industrie représentant respectivement 32% et 18%. Les pertes d'énergie à travers les murs des bâtiments restent la principale cause de cette forte consommation d'énergie [4]. La réduction de l'impact environnemental du secteur du bâtiment est ainsi devenue un point primordial du développement durable. Dans ce cadre, la France s'engage à diminuer la consommation énergétique du secteur du bâtiment et lutter contre le changement climatique par le biais de plusieurs réglementations : Négawatt, HQE, RT 2012 et RE 2020.

Le secteur du bâtiment est également responsable de 33% des émissions mondiales de gaz à effet de serre chaque année [5]. Environ 574 Mt (millions de tonnes) d'émissions industrielles ont été rapportées en 2015 par le système d'échange de quotas d'émission de l'Union européenne [6]. Une réduction d'au moins 40% est donc recherchée d'ici 2030 et de 80 à 95% d'ici 2050, ce qui conduirait à une neutralité carbone par rapport à 1990 [7]. Par ailleurs, la production des granulats en France est en croissance continue. Cette croissance est à mettre en parallèle avec la forte demande en logements et en infrastructures, liée à l'augmentation de la population (plus 16 millions en 50 ans) et au renouvellement des constructions. Les granulats restent indispensables à la fabrication du béton qui est actuellement le matériau le plus utilisé pour la construction des ouvrages. En 2018, 353 Mt de granulats [8] ont été produits pour répondre aux besoins, 42% étant utilisés pour la production du béton [9]

Le secteur du bâtiment doit optimiser les performances énergétiques de ses constructions et mettre en avant de nouveaux matériaux respectant les réglementations en termes d'impact environnemental et de confort des habitants. Dans cette perspective, l'innovation en termes de matériaux isolants et autoporteurs constitue un enjeu important. La recherche actuelle porte notamment sur les composites biosourcés et le béton léger. Ces matériaux présentent en effet un double intérêt quant aux performances d'isolation thermique et leur faible émission de carbone, tout en limitant le recours à des ressources minérales naturelles telles que les granulats. Différentes études ont été menées sur ces matériaux afin de déterminer leurs caractéristiques physiques, mécaniques et thermiques. Le béton léger est entre autres obtenu par insertion de bulles d'air dans sa matrice minérale ou par la substitution des granulats par d'autres granulats légers, recyclés ou traités. La forte porosité de ce type de matériau permet également d'atteindre des performances hygriques intéressantes. Ces dernières semblent directement influencées par la porosité, le caractère hygroscopique du matériau [10] et la connectivité des pores. La production de matériaux isolants thermiques, autoportant ayant une capacité suffisante à réguler l'humidité relative de l'air ambiant est un défi, sachant que l'humidité relative intérieure est un élément clé qui affecte la qualité de l'air, le confort thermique et l'efficacité du travail des occupants [11].

## Problématiques et axes de l'étude

L'étude réalisée dans cette thèse s'inscrit dans les enjeux écologique et économique déjà mentionnés, son objectif est d'élaborer des bétons mousses à base de deux matrices différentes. Les conditions de moussage ou la formulation sont changées pendant la phase de production afin d'obtenir une diversité de masse volumique ainsi que de morphologies. Les propriétés d'usages de ces mousses sont également étudiées en cherchant à les relier à leurs propriétés morphologiques.

Le chapitre I de ce mémoire permet de dresser un état de l'art vis-à-vis des bétons légers, notamment les bétons mousses. Le cas des bétons mousses qui peuvent être produits selon deux méthodes : moussage chimique et moussage mécanique, est particulièrement détaillé. Cette première partie du chapitre permet de présenter les études sur cette famille de matériaux obtenus à partir de différents liants minéraux, additifs et tensioactifs, réalisées dans la littérature. L'effet des différents paramètres de formulation ou de moussage sur les propriétés physiques et thermomécaniques des bétons mousses est présenté dans cette première partie. Afin de mieux comprendre les mécanismes conduisant à la formation d'une mousse minérale, nous nous intéressons, dans un second temps, aux travaux présentés dans la littérature, visant à comprendre la structure et le comportement de simples mousses aqueuses obtenues par le mélange d'eau et de tensioactifs. La structure et le rôle des tensioactifs synthétiques ou protéiniques sont présentés. Ces mousses aqueuses, considérées instables, voient leur structure se détériorer facilement en raison de plusieurs phénomènes tels que le drainage, le mûrissement et la coalescence en raison de la rupture des films d'eau entre bulles. Ces phénomènes sont décrits. Cette synthèse bibliographique permet de mettre en évidence deux problématiques clés :

- Comment comprendre, à l'état frais la structure et la stabilité des mousses minérales au regard des propriétés des mousses aqueuses.
- Comment concevoir une mousse minérale, présentant à l'état durci un compromis entre ses propriétés structurelles et ses propriétés hygrothermiques.

Pour ce faire, cette étude s'articule sur trois axes principaux :

Le chapitre II présente une étude expérimentale portant sur les mousses aqueuses et minérales à l'état frais. La capacité de différents tensioactifs synthétiques et protéiniques à diminuer la tension de surface est étudiée. Le pouvoir moussant de ces tensioactifs et leur effet sur la stabilité et la structure porale des mousses aqueuses sont également évalués. Quelques mesures de rhéologie sur mousses aqueuses complètent l'étude. Sur la base de ces analyses, un choix de tensioactifs est effectué afin de produire des mousses minérales par moussage mécanique. Les différentes formulations reposant sur l'exploitation de deux matrices minérales (du gypse et de la chaux) ainsi que les méthodes de moussage appliquées sont présentées. La caractérisation de ces mousses à l'état frais (densité et rhéologie) conduit à proposer un lien entre les mousses aqueuses et minérales.

Le chapitre III se focalise sur l'étude des propriétés d'usages des mousses minérales durcies. Les méthodes de caractérisations sont tout d'abord présentées. Les propriétés physiques, thermiques, mécaniques, et hygriques de différentes formulations sont ensuite évaluées. Ces résultats permettent d'évaluer l'influence du type et du dosage en tensioactif, du temps de malaxage et du taux de gâchage. Sur une sélection de mousses produites, des simulations numériques de leurs performances hygriques durant une étape de sorption sont ajustées sur les résultats expérimentaux. Ceci permet d'évaluer les valeurs de la perméabilité à la vapeur d'eau des mousses minérales étudiées. Les valeurs de la perméabilité au gaz sont également mesurées. Des visualisations au MEB permettent d'avoir une première caractérisation de la structure porale des mousses et d'évaluer l'effet des différents paramètres de réalisation. A l'issue de ces résultats, les formulations présentant les meilleures performances sont mises en évidence.

Le chapitre IV correspond à la caractérisation de la structure porale des mousses minérales durcies. Cette structure est identifiée en mettant en place un protocole de numérisation à l'aide d'un scanner 3D. Une analyse des images scannées et traitées permet d'accéder aux distributions alvéolaires des mousses minérales et de calculer des paramètres géométriques représentatifs de la structure porale. En alimentant des modèles issus de la littérature avec les valeurs de la perméabilité intrinsèque, une estimation des diamètres des ouvertures et des pores est proposée. Le lien entre la structure porale des mousses aqueuses et des mousses minérales peut ainsi être discuté.

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

## Sommaire

---

I.1 - Contexte environnemental.....	16
I.2 - Béton léger .....	17
I.3 - Les agents moussants.....	27
I.4 - Mousses aqueuses.....	32
I.5 - Transcription aux mousses minérales .....	35
I.6 - Identification des thématiques de recherche.....	38
I.7 - Références .....	39

---



## I.1 - Contexte environnemental

Le développement durable se définit dans le rapport Brundtland en 1987 [12] par : « ...un mode de développement qui répond aux besoins des générations du présent sans compromettre la capacité des générations futures à répondre aux leurs ». Pour y répondre, des réglementations ont été mises en place au cours des 30 dernières années. La première réglementation a été établie en 1974 suite à l'augmentation brusque des prix de l'énergie, induite par le choc pétrolier de 1973. Elle envisageait d'ajouter systématiquement une couche d'isolation lors de la construction des bâtiments et d'installer un système de régulation du chauffage [13]. Ces modifications sont indispensables si l'on veut maintenir la température dans les bâtiments tout en limitant la consommation d'énergie. L'objectif de cette isolation thermique est de diminuer les pertes thermiques au travers des parois (Figure I.1). Les réglementations ont ensuite évolué pour arriver à la réglementation thermique RT2012 qui a les mêmes objectifs, auxquels s'ajoutent le traitement des ponts thermiques et le contrôle de la perméabilité à l'air des bâtiments. L'objectif visé est une consommation d'énergie maximale de 50 kWh/m<sup>2</sup>/an, le bâtiment est alors considéré comme un bâtiment à basse consommation. Elle prévoit une gestion énergétique améliorée en valorisant la conception bioclimatique, tout en limitant les besoins en chauffage.

Actuellement, la France lutte contre le changement climatique en valorisant les bâtiments à énergie positive, ainsi que les bâtiments à faible empreinte carbone (de la conception à la démolition). Ce dernier point est imposé par le nouveau Label E+C- «Bâtiments à Energie Positive et Réduction Carbone» de la réglementation thermique RT2020 [14]. Il est donc attendu que cette réglementation prenne en considération la production d'énergie et l'empreinte environnementale des bâtiments au cours de leur cycle de vie. Les matériaux légers et biosourcés sont en mesure de répondre à ces critères, notamment dans le cas de l'isolation.

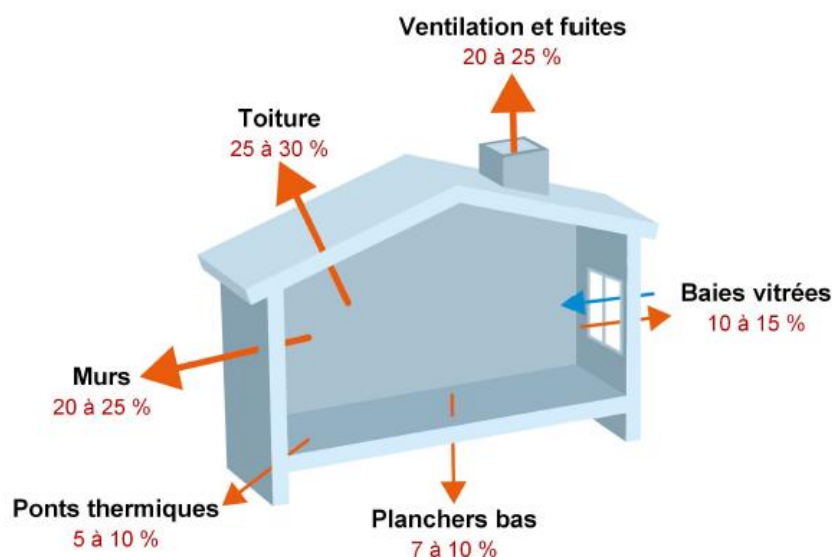


Figure I.1 : Pertes thermiques pour des logements construits avant 1974 [15].

En France, le secteur des bâtiments résidentiels et commerciaux est responsable de la production de 35% des déchets et de l'émission de 25% de gaz à effet de serre (GES) dont 5 à 8 % correspondent au CO<sub>2</sub> généré lors de la fabrication du ciment Portland [16]. Le béton de ciment Portland est le matériau le plus couramment utilisé dans le monde en raison de son faible coût, sa disponibilité, ses performances mécaniques, sa durabilité et sa résistance au feu. Le ciment est obtenu par calcination du clinker à très haute température, environ 1400°C. Le clinker est constitué de calcaires et d'argile. Ce liant génère une importante consommation d'énergie de 3,8 GJ/tonne de clinker [17] ainsi qu'une forte émission de gaz à effet de serre suite à la réaction de carbonatation et de la combustion des combustibles fossiles (0,656 tonne de CO<sub>2</sub>/tonne de ciment en 2016 [18]).

Il est également intéressant de constater que l'énergie électrique consommée pour la production du ciment est majoritairement liée aux étapes de broyage (en cru et en cuit) comme le montre bien la Figure I.2 sur laquelle la répartition de la demande d'électricité dans la production industrielle de ciment en 2013 est présentée. Dans l'esprit de réduire l'impact environnemental et valoriser différents déchets et sous-produits industriels, la teneur en clinker dans un ciment peut être réduite, en utilisant du laitier

de haut fourneau, des cendres volantes, des pouzzolanes naturelles et de la fumée de silice [19], [20]. Des solutions alternatives peuvent consister à fabriquer des ciments non-Portland, tels que des liants C-S-H partiellement préhydratés, des ciments riches en bélite, des ciments mélangés contenant plus de carbonate de calcium, etc... Finalement pour avoir une idée globale de l'impact environnemental, Il faut aussi ajouter le transport du béton et des granulats naturels qui entraîne également des GES (notamment CO<sub>2</sub>) sachant que les carrières privilégient le transport routier (94% de tonnes ont été transportés) [9].

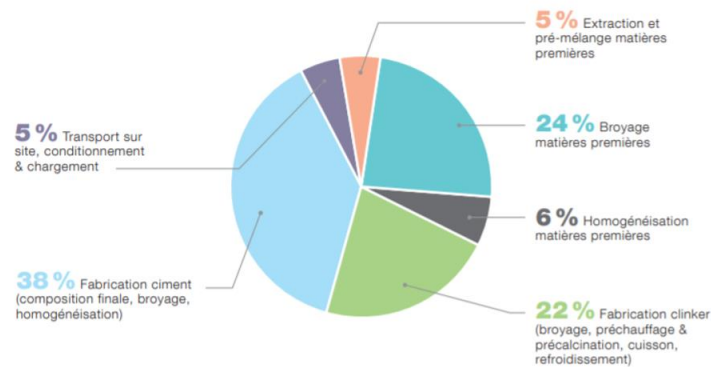


Figure 1.2 : Répartition de la demande en électricité dans le procédé industriel cimentier en France, 2013 [21].

La diminution de la consommation énergétique, des émissions de gaz à effet de serre et de la consommation des ressources non renouvelables passent par l'utilisation de nouveaux matériaux innovants, dits éco-matériaux. Dans ce cadre, le béton léger constitue l'une des solutions à appliquer. Ce béton est obtenu par substitution d'une partie des composants par des constituants légers ou par des vides.

## 1.2 - Béton léger

Depuis une vingtaine d'années, le béton léger est développé dans le but de diminuer la densité des matériaux porteurs, de limiter la consommation des matières premières, tout en recherchant une meilleure performance thermique que celles du béton et des isolants classiques [22], [23]. Le béton léger est défini comme un béton contenant de l'air, soit dans la matrice cimentaire, soit dans les granulats. Le béton mousse correspond à des bétons dans lequel de l'air est piégé dans la matrice cimentaire. On peut préférer au terme *béton mousse* (souvent utilisé commercialement) le nom de *mousse minérale* qui est certainement plus générique. En toute rigueur, un béton mousse inclut dans sa formulation une charge non réactive (filler, sable) alors qu'une mousse minérale n'est constituée que de liant minéral. Le béton de granulats légers (ou bien béton caverneux) correspond aux bétons dont l'air est piégé dans les granulats qui peuvent être de l'argile cuite ou du schiste expansé par exemple. Les bétons de granulats légers présentent [23] :

- une faible masse volumique :  $300 < \rho < 1850 \text{ kg/m}^3$ ,
- une conductivité thermique considérée acceptable :  $0,05 < \lambda < 0,7 \text{ W/(m.K)}$ ,
- une résistance à la compression plus faible que celle d'un béton ordinaire:  $0,3 < R_c < 35 \text{ MPa}$ .

### 1.2.1. Béton de granulats légers

L'utilisation de béton caverneux dans la construction est de plus en plus répandue et le domaine d'utilisation de ces bétons dépend principalement de leur masse volumique. Il existe plusieurs types de granulats légers. Ces derniers peuvent être des granulats minéraux naturels concassés, dans le but de réduire leur taille et de maîtriser la granulométrie. Ils sont issus de roches volcaniques telles que la pierre ponce [24]. Une partie de ces granulats naturels subissent une transformation suite à un traitement thermique, comme l'argile expansée, le schiste et l'ardoise expansée, la perlite et la vermiculite. Ces deux derniers granulats sont caractérisés par une masse volumique apparente beaucoup plus faible que celle des granulats :  $30 < \rho < 240 \text{ kg/m}^3$  et  $60 < \rho < 130 \text{ kg/m}^3$  respectivement. Le traitement thermique peut aller jusqu'à la température de fusion des minéraux, soit  $1000 < T < 1200 \text{ }^\circ\text{C}$ . Elle provoque alors un dégagement gazeux, suite à une série de réactions chimiques, entraînant l'expansion de la matière, plus ou moins visqueuse.

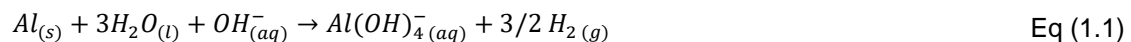
D'autres matériaux, bio-sourcés (chanvre, paille, lin, ouate de cellulose, etc) co ou sous-produits industriels (le laitier expansé, les cendres volantes, etc) tendent à remplacer les granulats légers naturels dans la fabrication de bétons légers.

## 1.2.2. Béton mousse et mousses minérales

Valore [25] a été un des premiers à présenter des recherches sur le béton mousse. Depuis, de nombreuses études ont été menées avec pour objectif la création de nouveaux matériaux d'isolation. Les possibilités d'utilisation du béton mousse se sont vues élargies grâce à ses caractéristiques structurelles, associées à une faible densité et une faible consommation énergétique. Ce type de béton mousse présente une bonne fluidité à l'état frais, une masse volumique à l'état durci plutôt légère (400 à 1600 kg/m<sup>3</sup>), une faible résistance mécanique mais d'excellentes propriétés d'isolation thermique [26]. Deux méthodes sont utilisées pour entraîner des bulles d'air dans une matrice cimentaire : le moussage chimique et le moussage mécanique.

### 1.2.2.1 Moussage chimique

Le moussage chimique produit des bétons, dits cellulaires. L'air est entraîné suite à la réaction d'un additif, ajouté dans la formulation avec l'eau et les hydroxydes provoquant un dégagement gazeux. L'agent le plus couramment utilisé est l'aluminium, en raison de sa finesse, sa pureté et sa compatibilité à l'alcalinité du ciment. D'autres métaux sont utilisés comme le zinc et le silicium. La réaction se réalise suivant la réaction Eq (1.1) :



Le mélange doit avoir une certaine consistance afin d'entraver les bulles d'air et les empêcher de remonter à la surface [27]. Des moyens sont utilisés pour éviter la fuite de gaz avant le durcissement du mélange [28]. La taille des grains d'aluminium et sa quantité contrôlent la taille et le volume final des pores [29]. Pour le béton cellulaire, une phase d'autoclavage à haute température 190°C et à haute pression 1,2 MPa permet d'améliorer les propriétés mécaniques [29]. Cette phase est responsable de l'émission de 168 kg<sub>CO2</sub>/m<sup>3</sup>, expliquant l'intérêt d'utiliser d'autres méthodes de moussage moins énergivores.

### 1.2.2.2 Moussage mécanique

Le moussage mécanique nécessite l'utilisation d'agents moussants. Ce moussage est un processus plus économique, pour lequel le volume final est plus contrôlable, aucune réaction chimique n'étant impliquée [25], [30]. Les bulles d'air sont obtenues soit par pré-moussage, soit par malaxage direct ou dissocié. Le pré-moussage repose sur la séparation de la production de la pâte minérale et de la mousse aqueuse, puis le mélangeage des deux éléments. La structure porale de la mousse durcie dépend alors de la distribution et de la taille des bulles de la mousse aqueuse préformée et de l'évolution des bulles durant le malaxage jusqu'au durcissement. La méthode de malaxage direct consiste à malaxer ensemble tous les composants à haute vitesse avec un outil susceptible d'entraîner de l'air dans le mélange. Le moussage dépend donc de l'adéquation entre la nature du liant, le tensioactif, la rhéologie de la pâte, et la gélification du liant.

Une méthode alternative, spécifique au LGCGM, appelée méthode dissociée, s'avère peu énergivore et reste fonctionnelle malgré des teneurs en tensioactif très faibles. La fabrication débute par la production d'une suspension minérale. Le procédé employé est le même que celui de la méthode de malaxage direct. Cependant le moussage post mélangeage est obtenu sous faible taux de cisaillement. La méthode dissociée permet, en maîtrisant la phase de moussage, de gérer l'augmentation de la porosité des mousses. Le contrôle du moussage permet donc de cibler la masse volumique de la mousse minérale formée avec une précision satisfaisante, garantissant une répétabilité de production.

Ces trois méthodes nécessitent que la structure de la mousse minérale soit stable jusqu'à la prise. Selon Samson et al. [31], cette stabilité dépend principalement des propriétés de la pâte fraîche telles que la contrainte seuil et la concentration en tensioactifs. Si la pâte est trop fluide, les bulles d'air tendent à remonter et s'échapper du mélange. Dans le cas contraire si la fluidité de la pâte n'est pas suffisante, les bulles se cassent [32]. D'après Ramamurthy et al. [26] et Byun et al. [33], la méthode par pré-moussage est normalement préférée car elle nécessiterait moins de tensioactifs et présenterait une facilité lors de sa mise en place.



La mousse aqueuse reste un élément clé vis-à-vis de la production de béton mousse. Il a été constaté qu'une augmentation du temps de malaxage permet d'entraîner plus d'air mais que le malaxage prolongé entraîne des bulles moins stables, une connexion de bulles et donc une ségrégation [46]. Le type de tensioactif ionique et non ionique, protéinique, etc. reste un facteur qui affecte la stabilité de la mousse [47], [48].

### 1.2.3. Les différents types de liant

Ce chapitre ne se veut pas exhaustif mais présente toutefois les quatre principaux liants utilisés en génie civil :

#### 1.2.3.1 Liant cimentaire

Les bétons mousses les plus courants sont ceux fabriqués à partir de ciment portland, en raison de son coût relativement faible et de sa grande disponibilité. Le premier béton mousse à base de ciment Portland a été présenté par Axel Eriksson en 1923, suivi par des activités de production commerciale à petite échelle [25]. A la fin des années 1970, ce matériau a vu son utilisation augmenter notamment comme un matériau de remplissage des vides et d'isolation [34]. Ce matériau est à ce jour beaucoup étudié [26], [35]–[37]. Différents résultats associant l'usage de ciment à d'autres composants sont rassemblés ci-après.

Des additifs tels que la fumée de silice, les cendres volantes et la chaux peuvent être utilisés en substitution du ciment avec un pourcentage compris entre 10% et 75% [38]–[40]. Ces additifs permettent d'améliorer la consistance du mélange, sa résistance et permettent également de réduire les coûts. Nambiar et Ramamurthy [32] ont montré également qu'il est possible de substituer en partie le ciment par des cendres volantes ou des laitiers de hauts fourneaux. Il s'avère que le type d'addition est un facteur déterminant vis-à-vis du rapport eau/solide à exploiter pour garantir une masse volumique finale constante. De plus, sur de tels matériaux, la réduction de la taille des particules de sable dans le mélange permet d'améliorer la résistance mécanique [32], [41].

Kearsley et Wainwright [42] ont établi des relations entre la porosité, la masse volumique et la résistance à la compression du béton mousse contenant différentes proportions de cendres volantes. Différents rapports massiques eau sur liant ( $E/L = 0,3, 0,4$  et  $0,6$ ) sont choisis. Il a été constaté que dans les mélanges à faible teneur en mousse aqueuse (méthode de pré-moussage), des cendres volantes plus fines entraînent une porosité plus élevée et par conséquent une densité plus faible.

Lesovik et al. [43] ont étudié les propriétés physiques et mécaniques du béton mousse en utilisant un liant composite : ciment Portland, opoka marl et des cendres volantes. L'opoka marl est une roche carbonate-siliceuse contenant de la calcite (35-38%), des couches mixtes d'argile (10-20%) des zéolites (10-20%) et de l'opale (15%). Le moussage mécanique (pré-moussage) est appliqué sur une solution aqueuse du tensioactif anionique alpha oléfine sulfonate de sodium (ASCO 93) afin d'obtenir une mousse aqueuse, avec un dosage de 0,05% de la masse du liant. Les masses volumiques apparentes des bétons mousses obtenus varient entre 500 et 700 kg/m<sup>3</sup>.

Dans une étude menée par Gökçe et al. [44], les effets de la teneur en mousse aqueuse ainsi que le taux de substitution du ciment par des additifs minéraux (cendres volantes et fumée de silice) sur les propriétés physiques et mécaniques du béton mousse ont été étudiés. Les bétons mousses sont obtenus en incorporant une teneur variable (0, 31 et 47% en volume) en mousse aqueuse produite avec un tensioactif synthétique dont le dosage n'est pas précisé. Le taux de substitution des cendres volantes et de fumée de silice est modulé, de 0, 10 et 20% de la masse de ciment. Une gamme de masses volumiques apparentes allant de 873 et 1998 kg/m<sup>3</sup> est obtenue.

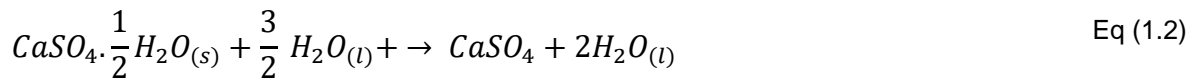
Yang et Lee [45] ont étudié les performances de béton mousse produits par pré-moussage pour différents rapport E/L. Le tensioactif utilisé est fabriqué à partir d'une hydrolyse de protéines avec des composants actifs enzymatique. Le volume de la mousse aqueuse incorporé au mélange a été également modifié. Les masses volumiques apparentes obtenues sont comprises entre 400 et 700 kg/m<sup>3</sup>. Le taux de volume de moussage et le rapport E/L optimaux pour produire du béton mousse ayant des bonnes propriétés thermomécaniques sont d'environ 1250% et 0,25, respectivement.

La mousse aqueuse reste un élément clé vis-à-vis de la production de béton mousse. Il a été constaté qu'une augmentation du temps de malaxage permet d'entraîner plus d'air mais que le malaxage prolongé entraîne des bulles moins stables, une connexion de bulles et donc une ségrégation [46]. Le

type de tensioactif ionique et non ionique, protéinique, etc. reste un facteur qui affecte la stabilité de la mousse [47], [48].

### 1.2.3.2 Le gypse

Comme montré auparavant, la majorité des bétons mousses étudiés sont formulés à partir de ciment Portland. Le gypse, sulfate de calcium dihydraté, est obtenu par hydratation du plâtre, hémihydrate, selon l'Eq (1.2). Il présente un double intérêt : économique et écologique, grâce à la faible consommation d'énergie et la faible émission de gaz à effet de serre lors de sa fabrication, ainsi que la possibilité de le recycler. Le gypse est largement utilisé de nos jours dans le domaine de la construction : bâtiment, isolation et protection au feu.



Adrien et al. [49] ont observé la formation de deux types de porosité, suite à l'hydratation de semi-hydrate : les micropores qui forment un réseau entre les cristaux de gypse (porosité de la matrice) et les mésopores qui correspondent aux espaces restés suite à la dissolution des semi-hydrates de tailles importantes. Les mésopores présentent une forme similaire à celle des cristaux de semi-hydrates, mais avec une taille plus faible, contrôlée par la taille des particules dissoutes dans l'eau. Le taux de micropores est plus important pour un taux de gâchage élevé. Les micropores sont inclus dans une matrice de cristaux en forme de lame et d'aiguille entrecroisés [50], [51]. La morphologie des cristaux de gypse est largement dépendante des conditions de cristallisation ainsi que de la présence et du type d'additifs chimiques. Le gypse cristallisé dans des conditions classiques ( $E/L = 0,7$ ) présente déjà une forte porosité (49%) pour une masse volumique réelle de 2310 kg/m<sup>3</sup>.

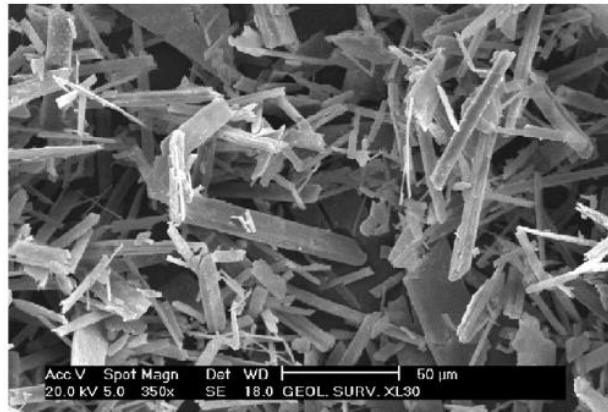


Figure 1.3 : Visualisation au MEB des cristaux de gypse [51].

L'augmentation de cette porosité permet d'optimiser les propriétés d'isolation thermique et acoustique du matériau; aussi de nombreuses approches ont été explorées pour produire des mousses de gypse. Quelques travaux sont cités ci-dessous.

Çolak [52] a étudié les performances de mousses de gypse produites par moussages direct et chimique. Deux tensioactifs sont utilisés pour la première méthode, un anionique (lauryl sulfate de sodium) et un non ionique (nonylphénol éthoxylé). La méthode de moussage chimique consiste à utiliser du sulfate d'aluminium, de l'alun de potassium ou du bicarbonate d'ammonium pour la production de bulles de gaz dans la pâte de plâtre. Les masses volumiques apparentes obtenues oscillent entre 658 et 1086 kg/m<sup>3</sup>. L'acide citrique, en tant que retardateur, et la carboxyl méthyl cellulose, en tant qu'agent augmentant la viscosité, ont été utilisés pour favoriser la formation de mousse et de gaz pendant le moussage. Par contre, un ajout d'acide citrique supérieur à 0,1 ou 0,2% entraîne une augmentation de la masse volumique. Le sulfate d'aluminium s'est avéré être l'agent moussant qui produit le plus de mousse dans le gypse. Il a été également constaté que le moussage avec un tensioactif non ionique n'affecte pas la masse volumique apparente d'une manière significative. La méthode de moussage chimique a permis d'obtenir de meilleures propriétés thermiques, les masses volumiques apparentes étant les plus basses.

Huang et al. [53] ont étudié les performances thermomécaniques des mousses de gypse produites par moussage chimique ainsi que leur structure porale. Le résultat a montré que l'ajout de différentes quantités de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (5, 6 et 7%) entraîne une diminution de la masse volumique apparente, mais aussi

de la résistance mécanique. Le taux de gâchage Eau/Liant varie de 0,65 à 0,75, permettant d'obtenir des masses volumiques entre 247 kg/m<sup>3</sup> à 530 kg/m<sup>3</sup> (Figure I.4).

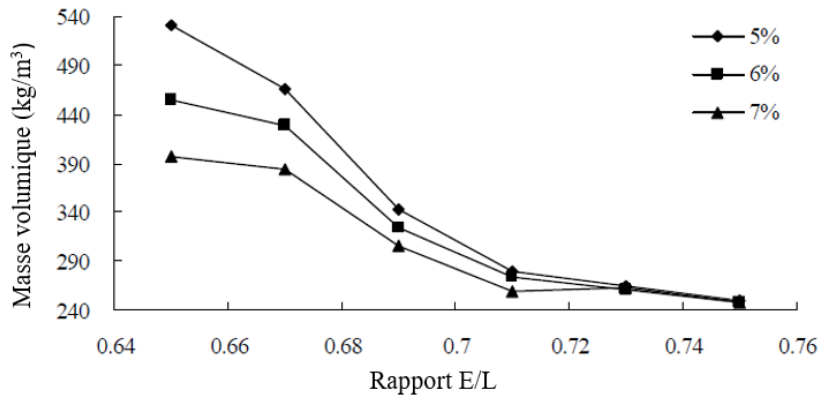


Figure I.4 : Effet du rapport Eau/Plâtre et du dosage en tensioactif sur la masse volumique apparente des mousses de gypse [53].

Roch Isern et Messing [54] ont évalué la masse volumique et la structure porale des mousses de gypse produites par malaxage direct, pour un rapport E/L variant de 0,5 jusqu'à 0,8. Trois types de tensioactifs sont utilisés : anionique dodécylsulfate de sodium, non ionique polyoxyéthylène sorbitan monooléate (P80) et un troisième cationique chlorure de benzéthonium. Les mousses fabriquées présentent une porosité totale de 65-70% et une structure plutôt homogène. Il s'avère que le tensioactif non ionique P80 est performant pour générer des mousses légères avec une structure homogène pour un dosage de 1,3 w%. Ils ont étudié également l'effet du temps de malaxage ; La Figure I.5 montre que le diamètre des pores diminue, dès la 1<sup>ère</sup> minute de malaxage, allant de 107 µm à 90 µm. La porosité totale obtenue passe par un maximum durant ces 4 minutes de malaxage, supérieur à 75%.

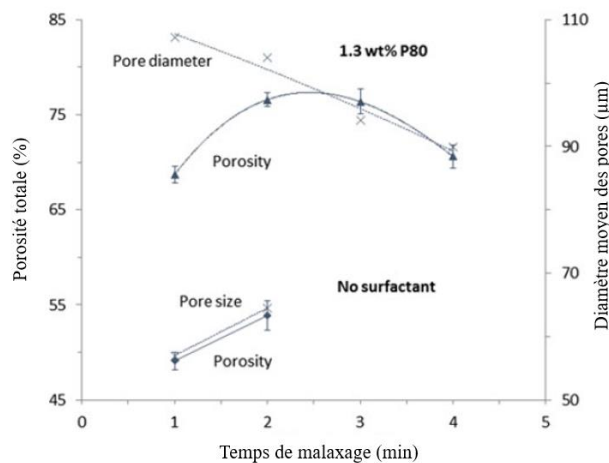


Figure I.5 : Effet du temps de malaxage sur la porosité totale et le diamètre moyen des pores du gypse moussé (dosage en tensioactif P80 1,3 w%) et non moussé avec E/L = 0,6 et vitesse de malaxage = 1000 tr/min [54].

Samson et al. [55] ont étudié l'influence des tensioactifs sur les performances thermomécaniques des mousses à base de gypse (90%) et de ciment portland (10%). Les tensioactifs ont d'abord été classés en deux groupes en fonction de leur capacité à produire une mousse minérale de gypse. Les tensioactifs ayant présenté une bonne réduction de la masse volumique de la mousse minérale ont également conduit à des mousses légères qui répondent à la fois aux objectifs thermiques et mécaniques visés. Pour chacun de ces tensioactifs, une teneur caractéristique a été trouvée, permettant d'optimiser les performances mécaniques. Les visualisations effectuées au MEB ont également révélé des modifications sensibles de la structure cristalline en fonction de la nature et de la teneur en tensioactifs.

### 1.2.3.3 La chaux

La chaux provient de la décarbonatation du calcaire entre 750 et 900°C. La chaux vive CaO ainsi obtenue est éteinte par ajout d'eau pour former la chaux éteinte Ca(OH)<sub>2</sub> traditionnellement utilisée

comme liant aérien dans la construction. La calcination d'un calcaire pollué par des argiles conduit à la formation de chaux hydraulique, mélange de chaux, d'aluminates et de silicates de calcium. De telles chaux hydrauliques correspondent à des phases minérales intermédiaires entre la chaux pure et les dérivés du ciment Portland. Elles présentent l'avantage d'une prise hydraulique : prise et durcissement en présence d'eau. Sur le plan environnemental, les chaux restent assez impactantes du fait d'une calcination nécessitant des températures assez élevées et une libération de CO<sub>2</sub> importante lors de sa décarbonatation.

Quelques études ont montré la possibilité d'utiliser la chaux comme matériau alternatif pour produire du béton mousse.

Mataalkah et al [56] ont étudié l'effet de deux tensioactifs (la saponine, un constituant issu de plantes, et le savon liquide) sur les propriétés thermomécaniques du béton mousse à base de gypse-chaux. Les mousses sont produites par pré-moussage avec un rapport E/L de 0,6 et un rapport de liant chaux/gypse de 20/80. Le dosage en tensioactif a également varié : pour la saponine : 0,001, 0,002, 0,003 et 0,004% et pour le savon liquide : 0,02, 0,04 et 0,05% de la masse d'eau. Les mousses obtenues ont atteint des masses volumiques apparentes allant de 490 jusqu'à 910 kg/m<sup>3</sup>. Les essais ont donné des résultats thermomécaniques satisfaisants et ont permis d'équilibrer les qualités apportées par le béton mousse.

Luo et al. [57] ont étudié les performances du béton mousse, produits par pré-moussage, à base de chaux hydraulique. Cette dernière est obtenue avec un mélange de chaux hydratée (Ca(OH)<sub>2</sub>, CH) et du ciment Portland. La teneur en mousse incorporée est variée, ce qui permet d'obtenir deux valeurs de masses volumiques visées (300 et 600 kg/m<sup>3</sup>). La mousse aqueuse préfabriquée ( $\rho = 40 \text{ kg/m}^3$ ) est obtenue avec une protéine animale FP-180 mélangée avec de l'eau et de l'air comprimé, le rapport massique Eau/protéine est de 10. Les résultats ont montré que ces mousses de chaux présentent de bonnes performances thermiques et mécaniques. L'augmentation du dosage de la chaux hydratée améliore le pouvoir isolant des mousses et leur capacité d'adsorption du CO<sub>2</sub> mais réduit à la fois leurs résistances mécaniques. Il s'avère également que la carbonatation accélérée entraîne une diminution de la taille des pores (en raison de l'hydratation du ciment et du processus de carbonatation).

#### 1.2.3.4 Liant géopolymère

Une autre alternative au ciment Portland consiste à utiliser des géopolymères. Ce terme désigne une famille de liants à base d'aluminosilicates activés par les alcalis. Palmero et al. [58] ont étudié les propriétés thermomécaniques de mousses géopolymères, à base de métakaolin et de différents activateurs alcalins (solution de silicate de sodium NaOH, ou potassium KOH). Les mousses sont préparées par moussage chimique, en ajoutant du peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) en différentes quantités. Les valeurs de la conductivité thermique variaient entre 0.1164 et 0.1696 W/(m.K) en fonction de la masse volumique apparente des échantillons. Lassinantti Gualtieri et al. [59] ont étudié également la porosité et la conductivité thermique des mousses géopolymères. Ces mousses sont obtenues à partir de métakaolin et d'acide phosphorique, de la calcite/dolomite naturelle est utilisée comme agent moussant. La quantité d'agent moussant est maintenue constante tandis que la composition molaire de la pâte est modifiée permettant d'avoir une porosité totale de 68-70% et une faible conductivité thermique autour de 0,093 W/(m.K).

Novais et al. [60] ont évalué l'influence du dosage de l'agent moussant (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), de la molarité de NaOH et de la teneur en eau, sur les propriétés à l'état frais et durci des géopolymères à base de cendres volantes. Les résultats montrent que la production de bulles d'oxygène diminue les interactions entre les particules solides, réduisant d'autant la contrainte seuil ; ces difficultés ont pour conséquence une application industrielle complexe. Une faible teneur en alcalins dans l'activateur permet de produire des géopolymères légers et à faible conductivité thermique. La bonne corrélation entre la molarité du NaOH et la teneur en agent moussant permet de fabriquer des géopolymères présentant une très faible conductivité thermique jusqu'à 0,08 W/(m.K) et une masse volumique apparente 440 kg/m<sup>3</sup>.

Zhang et al. [61] ont utilisé la cendre volante avec une substitution partielle de laitier pour la fabrication du béton mousse géopolymère, par la méthode de pré-moussage. A 28 jours, les mousses durcies ont présenté des masses volumiques variant entre 720 à 1600 kg/m<sup>3</sup> et une résistance à la compression allant de 3 à 48 MPa. Cette large gamme de masse volumique est obtenue en modifiant la teneur en mousse, ce qui permet d'avoir une conductivité thermique comprise entre 0.15 et 0.48 W/(m.K).

Différentes formulations des mousses géopolymères à base de métakaolin et de laitier de haut fourneau granulé broyé ont été testées par Samson et al. [62], afin d'étudier leurs propriétés thermomécaniques. Les bulles sont produites par moussage chimique (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), un tensioactif commercial a été également utilisé pour stabiliser la structure porale. La composition de la matrice retenue pour la production du

béton mousse parmi plusieurs compositions est la suivante : 25% d'extrait sec de solution alcaline, 62,5% de métakaolin et 12,5% de laitier. Les masses volumiques obtenues varient entre 264 to 480 kg/m<sup>3</sup> permettant d'avoir une conductivité thermique comprise entre 0,084 et 0,139 W/(m.K). La conductivité thermique dépend principalement de la masse volumique du béton mousse et, plus faiblement, de la teneur en tensioactifs. Ceci confirme encore les conclusions des études présentées auparavant. Les auteurs révèlent également que la masse volumique dépend du dosage en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> utilisé, et que la structure porale dépend fortement du dosage en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et du dosage en tensioactif. Une réduction de la teneur en tensioactifs a abouti à des bétons mousses avec des bulles plus grosses, ce qui signifie qu'une certaine coalescence s'est produite. Ils montrent également que la gamme de résistance à la compression obtenue (0,53 et 3,34 MPa) dépend principalement de la teneur en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. A masse volumique constante, la conductivité thermique est réduite en augmentant le dosage en tensioactifs, la résistance à la compression est optimisée pour un dosage de 0,004% en tensioactifs.

Les différents résultats obtenus sur des matrices géopolymères montrent que des niveaux de performances mécaniques intéressants peuvent être obtenus pour des masses volumiques apparentes restant modérées. Cependant, le point le plus critique d'un matériau géopolymère est son empreinte environnementale, liée à l'utilisation d'un activateur alcalin. En effet, l'énergie grise de l'hydroxyde de sodium et du silicate de sodium est respectivement de 14.9 GJ/t et 5.4 GJ/t [63], [64].

#### 1.2.4. Les propriétés thermomécaniques des mousses minérales

Durant ces dernières décennies, un intérêt notable vis-à-vis des performances thermomécaniques des mousses minérales est constaté au sein de la communauté scientifique. Ces matériaux sont très utiles dans le secteur de la construction ; ils peuvent être utilisés comme matériaux autoporteurs avec de bonnes performances thermiques. Comme constaté au travers de l'analyse de différentes données bibliographiques, la conductivité thermique et la résistance mécanique des mousses minérales sont influencées par plusieurs facteurs tels que la nature du liant, les additions, l'agent moussant choisi, la structure porale de la mousse et sa masse volumique obtenue. Une lecture de ces données en fonction de la masse volumique apparente des mousses est proposée.

##### 1.2.4.1 Propriétés thermiques

Les études portant sur les mousses minérales ont montré que la conductivité thermique est une fonction linéaire de la masse volumique du béton mousse [30], [31], [45], [65], [66]. D'après Samson et al. [31], Aldrighes [65] et Mydin [31], [65], [67], les mousses minérales de densité  $\leq 600$  kg/m<sup>3</sup> présentent une conductivité inférieure à 0,2 W/(m.K). Ces résultats sont aussi présentés par Yang et Lee [68] qui ont étudié la conductivité thermique des bétons mousses produits par pré-moussage. Ils ont identifié une gamme de conductivité thermique allant de 0,119 à 0,199 W/(m.K) pour des masses volumiques entre 400 et 600 kg/m<sup>3</sup>. Les différentes formulations étudiées par Kearsley et Wainwright [42] présentent des conductivités thermiques comprises entre 0,1 et 0,7 W/(m.K) pour des masses volumiques entre 600 et 1600 kg/m<sup>3</sup>. Des valeurs similaires sont obtenues par Gökçe et al. [44] (entre 0.239 et 0.942 W/(m.K)) pour une gamme de masses volumiques plus grande (jusqu'à 1998 kg/m<sup>3</sup>). La conductivité thermique est cependant influencée par la formulation, le type d'addition et la structure porale.

Ganesan et al. [66] ont trouvé des conductivités thermiques comprises entre 0,24 et 0,74 W/(m.K) pour des bétons mousses produites avec différents additifs, ayant des masses volumiques de 700 à 1400 kg/m<sup>3</sup>. Weigler et Karl [69] ont observé une diminution de 0,04 W/(m.K) de la conductivité thermique pour chaque diminution de 100 kg/m<sup>3</sup> de la masse volumique.

Chen et Liu [70] ont évalué les performances thermomécaniques du béton mousse contenant du polystyrène expansé. Les résultats ont montré que la maniabilité du mélange et le pouvoir isolant sont fortement améliorés suite à l'introduction de mousse aqueuse. Les bétons mousses produits ont des masses volumiques de 400 et 800 kg/m<sup>3</sup> ayant des résistances à la compression de 3 et 12 MPa et des conductivités thermiques de 0,009 et 0,25 W/(m.K) respectivement.

Yang et Lee [45] ont montré que la conductivité thermique du béton de mousse testé a tendance à diminuer légèrement avec l'augmentation du volume de mousse aqueuse et la diminution de la teneur en liant. D'autres études ont montré aussi que la nature et le dosage du tensioactif utilisé affecte fortement les propriétés thermiques des mousses [31], [55], [68], [71].

Peu d'études toutefois ont été menées sur les performances thermiques des mousses de gypse. Huang et al. [53] ont étudié les performances thermomécaniques des mousses de gypse produites par



moussage chimique. Les propriétés thermomécaniques sont liées à la teneur en tensioactif, au rapport E/L et à la structure des pores (Figure I.6) ; toutefois en recoupant l'information avec le contenu de la Figure I.4, la masse volumique apparente reste bien le facteur influent principal.

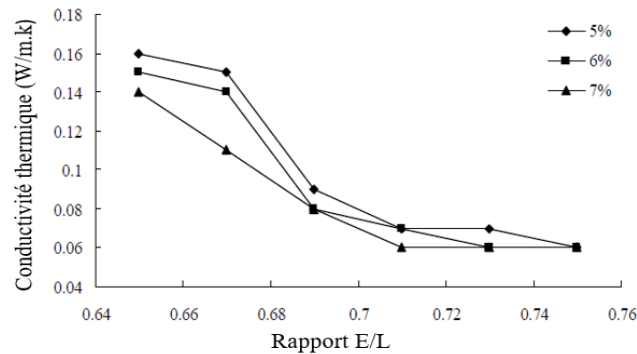


Figure I.6 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du rapport E/L pour différents dosages en agent moussant [53].

Les résultats obtenus par Skujans et al. [72] confirment les conclusions de [53]. Les mousses de gypse produites par pré-moussage suite à l'ajout d'un tensioactif présentent une conductivité thermique de 0,07 W/(m.K) pour la plus faible masse volumique 200 kg/m<sup>3</sup>, et 0,24 W/(m.K) pour 700 kg/m<sup>3</sup>. La diminution de résistance et la conductivité thermique est causée par un dosage élevé en tensioactifs associé à une diminution de la masse volumique.

Pour une matrice minérale donnée, la conductivité thermique dépend donc fortement de la masse volumique apparente et donc de la porosité totale. La Figure I.7 montre l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente identifiée dans plusieurs études. Ces données initialement saisies par Samson et al. [73] ont été complétées. Il est à noter que les différents matériaux testés sont produits selon différentes méthodes de moussage et que les liants sont de différentes natures. On peut cependant remarquer le caractère continu de la tendance associée aux points correspondant à une matrice.

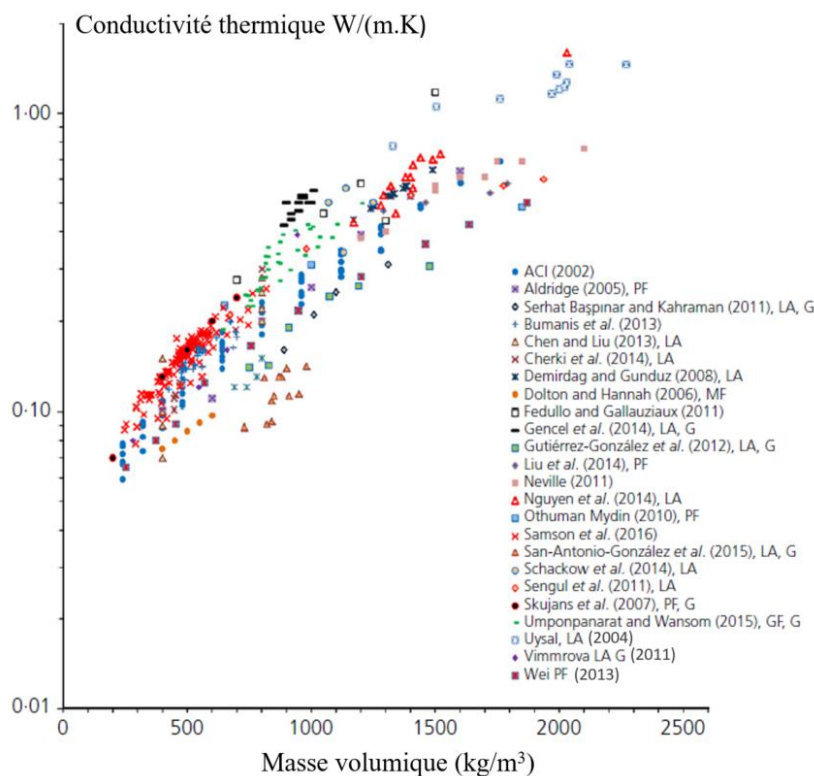


Figure I.7 : Conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente des bétons légers, bétons mousses et mousses minérales [73].

### 1.2.4.2 Propriétés mécaniques

L'utilisation de béton mousse, en tant que matériau partiellement porteur, impose une résistance à la compression minimale qui va dépendre de l'utilisation ciblée. La résistance à la compression est influencée par plusieurs facteurs tels que la nature du liant [74], les rapports E/L, la nature de l'agent moussant utilisé, les additions, la forme des pores et leur distribution.

Kearsley [75] et Kearsley et Wainwright [76] indiquent que la résistance à la compression de béton léger diminue de manière exponentielle avec la masse volumique. Samson et al. [31] et Aldridge [65] confirment que la relation entre la résistance à la compression et la masse volumique n'est pas linéaire. Selon Samson et al. [55], la diminution de résistance est causée par un dosage élevé en tensioactifs qui affecte la cristallisation de la matrice minérale, associé à une diminution de la masse volumique. Dans ces travaux, une résistance à la compression minimale de 2 MPa, pour une masse volumique de 600 kg/m<sup>3</sup>, est recherchée.

Différentes substitutions telles que la fumée de silice, les granulats légers, les cendres de boue de papier usagé, les granulats d'argile et de schiste expansé, les cendres volantes, le filler calcaire, le laitier de haut fourneau granulé [41], [42], [39], [77] sont utilisées pour améliorer les performances mécaniques des bétons mousses [39], [78], mais aussi pour en réduire les coûts. Une étude expérimentale, recherchant un substitut aux briques d'argile classiques, a montré que l'ajout de cendres volantes dans la formulation d'un béton mousse entraîne une augmentation de 36% de la résistance à la compression [68]. Namson et al. [66] ont également trouvé que la résistance du béton mousse augmente avec la diminution de la teneur en mousse aqueuse et avec l'ajout de cendres volantes. D'autres ajouts tels que les fibres d'acier, les fibres de noix de coco et la cellulose de vieux papiers [79]–[81] permettent aussi d'améliorer la résistance en empêchant les microfissures. Ils sont généralement ajoutés dans des proportions comprises entre 0,2% et 1,5% du volume du mélange. Ces résultats sont confirmés également par [82]–[84].

Falliano et al. [74] remarquent que la diminution du rapport E/C, même si elle augmente la résistance de la matrice de ciment, diminue la résistance à la compression du béton mousse [85]. Ils attribuent cet effet à la forme irrégulière des bulles. Certains auteurs mentionnent que la résistance mécanique est meilleure lorsque la distribution de la taille des bulles est plus serrée et donc monodisperse [26] et lorsque les bulles ne sont pas connectées [55]. Les résultats de [86] ont montré également que la résistance du béton mousse augmente lorsque le rapport eau/ciment change en réduisant les grosses bulles présentes dans le béton. Selon Steshenko et al. [87], l'ajout d'un plastifiant et de microfibres a permis de réduire la taille des pores et a entraîné la formation de pores fermés dans le béton mousse.

L'influence des tensioactifs a été également étudiée ; la nature et le dosage du tensioactif utilisé affectent fortement les propriétés mécaniques des mousses [31], [55], [68], [71]. Dans la plupart des études, le dosage en tensioactif est maintenu constant, à une valeur élevée ( $d > 0,2\%$  de la masse d'eau) afin d'éviter la coalescence. Ce fort dosage peut avoir un impact négatif sur les conditions d'hydratation du liant utilisé et sur la connectivité entre bulles [55], [88] et donc sur la structure porale des mousses minérales [31], [55].

En se basant sur l'étude menée par Samson et al. [31], les mousses minérales, présentant des résistances à la compression supérieures à 2 MPa, ont été produites avec trois tensioactifs de nature différentes : le tetradecyle triméthyle ammonium bromide et le hexadecyle triméthyle ammonium bromide de type cationique et un autre de type anionique AOS (90% sodium alpha-olefin sulphonate). Ces mousses sont produites avec de faibles dosages (0,003% à 0,1% de la masse de liant) et un faible rapport Eau/Liant, en appliquant la méthode de moussage dissociée.

Lesovik et al. [43] ont produits des bétons mousses de masses volumiques comprises entre 500 et 700 kg/m<sup>3</sup> avec une résistance à la compression allant jusqu'à 4,26 MPa. L'utilisation de l'opoka marl contenant de la calcite et des minéraux argileux permet d'accélérer le processus de prise. La formation des hydrosilicates suite à la réaction des composants amorphes avec la chaux renforce le béton mousse produit dans son ensemble.

Selon Gökçe et al. [44], pour de fortes teneurs en mousse aqueuse, l'ajout de fumée de silice a permis d'obtenir des valeurs de résistance à la compression supérieures et des rapports de résistance à la compression sur la conductivité thermique plus élevés qu'avec l'introduction de cendres volantes. Les résistances à la compression obtenues pour les bétons mousses étudiées varient entre 1,5 et 88,1 MPa et des conductivités thermiques entre 0,239 et 0,942 W/(m.K) pour des masses volumiques sèches allant de 873 jusqu'à 1998 kg/m<sup>3</sup>.

Les mousses de gypse étudiées par Skujans et al. [72] sont produites par mousse préformée suite à l'ajout d'un tensioactif. Elles ont une résistance à la compression comprise entre 0,2 et 2,3 MPa pour des masses volumiques allant de 460 à 680 kg/m<sup>3</sup>. La diminution de résistance et la conductivité thermique est induite par un dosage élevé en tensioactifs associé à une diminution de la masse volumique.

Les résultats obtenus par Huang et al. [53] ont montré que l'ajout de différentes quantités de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (5, 6 et 7%) entraîne une diminution de la résistance mécanique des mousses de gypse obtenues (Figure I.8). Çolak [52] a obtenu des résistances à la compression du même ordre de grandeur entre 0,41 et 2,22 MPa, pour des masses volumiques allant de 658 à 1086 kg/m<sup>3</sup>.

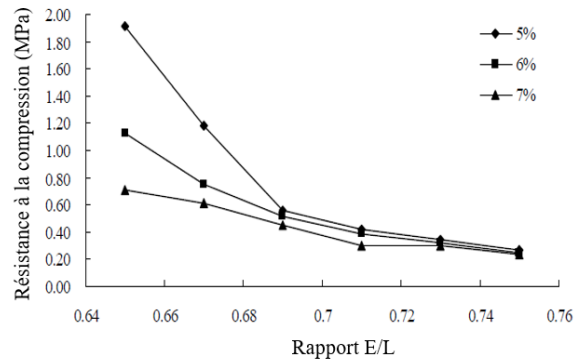


Figure I.8 : Evolution de la résistance à la compression en fonction du rapport E/L pour différents dosages en agent moussant [53].

La Figure I.9 [73] présente la résistance à la compression de différents types de bétons légers, de béton mousse et de mousses minérales présentés dans la littérature en fonction de leur masse volumique. Sur ce graphique, il reste difficile d'identifier une tendance associée aux points correspondant à une matrice (une couleur sur le graphique). Les points sont très dispersés et pour une même masse volumique, de multiples résistances peuvent être mesurées, montrant toute l'influence de la structure porale sur la résistance.

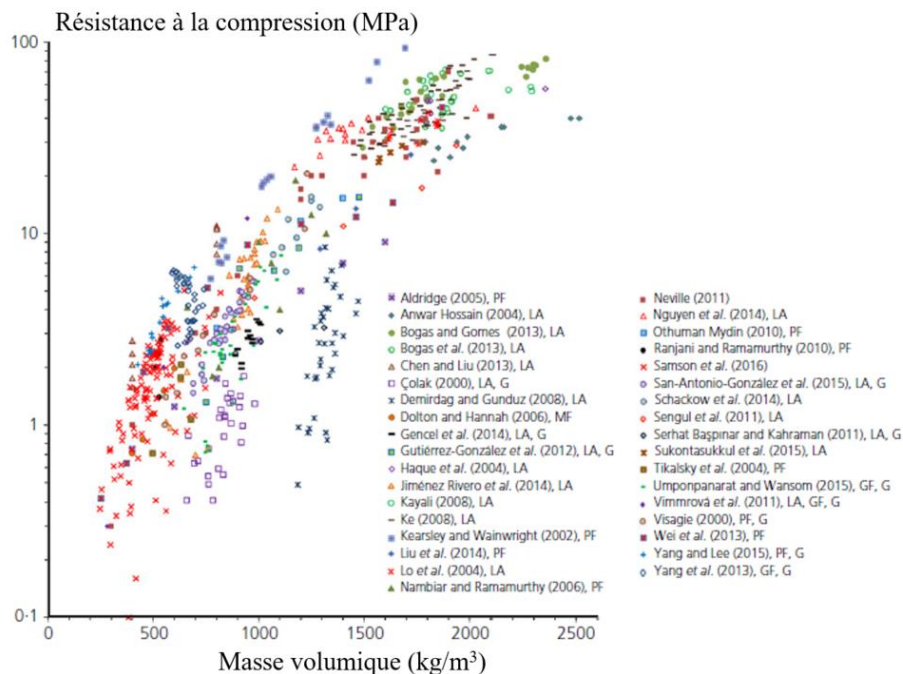


Figure I.9 : L'évolution de la résistance à la compression en fonction de la masse volumique des bétons légers, bétons mousses et mousses minérales [73].



Bien que ces matériaux de faible masse volumique aient fait l'objet d'études approfondies, la faible résistance mécanique constatée, en comparaison du béton classique, limite encore leur application à grande échelle [89].

### 1.3 - Les agents moussants

Au cours des dernières décennies, les mousses aqueuses ont été de plus en plus utilisées dans le domaine de la construction mais aussi dans l'agroalimentaire, la cosmétique et les détergents de nettoyage. Elles sont également utilisées dans l'industrie pour la décontamination ou l'extraction du pétrole. Afin d'obtenir une mousse stable et des films d'eau plus rigides, des agents moussants de types synthétique ou protéinique sont indispensables.

#### 1.3.1. Les tensioactifs

Les tensioactifs sont des molécules amphiphiles, elles ont une double affinité pour la phase liquide et gazeuse et s'adsorbent sur les interfaces liquide/gaz. Elles sont constituées de deux parties : une tête hydrophile (en rouge et jaune sur la Figure 1.10) associée à une queue hydrophobe, constituée d'une chaîne carbonée dans la plupart des cas (en gris).



Figure 1.10 : Une molécule de SDS (Dodécylsulfate de sodium) [90].

Les tensioactifs de type synthétique s'adsorbent aux interfaces gaz/liquide au niveau des bulles créées par le moussage (Figure 1.11) [91]. Ils changent la rhéologie interfaciale et rendent ainsi les films plus rigides [92]. Cette adsorption renforce le caractère viscoélastique (une répulsion électrostatique entre les surfaces des bulles) et augmente, de ce fait, la stabilité des films [93], [94].

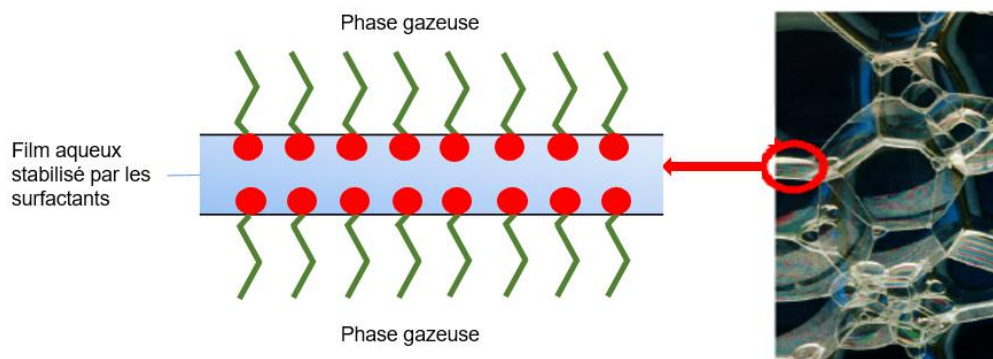


Figure 1.11 : L'adsorption des tensioactifs synthétiques aux interfaces liquide/air.

La structure des mousses aqueuses ainsi créée va évoluer dans le temps, rendant leur description géométrique difficile. Cette géométrie varie sous l'effet des paramètres physiques comme la fraction volumique liquide, la taille de bulle, la viscosité du fluide, la température et la pression ; elle est également dépendante d'autres paramètres liés à l'interface tels que la tension de surface, l'adsorption des tensioactifs qui conditionnent la rhéologie de l'interface.

##### 1.3.1.1 Tension de surface

Au-delà du film aqueux, d'autres forces entrent en jeu à l'interface : entre une phase liquide, par exemple l'eau, et une phase gazeuse. Chaque molécule d'eau est entourée par ses voisines ; elles interagissent au travers de liaisons de type Van der Waals. Les molécules situées dans la phase liquide ne sont pas affectées par l'interface, la résultante des forces de chaque molécule est alors nulle. Tandis que, pour les molécules situées à l'interface, leurs forces d'interactions sont divisées par deux, de même que l'énergie (Figure 1.12). Ces molécules sont toujours attirées par leurs voisines dans le liquide, cependant ces forces d'interactions ne sont pas équilibrées par d'autres forces au niveau d'une interface eau/gaz,

aboutissant à une augmentation de l'énergie. Cet excès d'énergie est nommé la tension de surface, ou la tension superficielle, notée  $\gamma$ , dont l'unité est N/m [95], [96].

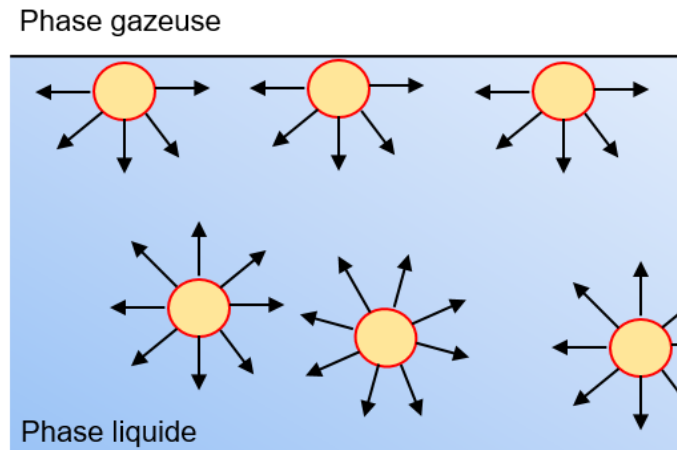


Figure I.12 : Tension de surface de l'eau.

La tension de surface peut également s'expliquer comme une force par unité de longueur, tendant à réduire la surface de l'interface. L'énergie  $dW$  nécessaire pour augmenter la surface d'un film d'eau de  $dS$  en l'étirant suit alors l'Eq (1. 3). La tension de surface de l'eau pure, en contact avec l'air à 20°C, est égale à  $\gamma = 72,7 \text{ mN/m}$ .

$$dW = 2 \cdot \gamma \cdot dS \quad \text{Eq (1.3)}$$

L'effet principal des tensioactifs est la réduction de la tension de surface. Suite à l'adsorption des molécules des tensioactifs à l'interface, la surface occupée par les molécules d'eau diminue et, étant donné que l'énergie libre des tensioactifs est plus faible que l'eau, l'énergie requise pour former une surface diminue.

### I.3.1.2 Type de tensioactif

Les tensioactifs sont classés en trois catégories en fonction du type de leur tête hydrophile (Figure I.13). Leurs caractéristiques chimiques affectent les caractéristiques des mousses telles que la stabilité, la taille et dispersion des bulles et l'aspect élastique à l'interface.

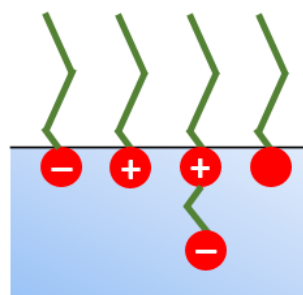


Figure I.13 : Types de tensioactifs.

Les tensioactifs ioniques sont considérés être des agents moussants performants, surtout ceux possédant une queue hydrophobe linéaire. Ils produisent une répulsion aboutissant à la stabilité des films d'eau entre les bulles, ce qui est important pour former des mousses stables. Leur longueur de chaîne peut être variable ; une augmentation de cette longueur va renforcer la cohésion et l'élasticité tout en réduisant leur solubilité dans l'eau [97]. Les tensioactifs anioniques, dont la tête polaire est chargée négativement, sont les plus couramment utilisés en raison de leur fort pouvoir moussant ; ils ont aussi un bon pouvoir détergent. En ce qui concerne les tensioactifs cationiques, dont la tête polaire est chargée positivement, ils sont peu détergents et peu moussants. La fabrication des tensioactifs cationiques est toutefois plus chère que celle des anioniques. Les tensioactifs cationiques et anioniques ne sont pas compatibles.

Les tensioactifs amphotères, ou zwitterioniques, possèdent à la fois une charge positive et une charge négative. Ces tensioactifs sont compatibles avec les tensioactifs ioniques mais ils présentent un pouvoir moussant moyen.

Enfin les tensioactifs non ioniques permettent de créer des mousses considérées comme des mousses sèches, en raison de leur faible fraction liquide. Ils sont moins performants que les tensioactifs anioniques en termes de moussage.

### I.3.1.3 Concentration micellaire critique, CMC

Plusieurs études ont été menées pour comprendre le mécanisme d'adsorption des tensioactifs aux interfaces, mais aucune ne décrit complètement ce mécanisme [98]. En s'adsorbant à l'interface liquide/gaz, les tensioactifs forment un film monomoléculaire et permettent de réduire la tension de surface. L'effet de répulsion électrostatique généré par les tensioactifs modifie la rhéologie à l'interface, ce qui permet d'avoir un comportement plus élastique. La paroi de la bulle acquiert alors une résistance mécanique favorisant sa stabilité.

À partir d'une certaine concentration en tensioactifs, appelée concentration micellaire critique (CMC), la surface à l'interface devient saturée par des molécules de tensioactifs et la tension de surface ne change plus. C'est la concentration à partir de laquelle les tensioactifs forment des micelles [99]. Ce sont des regroupements de tensioactifs par leur extrémité hydrophobe pour diminuer le contact avec l'eau, leur tête polaire étant alors en contact avec l'eau (Figure I.14).

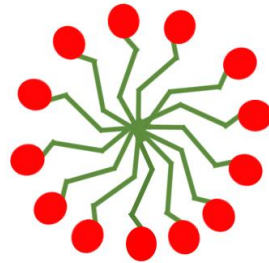


Figure I.14 : Schéma d'une micelle formée dans un liquide.

### I.3.1.4 Isotherme de tension de surface

L'isotherme de tension de surface est illustrée sur la Figure I.26. Cette isotherme montre l'évolution de la tension de surface en fonction de la concentration en tensioactifs, Elle permet d'identifier à la CMC : le dosage en tensioactif correspondant à l'apparition des micelles ainsi que la tension de surface associée. Ces paramètres sont des caractéristiques importantes d'un tensioactif.

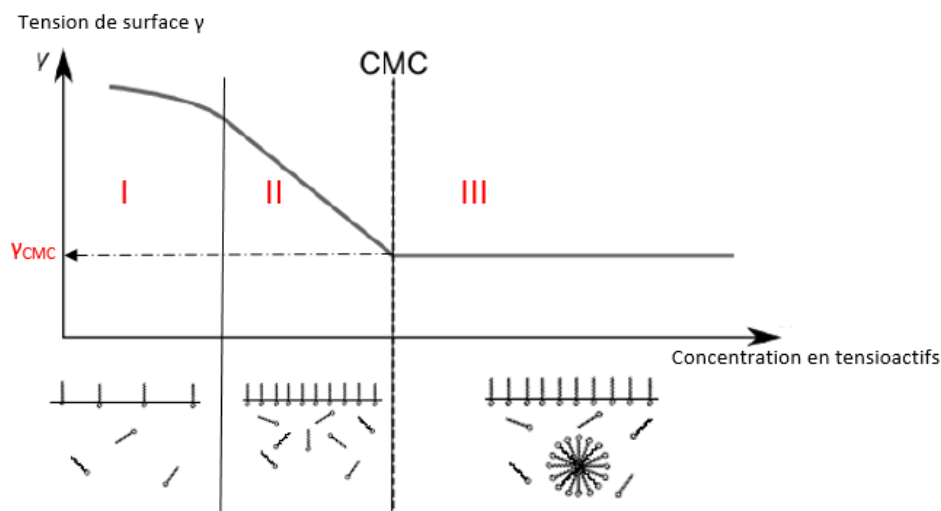


Figure I.15 : Evolution de la tension de surface en fonction de la concentration en tensioactif - image modifiée de [100].

Trois régimes sont identifiés sur cette isotherme :

- Régime I : la concentration en tensioactifs à l'interface est faible, la tension de surface n'évolue pas de façon significative.
- Régime II : La surface occupée par les tensioactifs augmente, ce qui entraîne une réduction importante de la tension de surface. La pente de l'évolution de la tension interfaciale dans ce régime est constante.
- Régime III : Au-delà du dosage à la CMC, la surface devient saturée en tensioactifs et ils commencent à former des micelles dans l'eau. Une rupture de pente permet de déterminer la valeur de la concentration micellaire critique. La tension de surface reste ainsi constante à sa valeur minimale.

### 1.3.2. Les protéines

De même que les tensioactifs, les protéines contribuent à la formation et à la stabilité de la structure de la mousse. Des études ont montré que l'augmentation de la concentration en protéines entraîne une augmentation du taux d'adsorption des protéines à l'interface liquide/gaz, ce qui conduit à une réduction de la tension de surface et donc à une augmentation du pouvoir moussant [101]–[103].

Plusieurs principes généraux sont souvent donnés dans la littérature pour décrire la relation entre la stabilité d'une mousse de solution de protéines et leurs propriétés interfaciales [104]–[107]. Les explications les plus courantes dans ces articles sont : l'adsorption plus rapide, le déploiement rapide des protéines, la faible tension superficielle et la formation de réseaux entraînant une grande élasticité de surface. Tous ces facteurs favorisent la formation de la mousse et renforcent sa stabilité. Ils sont souvent basés sur une co-occurrence, comme l'apparition de valeurs maximales de changement de la tension de surface et de la stabilité de la mousse autour du point isoélectrique de la protéine [108]. Autour de ce point, une barrière énergétique à l'adsorption plus faible a été constatée [109] accélérant l'adsorption des protéines. Par ailleurs, en ce même point, la répulsion électrostatique entre les protéines adsorbées est moindre, permettant d'atteindre des valeurs plus élevées de densité des protéines adsorbées à l'interface. Cette densité plus élevée de la couche adsorbée assure une stabilisation stérique, se traduisant par une mousse plus stable, malgré une diminution de la répulsion électrostatique entre surfaces dans les films d'eau de la mousse liquide.

#### 1.3.2.1 Structure des protéines

Les molécules des protéines présentent une structure tridimensionnelle. Cette structure est déterminée, entre autres, par la séquence d'acides aminés de la chaîne peptidique, la présence de ponts de soufre et le repliement local de la chaîne formant des  $\alpha$ -hélices et des  $\beta$ -feuilles (Figure 1.16). Les protéines possèdent donc des parties positives, négatives, hydrophiles et hydrophobes, adoptant ainsi des structures précises.

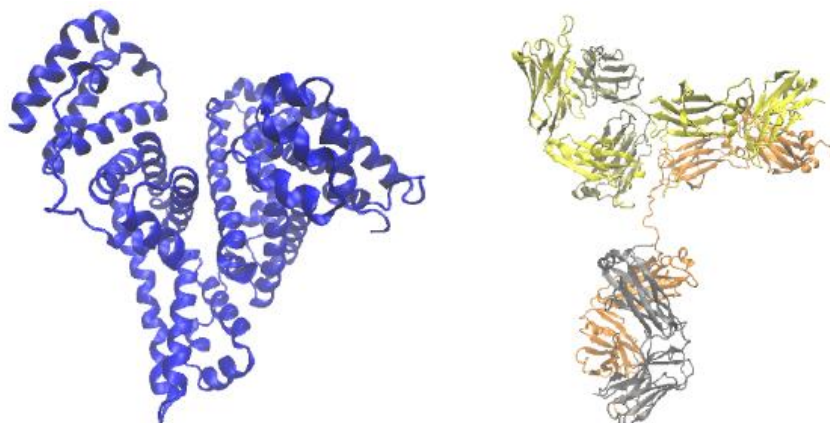


Figure 1.16 : Repléments de la chaîne d'acides aminés de deux protéines : albumine à gauche exemple de  $\alpha$ -hélices [110] et IgG à droite exemple de  $\beta$ -feuilles [111]

Grâce à ces différentes charges, les molécules de protéine interagissent avec d'autres molécules et surfaces. Les forces d'interactions peuvent donc se produire par le biais d'interactions électrostatiques

et de Van der Waals. Les interactions hydrophobes et ioniques, ainsi que le gain d'entropie dû aux changements de leur configuration lors de l'adsorption, sont souvent considérés comme les forces motrices de l'adsorption des protéines [112].

### 1.3.2.2 Mode d'adsorption

Les molécules de protéines adsorbées sous forme de couches à l'interface permettent la formation et la stabilisation des mousses. Leur adsorption en couche à l'interface entraînent ainsi une diminution de la tension de surface [113], [114] et améliore les propriétés rhéologiques interfaciales. La rupture des films d'eau entre les bulles d'air est alors retardée, assurant ainsi la stabilité des mousses aqueuses. Graham et Phillips [113] montrent que la transition des protéines dissoutes dans la solution vers l'état adsorbé à l'interface air/liquide, est directement liée à la capacité des protéines à se déployer à l'interface. Plus la molécule de protéine est capable de déployer sa structure et plus ses éléments de chaîne déployés sont actifs en surface, et donc plus la tension de surface diminue. La force principale de l'adsorption des protéines est la diminution de l'énergie libre en raison de l'exposition de ses groupes hydrophobes à l'interface. Pour cette raison, l'activité de surface d'une molécule de protéine est fonction de la séquence primaire des acides aminés et de ses différentes configurations.

Leur mode d'adsorption est similaire à celui des tensioactifs, les parties hydrophobes s'orientent vers la phase gazeuse et les parties hydrophiles se prolongent dans la phase aqueuse. Néanmoins, il est impossible de généraliser le comportement des protéines aux interfaces en raison de leur taille, de leur flexibilité ainsi que de leur susceptibilité aux changements des conditions au sein de la solution et des modifications des propriétés de l'interface [115]. Toutefois le taux d'adsorption à l'interface peut être associé au déploiement interfacial de la protéine [116]–[119].

À des concentrations de surface plus élevées, le phénomène d'adsorption diffère d'une simple adsorption contrôlée par diffusion comme dans le cas des tensioactifs courants [113], [120], [121]. À des pressions de surface suffisamment élevées, une molécule de protéine cherchant à s'adsorber doit travailler contre une pression de surface pour pouvoir s'ancrer à l'interface. C'est la barrière de pression de surface. Des données expérimentales indiquent que, quel que soit le poids moléculaire, une molécule de protéine n'a besoin d'ancrer qu'environ 8 à 10 résidus d'acides aminés pour s'adsorber [122].

La Figure I.17 montre deux notions d'adsorption de la protéine à l'interface. La protéine peut garder sa structure initiale et s'adsorber comme des particules colloïdales (Figure I.17.a) ou bien se déployer à l'interface (Figure I.17.b) selon la quantité adsorbée ou la pression de surface. Cette dernière structure résultante est souvent appelée le modèle "loop-train".

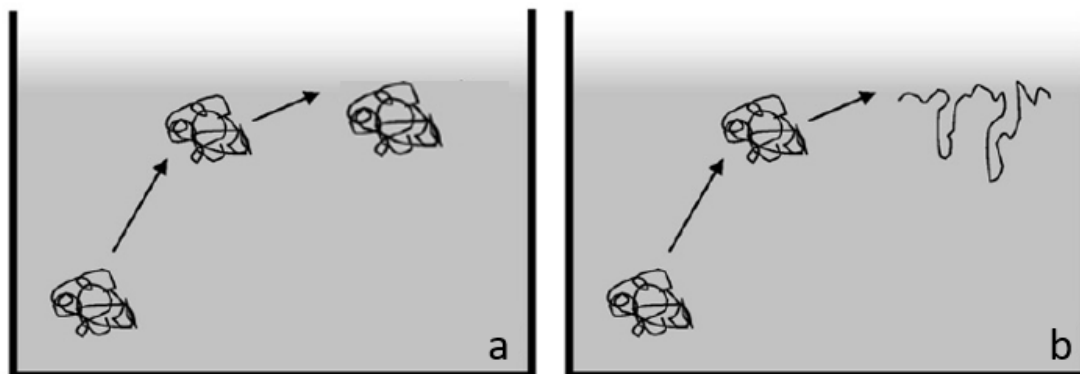


Figure I.17 : Les modes d'adsorption de la protéine à l'interface air/liquide

La comparaison du taux d'adsorption des protéines identifié dans plusieurs études [123], [124] a permis de montrer que les protéines ont des taux d'adsorption différents et donc des capacités de moussage différentes. La vitesse d'adsorption et la capacité de moussage sont donc le résultat de la capacité d'une protéine à adapter sa conformation [123].

Par ailleurs, des études ont permis de conclure que l'état de déploiement des protéines adsorbées n'est pas très différent de celui des protéines en solution, comme montré par le modèle loop-train [113], [125], [126]. L'analyse de la structure secondaire, soit le repliement local de la chaîne, des protéines étudiées par [127], [128] a montré que les modifications subies sont peu significatives lors de l'adsorption. D'autres études révèlent que la capacité de déploiement est presque la même pour les protéines adsorbées et dissoutes. Contrairement aux hypothèses courantes, cela signifie que les protéines



adsorbées peuvent toujours se déployer autant que les protéines non adsorbées. Les changements de forme lors de l'adsorption seraient alors insignifiants et les protéines ne modifieraient pas d'une manière significative leur structure lors de l'adsorption à l'interface.

Dans certaines études, la différence du taux d'adsorption est liée à l'équilibre entre les propriétés électrostatiques et hydrophobes. Il est montré par Wierenga et al. [129] que le taux d'adsorption est principalement affecté par l'hydrophobie et la charge nette exposée. D'un point de vue colloïdal, l'adsorption des protéines peut être considérée comme l'adsorption de particules chargées d'une certaine taille à une surface plane. Ceci est décrit par le modèle d'adsorption séquentielle aléatoire [130] qui a pour base l'arrivée aléatoire des protéines à l'interface air/liquide. Si la surface est saturée par des molécules de protéines, la protéine migrant vers l'état adsorbé est rejetée et se diffuse à nouveau dans la solution.

Selon Prins et al. [115], une fois la protéine adsorbée, la désorption de l'interface est difficile car pour ce faire, toutes les parties adsorbées de la molécule doivent se désorber en même temps de l'interface et la possibilité que ce phénomène se produise est très faible. Il est donc possible de considérer que, en termes d'équilibre entre les protéines adsorbées et les molécules en solution, l'adsorption de la solution vers la surface est plus facile que la désorption de la surface vers la solution. C'est pourquoi l'adsorption des protéines peut être considérer irréversible.

## 1.4 - Mousses aqueuses

Comme nous l'avons déjà mentionné, une mousse aqueuse est donc une dispersion de gaz dans un liquide ; la géométrie d'une telle mousse n'est pas aisée à définir. La géométrie de la mousse aqueuse ainsi que les sources d'instabilités sont présentées dans ce qui suit.

### 1.4.1. Géométrie d'une mousse aqueuse

La géométrie de la mousse aqueuse a été décrite par Joseph Plateau en 1873. Il la représente comme un ensemble de bulles, séparées par des films, des canaux formés par les bords de plateau, et des nœuds. Selon la loi de Plateau, trois films d'eau se rejoignent ; la structure ainsi formée est nommée « bord de plateau ». Ces derniers sont regroupés quatre par quatre en un point dit nœud. Les films se regroupent avec un angle de  $120^\circ$  et les bords de plateaux se regroupent avec un angle de  $109,5^\circ$  en formant des tétraèdres (Figure I.18).

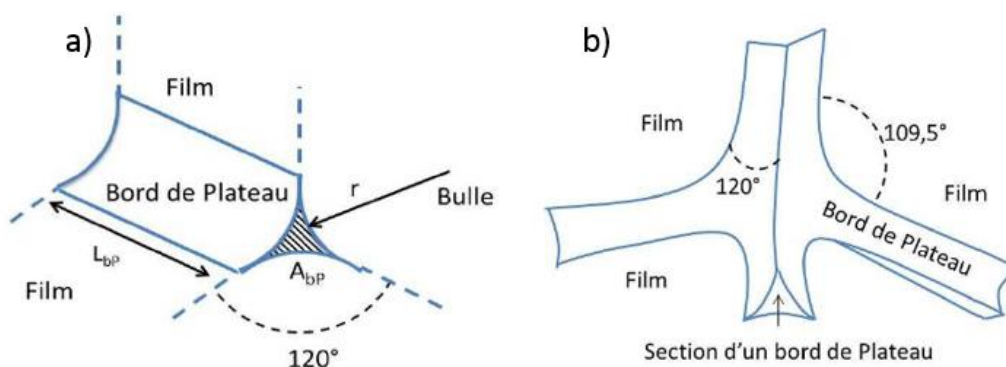


Figure I.18 : a) Représentation du bord de Plateau et b) représentation d'un nœud [131].

Les mousses aqueuses correspondent donc à une structure tridimensionnelle constituée de cellules polyédriques dont l'orientation est plus ou moins aléatoire selon la méthode de production et l'agent moussant utilisé. Les mousses peuvent être caractérisées à différentes échelles. Il est possible d'observer à l'échelle microscopique, en étudiant le fluide interstitiel et ses propriétés rhéologiques. La deuxième échelle, dite mésoscopique, décrit l'arrangement des cellules. Différents modèles ont été mis en place pour décrire cet arrangement, Lord Kelvin a présenté une disposition périodique d'un empilement en forme de tétrakaidécaèdre (Figure I.19.a). Wheaire et Phelan [132] ont trouvé une structure plus compacte, composée de deux formes de cellules ayant le même volume; un dodécaèdre à face pentagonale ainsi qu'un tétrakaidécaèdre à deux faces hexagonales et douze faces pentagonales (Figure I.19.b). Ce modèle reste difficile à mettre en œuvre. D'autres travaux se sont appuyés sur l'utilisation d'un modèle simple sous forme de sphères empilées de manière compacte [133]. En ce qui concerne la forme des bords, la présentation qui est souvent plus réaliste est le triangle

concave également appelé schéma de Plateau-Gibbs (Figure I.19.c), [134], [135]. Elle résulte des tensions de surface intervenant dans la phase liquide. Ces représentations restent théoriques pour des structures de mousse idéales.



Figure I.19 : a) Empilement tétrakaidécaèdre de Kelvin. b) Empilement de Wheaire et Phelan. c) Géométrie de Plateau-Gibbs [136].

Une dernière échelle macroscopique permet de caractériser la porosité liée aux bulles d'air introduites dans la matrice (macroporosité). Les paramètres les plus caractéristiques sont la masse volumique apparente de l'échantillon moussé et sa porosité. La tortuosité peut également être étudiée afin de tenir compte de la complexité géométrique du réseau. Ce paramètre est utilisé pour modéliser la difficulté de transfert d'un fluide dans un milieu poreux, qui n'est pas représenté par des canaux cylindriques et parallèles.

#### 1.4.2. Fraction liquide

La fraction liquide peut être utilisée pour voir si la mousse est humide ou sèche. Elle est définie comme un rapport entre le volume de liquide utilisé pour créer la mousse et le volume apparent de la mousse :

$$\phi_l = \frac{V_{\text{liquide}}}{V_{\text{mousse}}} \quad \text{Eq (1.4)}$$

Les mousses humides sont des mousses ayant une fraction liquide entre 5% et 30%. Les bulles ont alors une forme relativement sphérique, en raison de la quantité d'eau contenue dans les bords de plateaux et les nœuds. Les mousses sèches ont une fraction liquide inférieure ou égale à 2%, donc ce sont des mousses contenant peu d'eau.

#### 1.4.3. Phénomènes d'instabilité des mousses aqueuses

La mousse aqueuse est un matériau instable, sa morphologie évolue dans le temps induisant son vieillissement selon plusieurs phénomènes qui interviennent à différentes échelles de temps. La gravité entraîne le drainage qui est suivi par la coalescence et le mûrissement. Ces trois phénomènes sont responsables d'une forte évolution de la distribution alvéolaire et donc du vieillissement des mousses et de leur instabilité.

##### 1.4.3.1 Drainage

Sous l'effet de la gravité, l'eau contenue dans les bords de plateau et les nœuds s'écoule vers le bas, entraînant une diminution de la fraction liquide et donc le séchage de la mousse dans la partie supérieure (Figure I.20). La diminution de la fraction liquide cause une diminution de la concentration des tensioactifs aux interfaces, et par la même, la fragilisation des films d'eau.

Il est donc possible de maintenir la stabilité de la mousse en limitant la vitesse d'écoulement lors du drainage. Certains paramètres peuvent contribuer à limiter l'écoulement comme la viscosité élongationnelle du liquide et la taille des bulles. Une autre méthode qui permet de ralentir le processus de drainage est de générer des bulles dans un fluide à seuil au lieu de l'eau [137], comme c'est le cas dans les mousses minérales étudiées.

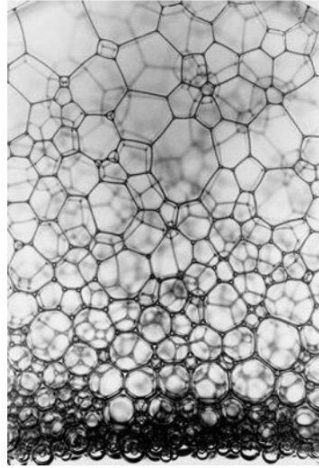


Figure I.20 : Phénomène de Drainage

### I.4.3.2 Mûrissement

Le mûrissement est un phénomène post-drainage. Il est gouverné par la loi de Laplace qui relie la pression dans une bulle à ses dimensions et sa forme par :

$$\Delta P = \gamma \cdot C \quad \text{Eq (1.5)}$$

avec  $\gamma$  la tension de surface et  $C$  la courbure.

Cette loi permet d'expliquer que la pression dans les petites bulles est plus grande que celle dans les grandes bulles. C'est pourquoi le gaz contenu dans les petites bulles tend à diffuser dans les grandes bulles. Ce phénomène est appelé le mûrissement d'Ostwald (Figure I.21). Au fur et à mesure que ce phénomène se produit, les bulles de petite taille disparaissent. Le nombre de bulles dans les mousses commencent à diminuer et leur taille augmente [91]. Une distribution monodisperse des bulles permet donc de limiter le mûrissement en réduisant la différence de pression entre les bulles.

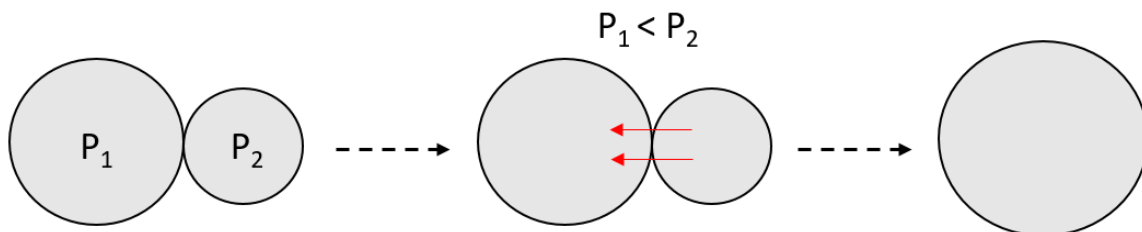


Figure I.21 : Phénomène de mûrissement d'Ostwald.

### I.4.3.3 La coalescence

Ce troisième phénomène est directement relié au drainage. Au-delà d'une épaisseur critique du film d'eau, ce dernier devient mince, instable et se rompt au final en raison de la baisse de la concentration en molécules de tensioactif. Cette rupture cause la fusion de deux bulles voisines, engendrant là encore, une diminution en nombre de bulles et une augmentation de leur taille (Figure I.22).

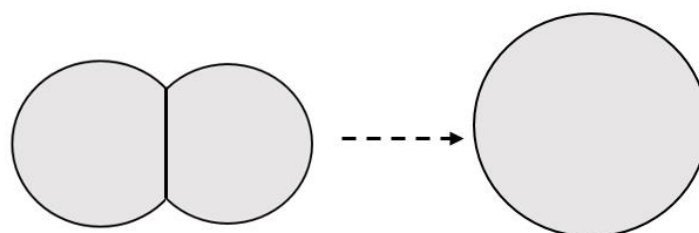


Figure I.22 : Phénomène de coalescence.



#### 1.4.4. Effet de Gibbs-Marangoni

L'effet de Gibbs-Marangoni est constaté au niveau des bords de plateaux (Figure 1.23). Il est engendré par un gradient de tension de surface : lorsque deux bulles se rapprochent, le film d'eau entre eux s'étire et la concentration en tensioactifs diminue ce qui augmente l'énergie libre, soit la tension de surface. Le fait d'avoir une partie du film où l'adsorption est faible et la tension plus élevée produit un gradient de tension de surface. Le liquide contenant des molécules de tensioactifs se dirige alors vers la zone contractée afin de garantir une distribution homogène des tensioactifs, ce qui permet de générer une cicatrisation des interfaces et stabiliser l'épaisseur des films. Ce mécanisme est appelé effet de Gibbs-Marangoni qui donne alors une certaine élasticité au film étiré [97].

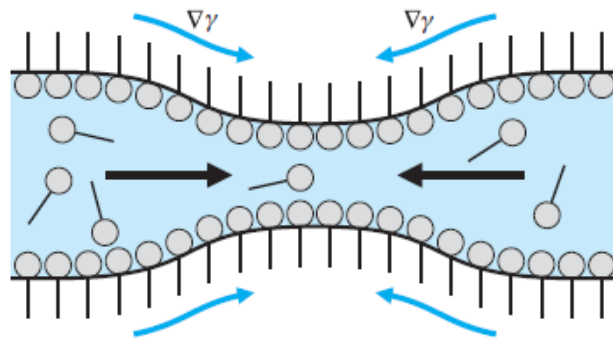


Figure 1.23 : Effet de Gibbs-Marangoni [97].

#### 1.5 - Transcription aux mousses minérales

Une mousse minérale présente une certaine analogie dans sa structure avec une mousse aqueuse. Cependant, l'interaction entre les particules solides et la diffusion des molécules de tensioactifs au sein de l'eau doit être considérée. De même, lorsque les plateaux entre bulles deviennent trop étroits, les particules solides peuvent être chassées par exclusion stérique, engendrant ainsi une sorte de séparation entre la structure de mousse aqueuse et la suspension minérale concentrée.

##### 1.5.1. Rhéologie des mousses

La compréhension d'une mousse peut aussi être dans ses caractéristiques rhéologiques, tant pour sa moussabilité que pour sa maniabilité lors de sa mise en place finale. En effet, la rhéologie décrit la déformation et l'écoulement de la mousse en fonction de la contrainte de cisaillement appliquée.

Kraynik [138] a montré expérimentalement la présence d'une contrainte de mise en écoulement, dans la mousse aqueuse, en observant le comportement des bulles près de la paroi d'un tube transparent. Cette notion est justifiée par des arguments théoriques : elle représente la quantité d'énergie qui est nécessaire pour passer d'un système de bulles stables à un autre [139]. La Figure 1.24 présente une séquence montrant la déformation en cisaillement d'une cellule de mousse hexagonale monodisperse et bidimensionnelle. La fraction volumique du gaz reste identique durant les 4 étapes de l'illustration. Une contrainte croissante est appliquée en se déplaçant de a à d, dans la séquence. En c, la déformation critique est atteinte là où les cellules deviennent instables, car le bord "3" a diminué jusqu'à s'annuler. Barnes et Walters [140] considèrent que cette notion de contrainte de mise en écoulement est inexacte et ne représente que "ce qui ne peut pas être mesuré".

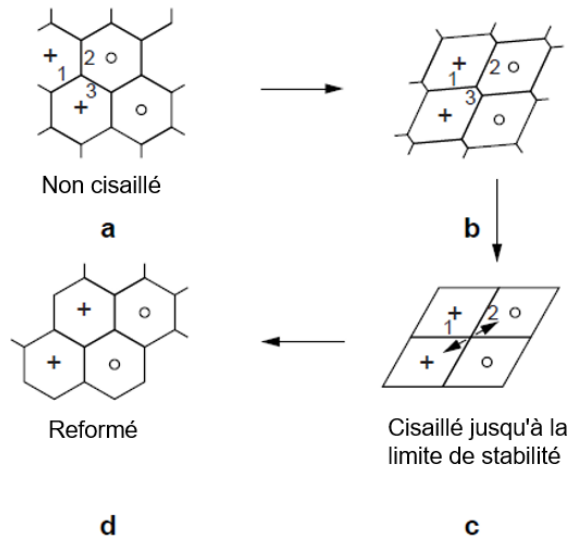


Figure I.24 : Contrainte de mise en écoulement d'une mousse hexagonale bidimensionnelle [141].

Toutefois, le comportement rhéologique d'une mousse présente des particularités à considérer : sous sollicitation homogène et sous une faible contrainte de cisaillement, la mousse se comporte comme un solide élastique. Au-delà, le module d'élasticité diminue lorsque la déformation croît [142]. Lorsque la contrainte de cisaillement atteint la contrainte seuil, la mousse s'écoule. Cette limite dépend de la taille des bulles, de la fraction volumique du liquide et d'autres propriétés physiques telles que la tension de surface. Lorsque le cisaillement est localisé, il y a donc une perte d'homogénéité, la mousse peut s'écouler en "plug flow" en glissant aux parois. Le cisaillement se développe sur une fine couche de fluide au niveau de la paroi ; la vitesse de glissement à la paroi doit être prise en compte [143]–[145].

La rhéologie des mousses peut être étudiée par deux techniques expérimentales : la rhéométrie capillaire et la rhéométrie rotationnelle (Figure I.25). Dans la première méthode, la baisse de pression générée par l'écoulement de la mousse dans un tube capillaire en fonction des différents taux de cisaillement est mesurée, ce qui permet d'avoir la contrainte de cisaillement de la paroi en fonction du taux de cisaillement. Ces mesures sont ainsi utilisées pour caractériser le comportement de l'écoulement. L'écoulement ne se produit qu'au-dessus d'une certaine chute de pression critique nécessaire à la mise en place de l'écoulement (après déformations réversibles) cisailant ou en plugflow. Selon Heller et Kuntamukkula [146], l'écoulement de la mousse au-dessus de cet écart de pression critique entraîne une vitesse de glissement de la paroi, qui dépend de la taille des bulles et de la qualité de la mousse. Ces facteurs compliquent l'interprétation des données expérimentales permettant de déterminer la contrainte seuil de mise en écoulement. En rhéométrie rotationnelle, l'échantillon de mousse est placé entre des cylindres concentriques. Le couple, est mesuré et converti en contrainte de cisaillement. Le taux de cisaillement de l'échantillon est estimé à partir de la géométrie et de la vitesse de rotation. Un des problèmes expérimentaux importants est la rupture et le réarrangement des bulles de la mousse en contact avec la surface solide en rotation, entraînant une discontinuité partielle dans la transmission du mouvement angulaire [146] et une localisation du cisaillement associé à un glissement. Khan et al. [141] ont mesuré le seuil de mise en écoulement des mousses aqueuses en utilisant une géométrie coaxiale. Ils ont réussi à résoudre le problème de glissement en recouvrant les parois du rhéomètre avec du papier de verre. Néanmoins, les mesures sont limitées à de faibles taux de cisaillement de  $0,002 \text{ s}^{-1}$  à  $0,1 \text{ s}^{-1}$ . Une des alternatives est l'utilisation d'un outil vane. L'outil vane est immergé dans l'échantillon de mousse. Le couple est mesuré en fonction du régime de rotation de l'outil.



Figure 1.25 : Exemple de rhéomètre capillaire (gauche) [147] et rotatif avec une géométrie vane (droite).

La rhéologie interfaciale correspond à l'étude du film fluide mince entre deux bulles ; elle est définie par la relation entre la force appliquée et les déformations qui accompagnent l'interface : élongation et cisaillement. Bos et van Vliet [104] montrent que l'augmentation de la stabilité des mousses correspond à une augmentation des propriétés rhéologiques interfaciales. Bien que les tensioactifs augmentent la stabilité des mousses notamment par l'effet Marangoni, les protéines apportent une stabilité en modifiant la rhéologie de la couche interfaciale adsorbée. On a vu que cette dernière dépend de leur structure et de leur composition.

## 1.6 - Identification des thématiques de recherche

Cette étude bibliographique permet de constater que de nombreuses recherches portent sur les bétons légers, et notamment sur les mousses minérales. Les études menées valident l'utilisation de différents liants, entre autres cimentaires, gypseux et géopolymères, mais aussi d'additifs, de fibres, et bien sûr de différents agents moussants tels que les tensioactifs synthétiques ou les protéines. Plusieurs méthodes de production ont été présentées : le moussage chimique qui reste difficile à maîtriser (thermodépendance, effet d'échelle) et le moussage mécanique plus robuste et fiable. Dans ce dernier cas, le procédé de pré-moussage ou le malaxage direct sont couramment exploités.

Au regard des éléments présentés dans ce chapitre, des choix liés aux formulations et aux méthodes de moussage exploitées dans cette étude sont faits. Nous focaliserons sur la production de mousses minérales ; elles présentent l'intérêt de limiter les composants de la formulation à un seul liant, contrairement aux bétons mousses. La sélection des liants, pour cette étude, s'est naturellement tournée vers les matériaux à prise rapide, afin de conserver la structure porale des mousses, mais aussi vers ceux dont la production reste très faible en GES. Le gypse est apparu comme tout indiqué, d'autant plus qu'il est 100% recyclable. Le second liant sélectionné, la chaux, est l'un des matériaux les plus utilisés dans la construction écologique actuelle. Notons que les liants hydrauliques sélectionnés présentent l'avantage de ne pas nécessiter de synthèse hydrothermale ou de cure thermique.

Au vu des résultats de la littérature, la méthode de moussage mécanique apparaît plus intéressante du point de vue énergétique et environnemental que la méthode chimique : peu énergivore, à froid et sans dégazage. Elle présente aussi l'avantage de réduire les étapes de production, et donc de faciliter la transposition industrielle. Dans la mesure du possible, la méthode de malaxage direct sera préférée à la méthode de pré-moussage car elle présente l'avantage d'une seule étape de fabrication, la rendant moins complexe à utiliser sur chantier et à transcrire industriellement.

L'aptitude des formulations développées à produire des mousses minérales selon ces procédés de moussage doit donc être évaluée. Nous nous intéressons tout d'abord à comprendre et étudier la stabilité des mousses aqueuses produites selon un protocole répétable. Cette étude doit permettre d'évaluer l'effet de la nature et du dosage en agent moussant (parmi lesquelles des protéines) mais aussi du temps de malaxage sur le pouvoir moussant, la stabilité de la mousse, l'évolution de la structure porale en fonction du temps et sa rhéologie. L'étude sera ensuite complétée par la caractérisation à l'état frais de différentes mousses minérales. Après mise en place d'un protocole de fabrication adapté, l'incidence d'une modification des conditions de moussage (notamment du temps de malaxage), de la formulation (nature et dosage en tensioactif, et taux de gâchage) sur la moussabilité, la stabilité, les propriétés physiques et la rhéologie des mousses minérales à l'état frais sera analysée.

Au regard des différents résultats présentés dans cette synthèse bibliographique, il apparaît que les paramètres liés à la formulation et au procédé de moussage conditionnent directement les performances physiques, thermiques et mécaniques des bétons de mousse à l'état durci. Par contre, le lien entre ces propriétés d'usage et la structure des mousses minérales reste peu discuté. De plus, on peut remarquer que la caractérisation des performances hygriques (capacité à l'absorption d'eau, perméabilité à la vapeur) de ces liants moussés est quasi inexistante dans la littérature. Nous exploiterons donc des échantillons de mousses minérales durcies produits avec les deux liants et les différents agents tensioactifs sélectionnés pour analyser l'évolution des performances d'usage en fonction des conditions de moussage et de la formulation. Au-delà des performances thermiques et mécaniques, l'évaluation des performances hygriques (capacité hygrique et perméabilité à la vapeur) et de la perméabilité à l'air sont envisagées.

L'ensemble des résultats obtenus en frais et en durci, couplé à une analyse de la structure porale doit conduire à une meilleure compréhension du lien entre les propriétés d'usage et la structure des mousses minérales. L'identification de compromis entre les conditions de production, les formulations et les performances d'usage doit en découler.

## I.7 - Références

- [1] P. Huovila *et al.*, *Buildings and Climate Change: Summary for Decision-Makers*. Nairobi, Kenya: United Nations Environment Programme, 2009.
- [2] G. Zheng, Y. Jing, H. Huang, et Y. Gao, « Application of improved grey relational projection method to evaluate sustainable building envelope performance », *Applied Energy*, vol. 87, n° 2, p. 710–720, févr. 2010, doi: 10.1016/j.apenergy.2009.08.020.
- [3] M. Ozel, « Thermal performance and optimum insulation thickness of building walls with different structure materials », *Applied Thermal Engineering*, vol. 31, n° 17, p. 3854–3863, déc. 2011, doi: 10.1016/j.applthermaleng.2011.07.033.
- [4] F.-X. Dussud *et al.*, « Bilan énergétique de la France pour 2016 », Commissariat général au développement durable, Nancy, 2018.
- [5] UNEP, « The Emissions Gap Report 2015. United Nations Environment Programme (UNEP) », Nairobi, nov. 2015.
- [6] W. Eichhammer, A. Herbst, M. Pfaff, T. Fleiter, et B. Pfluger, « Impact on the environment and the economy of technological innovations for the Innovation Fund (IF): in the fields of: energyintensive industries, renewables, carbon capture and storage/use (CCS/CCU), energy storage », *Publications Office of the European Union, Luxembourg*, 2018.
- [7] R. Pachauri, L. Meyer, et R. Myles, « IPCC 2014: Climate Change 2014: Synthesis Report. Contribution of Working Groups I, II and III to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change (IPCC) », IPCC, Geneva, Switzerland, 2014.
- [8] Unicem, « L'extraction de matières minérales en France - L'environnement en France (developpement-durable.gouv.fr) », 2020.
- [9] UNPG, L'Union nationale des producteurs de granulats, *Livre blanc Carrières & Granulats à l'horizon 2030*. 2017. Consulté le: mai 20, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.unpg.fr/accueil/developpement-durable/livre-blanc/>
- [10] B. Mazhoud, M. Viel, F. Collet, A. Phelipot-Mardelé, C. Lanos, et S. Prétot, « Is hemp lime concrete a mix of hemp and lime? », *Academic Journal of Civil Engineering*, p. 422-431, juin 2017, doi: 10.26168/ICBBM2017.64.
- [11] L. Fang, G. Clausen, et P. O. Fanger, « Impact of Temperature and Humidity on Perception of Indoor Air Quality During Immediate and Longer Whole-Body Exposures », *Indoor Air*, vol. 8, n° 4, p. 276-284, déc. 1998, doi: 10.1111/j.1600-0668.1998.00008.x.
- [12] United Nation, « Brundtland Report: Report of the World Commission on Environment and Development (WCED) ». 1987.
- [13] D. Molle et P.-M. Patry, *RT 2012 et RT existant: réglementation thermique et efficacité énergétique*. Paris: Eyrolles, 2011.
- [14] Ministère de la Transition Ecologique et solidaire, ministère de la Cohésion des territoires et ADEME, « Bâtiments à Énergie Positive et Réduction Carbone ». <http://www-maj.batiment-energiecarbone.e2.rie.gouv.fr>
- [15] H. Bateau, *Isoler sa maison pour gagner en confort et dépenser moins*. ADEME, 2018.
- [16] S. Lechtenböhmer et A. Schüring, « The potential for large-scale savings from insulating residential buildings in the EU », *Energy Efficiency*, vol. 4, n° 2, p. 257-270, mai 2011, doi: 10.1007/s12053-010-9090-6.
- [17] J. S. Damtoft, J. Lukasik, D. Herfort, D. Sorrentino, et E. M. Gartner, « Sustainable development and climate change initiatives », *Cement and Concrete Research*, vol. 38, n° 2, p. 115-127, févr. 2008, doi: 10.1016/j.cemconres.2007.09.008.
- [18] Le Syndicat français de l'industrie cimentière (Sfic), « Emission de CO<sub>2</sub>: L'industrie cimentière mobilisée pour une diminution de 80% d'ici 2050 », nov. 2018. Consulté le: oct. 20, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/actualite/articles/emission-de-co2-lindustrie-cimentiere-mobilisee-pour-une-diminution-de-80-dici-2050-61299/>
- [19] H. F. W. Taylor, *Cement chemistry*, 2nd éd. London: Thomas Telford Publishing, 1997.
- [20] T. Alomayri, F. U. A. Shaikh, et I. M. Low, « Mechanical and thermal properties of ambient cured cotton fabric-reinforced fly ash-based geopolymers », *Ceramics International*, vol. 40, n° 9, p. 14019-14028, nov. 2014, doi: 10.1016/j.ceramint.2014.05.128.
- [21] Syndicat Français de l'Industrie Cimentière (Sfic), « L'industrie cimentière française et la réduction des émissions de CO<sub>2</sub> », nov. 2013. [En ligne]. Disponible sur: [infociments.fr](http://infociments.fr)
- [22] ACI 122R-02, « Guide to Thermal Properties of Concrete and Masonry Systems », *ACI Committee Reports*, 2002.
- [23] ACI 213R-14, « Guide for Structural Lightweight-Aggregate Concrete », *ACI Committee Reports*, 2003.

- [24] K. M. Anwar Hossain, « Properties of volcanic pumice based cement and lightweight concrete », *Cement and Concrete Research*, vol. 34, n° 2, p. 283–291, févr. 2004, doi: 10.1016/j.cemconres.2003.08.004.
- [25] C. Rudolph et J. Valore, « Cellular Concretes Part 1 Composition and Methods of Preparation », *JP*, vol. 50, n° 5, 1954, doi: 10.14359/11794.
- [26] K. Ramamurthy, E. K. Kunhanandan Nambiar, et G. Indu Siva Ranjani, « A classification of studies on properties of foam concrete », *Cement and Concrete Composites*, vol. 31, n° 6, p. 388–396, juill. 2009, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2009.04.006.
- [27] A. M. Neville, *Properties of concrete*, 5<sup>e</sup> éd. Harlow, England, New York, : Prentice Hall, 2011.
- [28] N. Narayanan et K. Ramamurthy, « Structure and properties of aerated concrete: a review », *Cement and Concrete Composites*, vol. 22, n° 5, p. 321-329, oct. 2000, doi: 10.1016/S0958-9465(00)00016-0.
- [29] A. Just et B. Middendorf, « Microstructure of high-strength foam concrete », *Materials Characterization*, vol. 60, n° 7, p. 741-748, juill. 2009, doi: 10.1016/j.matchar.2008.12.011.
- [30] N. Narayanan et K. Ramamurthy, « Structure and properties of aerated concrete: a review », *Cement and Concrete Composites*, vol. 22, n° 5, p. 321–329, oct. 2000, doi: 10.1016/S0958-9465(00)00016-0.
- [31] G. Samson, A. Phelipot-Mardelé, et C. Lanos, « Thermal and mechanical properties of gypsum–cement foam concrete: effects of surfactant », *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, p. 1502-1521, avr. 2016, doi: 10.1080/19648189.2016.1177601.
- [32] E. K. K. Nambiar et K. Ramamurthy, « Influence of filler type on the properties of foam concrete », *Cement and Concrete Composites*, vol. 28, n° 5, p. 475-480, mai 2006, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2005.12.001.
- [33] K. J. Byun, H. W. Song, S. S. Park, et Y. Song, « Development of structural lightweight foamed concrete using polymer foam agent », *ICPIC*, vol. 98, n° 9, sept. 1980.
- [34] M. Kozłowski et M. Kadela, « Mechanical Characterization of Lightweight Foamed Concrete », *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2018, p. 1-8, 2018, doi: 10.1155/2018/6801258.
- [35] Y. H. M. Amran, N. Farzadnia, et A. A. Abang Ali, « Properties and applications of foamed concrete; a review », *Construction and Building Materials*, vol. 101, p. 990-1005, déc. 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.10.112.
- [36] A. Raj, D. Sathyan, et K. M. Mini, « Physical and functional characteristics of foam concrete: A review », *Construction and Building Materials*, vol. 221, p. 787-799, oct. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.06.052.
- [37] Y. Fu, X. Wang, L. Wang, et Y. Li, « Foam Concrete: A State-of-the-Art and State-of-the-Practice Review », *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2020, p. 1-25, mars 2020, doi: 10.1155/2020/6153602.
- [38] J. Durack et L. Weiqing, « The properties of foamed air cured fly ash based concrete for masonry production », 1998, p. 129-38.
- [39] M. I. Norlia, R. C. Amat, N. L. Rahim, et S. Sallehuddin, « Performance of Lightweight Foamed Concrete with Replacement of Concrete Sludge Aggregate as Coarse Aggregate », *AMR*, vol. 689, p. 265-268, mai 2013, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.689.265.
- [40] T.-H. Wee, D. S. Babu, T. Tamilselvan, et H.-S. Lim, « Air-void system of foamed concrete and its effect on mechanical properties », *ACI materials journal*, vol. 103, n° 1, p. 45, 2006.
- [41] E. K. K. Nambiar et K. Ramamurthy, « Models relating mixture composition to the density and strength of foam concrete using response surface methodology », *Cement and Concrete Composites*, vol. 28, n° 9, p. 752-760, oct. 2006, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2006.06.001.
- [42] E. P. Kearsley et P. J. Wainwright, « The effect of porosity on the strength of foamed concrete », *Cement and Concrete Research*, vol. 32, n° 2, p. 233–239, févr. 2002, doi: 10.1016/S0008-8846(01)00665-2.
- [43] V. Lesovik *et al.*, « Improving the behaviors of foam concrete through the use of composite binder », *Journal of Building Engineering*, vol. 31, p. 101414, sept. 2020, doi: 10.1016/j.jobe.2020.101414.
- [44] H. S. Gökçe, D. Hatungimana, et K. Ramyar, « Effect of fly ash and silica fume on hardened properties of foam concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 194, p. 1-11, janv. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.11.036.
- [45] K.-H. Yang et K.-H. Lee, « Tests on high-performance aerated concrete with a lower density », *Construction and Building Materials*, vol. 74, p. 109–117, janv. 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.10.030.

- [46] N. Beningfield, R. Gaimster, et P. Griffin, « Investigation into the air void characteristics of foamed concrete », in *Use of Foamed Concrete in Construction*, p. 51-60. doi: 10.1680/uofcic.34068.0007.
- [47] A. Saint-Jalmes, M.-L. Peugeot, H. Ferraz, et D. Langevin, « Differences between protein and surfactant foams: Microscopic properties, stability and coarsening », *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 263, n° 1-3, p. 219–225, août 2005, doi: 10.1016/j.colsurfa.2005.02.002.
- [48] R. J. Pugh, « Foaming, foam films, antifoaming and defoaming », *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 64, p. 67-142, févr. 1996, doi: 10.1016/0001-8686(95)00280-4.
- [49] J. Adrien, S. Meille, S. Tadier, E. Maire, et L. Sasaki, « In-situ X-ray tomographic monitoring of gypsum plaster setting », *Cement and Concrete Research*, vol. 82, p. 107-116, avr. 2016, doi: 10.1016/j.cemconres.2015.12.011.
- [50] G. Vekinis, M. F. Ashby, et P. W. R. Beaumont, « Plaster of Paris as a model material for brittle porous solids », *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*, vol. 28, n° 12, p. 3221-3227, juin 1993, doi: 10.1007/BF00354239.
- [51] M. H. H. Mahmoud, M. M. Rashad, I. A. Ibrahim, et E. A. Abdel-Aal, « Crystal modification of calcium sulfate dihydrate in the presence of some surface-active agents », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 270, n° 1, p. 99-105, févr. 2004, doi: 10.1016/j.jcis.2003.09.023.
- [52] A. Çolak, « Density and strength characteristics of foamed gypsum », *Cement and Concrete Composites*, vol. 22, n° 3, p. 193–200, juin 2000, doi: 10.1016/S0958-9465(00)00008-1.
- [53] B. Huang, Y. Zhang, et D. X. Li, « Study on the Influences of Foaming Gypsums Performance », *MSF*, vol. 743-744, p. 222-227, janv. 2013, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.743-744.222.
- [54] E. Roch Isern et G. L. Messing, « Direct foaming and seeding of highly porous, lightweight gypsum », *J. Mater. Res.*, vol. 31, n° 15, p. 2244-2251, août 2016, doi: 10.1557/jmr.2016.246.
- [55] G. Samson, « Synthèse et propriétés des mousses minérales », Thèse, INSA Rennes, 2015.
- [56] F. Matakah, H. Bharadwaj, A. Balachandra, et P. Soroushian, « Aerated concrete produced using locally available raw materials. », *Civil Engineering Journal*, vol. 3, n° 4, p. 214-220, 2017.
- [57] K. Luo *et al.*, « Preparation and performances of foamed hydraulic lime », *Construction and Building Materials*, vol. 290, p. 123244, juill. 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2021.123244.
- [58] P. Palmero, A. Formia, P. Antonaci, S. Brini, et J.-M. Tulliani, « Geopolymer technology for application-oriented dense and lightened materials. Elaboration and characterization », *Ceramics International*, vol. 41, n° 10, p. 12967-12979, déc. 2015, doi: 10.1016/j.ceramint.2015.06.140.
- [59] M. Lassinantti Gualtieri, M. Romagnoli, et A. F. Gualtieri, « Preparation of phosphoric acid-based geopolymer foams using limestone as pore forming agent – Thermal properties by in situ XRPD and Rietveld refinements », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 35, n° 11, p. 3167-3178, oct. 2015, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2015.04.030.
- [60] R. M. Novais, G. Ascensão, L. H. Buruberry, L. Senff, et J. A. Labrincha, « Influence of blowing agent on the fresh- and hardened-state properties of lightweight geopolymers », *Materials & Design*, vol. 108, p. 551-559, oct. 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.07.039.
- [61] Z. Zhang, J. L. Provis, A. Reid, et H. Wang, « Mechanical, thermal insulation, thermal resistance and acoustic absorption properties of geopolymer foam concrete », *Cement and Concrete Composites*, vol. 62, p. 97-105, sept. 2015, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2015.03.013.
- [62] G. Samson, M. Cyr, et X. X. Gao, « Thermomechanical performance of blended metakaolin-GGBS alkali-activated foam concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 157, p. 982-993, déc. 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.09.146.
- [63] Z. Zhang, J. L. Provis, A. Reid, et H. Wang, « Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction », *Construction and Building Materials*, vol. 56, p. 113-127, avr. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.01.081.
- [64] M. Fawer, M. Concannon, et W. Rieber, « Life cycle inventories for the production of sodium silicates », *Int. J. LCA*, vol. 4, n° 4, p. 207, juill. 1999, doi: 10.1007/BF02979498.
- [65] D. Aldridge, « Introduction to foamed concrete: What, Why, How », in *Use of Foamed Concrete in Construction*, Thomas Telford Publishing, 2005, p. 1–14. doi: 10.1680/uofcic.34068.0001.
- [66] S. Ganesan, M. A. Othuman Mydin, M. Y. Mohd Yunos, et M. N. Mohd Nawawi, « Thermal Properties of Foamed Concrete with Various Densities and Additives at Ambient Temperature », *AMM*, vol. 747, p. 230-233, mars 2015, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.747.230.
- [67] M. A. O. Mydin, « Effective thermal conductivity of foamcrete of different densities », *Concr. Res. Lett*, vol. 2, n° 1, p. 181-189, mars 2011.
- [68] K.-H. Yang et K.-H. Lee, « Tests on high-performance aerated concrete with a lower density », *Construction and Building Materials*, vol. 74, p. 109-117, janv. 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.10.030.



- [69] H. Weigler et S. Karl, « Structural lightweight aggregate concrete with reduced density—lightweight aggregate foamed concrete », *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, vol. 2, n° 2, p. 101-104, juin 1980, doi: 10.1016/0262-5075(80)90029-9.
- [70] B. Chen et N. Liu, « A novel lightweight concrete-fabrication and its thermal and mechanical properties », *Construction and Building Materials*, vol. 44, p. 691–698, juill. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.03.091.
- [71] D. K. Panesar, « Cellular concrete properties and the effect of synthetic and protein foaming agents », *Construction and Building Materials*, vol. 44, p. 575–584, juill. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.03.024.
- [72] J. Skujans, A. Vulans, U. Iljins, et A. Aboltins, « Measurements of heat transfer of multi-layered wall construction with foam gypsum », *Applied Thermal Engineering*, vol. 27, n° 7, p. 1219-1224, mai 2007, doi: 10.1016/j.applthermaleng.2006.02.047.
- [73] G. Samson, A. Phelipot-Mardelé, et C. Lanos, « A review of thermomechanical properties of lightweight concrete », *Magazine of Concrete Research*, vol. 69, n° 4, p. 201–216, févr. 2017, doi: 10.1680/jmacr.16.00324.
- [74] D. Falliano, D. De Domenico, G. Ricciardi, et E. Gugliandolo, « Experimental investigation on the compressive strength of foamed concrete: Effect of curing conditions, cement type, foaming agent and dry density », *Construction and Building Materials*, vol. 165, p. 735–749, mars 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.12.241.
- [75] Kearsley, E. P., *The use of foam concrete for affordable development in third world countries (p. 10). Presented at Concrete in Service of Mankind*. Scotland, 1996.
- [76] E. P. Kearsley et P. J. Wainwright, « The effect of porosity on the strength of foamed concrete », *Cement and Concrete Research*, vol. 32, n° 2, p. 233-239, févr. 2002, doi: 10.1016/S0008-8846(01)00665-2.
- [77] E. Namsone, G. Šahmenko, A. Korjakins, et E. Namsone, « Influence of Porous Aggregate on the Properties of Foamed Concrete », *Construction Science*, vol. 19, n° 1, janv. 2016, doi: 10.1515/cons-2016-0006.
- [78] T.-H. Wee, S. B. Daneti, et T. Tamilselvan, « Effect of w/c ratio on air-void system of foamed concrete and their influence on mechanical properties », *Magazine of Concrete Research*, vol. 63, n° 8, p. 583-595, août 2011, doi: 10.1680/macr.2011.63.8.583.
- [79] H. Awang et A. Muhammad Hafiz, « Durability Properties Of Foamed Concrete With Fiber Inclusion », févr. 2014, doi: 10.5281/ZENODO.1091440.
- [80] M. A. Othuman Mydin, N. A. Rozlan, et S. Ganesan, « Experimental Study on the Mechanical Properties of Coconut Fibre Reinforced Lightweight Foamed Concrete », *Journal of Materials and Environmental Science*, vol. 6, n° 2, p. 407-411, 2015.
- [81] V. Fedorov et A. Mestnikov, « Influence of cellulose fibers on structure and properties of fiber reinforced foam concrete », *MATEC Web Conf.*, vol. 143, p. 02008, 2018, doi: 10.1051/mateconf/201814302008.
- [82] B. Chen et N. Liu, « A novel lightweight concrete-fabrication and its thermal and mechanical properties », *Construction and Building Materials*, vol. 44, p. 691-698, juill. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.03.091.
- [83] O. Kayali, M. N. Haque, et B. Zhu, « Some characteristics of high strength fiber reinforced lightweight aggregate concrete », *Cement and Concrete Composites*, vol. 25, n° 2, p. 207-213, févr. 2003, doi: 10.1016/S0958-9465(02)00016-1.
- [84] J.-H. Lee, « Influence of concrete strength combined with fiber content in the residual flexural strengths of fiber reinforced concrete », *Composite Structures*, vol. 168, p. 216-225, mai 2017, doi: 10.1016/j.compstruct.2017.01.052.
- [85] D. Falliano, D. De Domenico, G. Ricciardi, et E. Gugliandolo, « Experimental investigation on the compressive strength of foamed concrete: Effect of curing conditions, cement type, foaming agent and dry density », *Construction and Building Materials*, vol. 165, p. 735-749, mars 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.12.241.
- [86] C. T. Tam, T. Y. Lim, R. Sri Ravindrarajah, et S. L. Lee, « Relationship between strength and volumetric composition of moist-cured cellular concrete », *Magazine of Concrete Research*, vol. 39, n° 138, p. 12-18, mars 1987, doi: 10.1680/macr.1987.39.138.12.
- [87] A. Steshenko, A. Kudyakov, V. Konusheva, et O. Syrkin, « Structure formation control of foam concrete », Makassar, Indonesia, 2017, p. 020001. doi: 10.1063/1.4973017.
- [88] M. Barfield et N. Ghafouri, « Air-entrained self-consolidating concrete: A study of admixture sources », *Construction and Building Materials*, vol. 26, n° 1, p. 490-496, janv. 2012, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2011.06.049.

- [89] S. Ghorbani, S. Ghorbani, Z. Tao, J. de Brito, et M. Tavakkolizadeh, « Effect of magnetized water on foam stability and compressive strength of foam concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 197, p. 280-290, févr. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.11.160.
- [90] Wikiwand, « Dodécylsulfate de sodium ».
- [91] I. Cantat *et al.*, *Les Mousses : structure et dynamique*. Belin, 2010. [En ligne]. Disponible sur: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00915920>
- [92] J. Delacotte, E. Rio, F. Restagno, C. Üzümlü, R. von Klitzing, et D. Langevin, « Viscosity of Polyelectrolytes Solutions in Nanofilms », *Langmuir*, vol. 26, n° 11, p. 7819–7823, juin 2010, doi: 10.1021/la9046676.
- [93] V. Bergeron, « Forces and structure in thin liquid soap films », *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 11, n° 19, p. R215, 1999.
- [94] C. Stubenrauch et R. Von Klitzing, « Disjoining pressure in thin liquid foam and emulsion films—new concepts and perspectives », *Journal of Physics: condensed matter*, vol. 15, n° 27, p. R1197, 2003.
- [95] E. Rio, « Stabilité des mousses : quelques expériences montrant l'influence de la rhéologie de surface. Dynamique des Fluides [physics.flu-dyn] », Université Paris Sud - Paris XI, 2013.
- [96] B. Cabane et S. Hénon, *Liquides. Solutions, dispersions, émulsions, gels: Solutions, dispersions, émulsions, gels*, Belin Éducation. 2015.
- [97] J.-L. Salager et L. Choplin, « Mousses - Formation, formulation et propriétés », *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, vol. 14, p. J2200.1-J2200, 2008.
- [98] C.-H. Chang et E. I. Franses, « Adsorption dynamics of surfactants at the air/water interface: a critical review of mathematical models, data, and mechanisms », *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 100, p. 1-45, juill. 1995, doi: 10.1016/0927-7757(94)03061-4.
- [99] P. Mukerjee et K. J. Mysels, « Critical Micelle Concentrations of Aqueous Surfactant Systems », National Bureau of standards, U.S Govt, 1971.
- [100] S. Besson, « Propriétés adhésives entre deux bulles de savon », 2007.
- [101] D. Cho, G. Narsimhan, et E. I. Franses, « Adsorption Dynamics of Native and Alkylated Derivatives of Bovine Serum Albumin at Air–Water Interfaces », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 178, n° 1, p. 348-357, mars 1996, doi: 10.1006/jcis.1996.0123.
- [102] M. Cornec, D. A. Kim, et G. Narsimhan, « Adsorption dynamics and interfacial properties of  $\alpha$ -lactalbumin in native and molten globule state conformation at air–water interface », *Food Hydrocolloids*, vol. 15, n° 3, p. 303-313, mai 2001, doi: 10.1016/S0268-005X(01)00031-5.
- [103] Z. Wang et G. Narsimhan, « Evolution of liquid holdup profile in a standing protein stabilized foam », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 280, n° 1, p. 224-233, déc. 2004, doi: 10.1016/j.jcis.2004.07.018.
- [104] M. A. Bos et T. van Vliet, « Interfacial rheological properties of adsorbed protein layers and surfactants: a review », *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 91, n° 3, p. 437-471, juill. 2001, doi: 10.1016/S0001-8686(00)00077-4.
- [105] E. A. Foegeding, P. J. Luck, et J. P. Davis, « Factors determining the physical properties of protein foams », *Food Hydrocolloids*, vol. 20, n° 2-3, p. 284-292, mars 2006, doi: 10.1016/j.foodhyd.2005.03.014.
- [106] B. S. Murray, « Stabilization of bubbles and foams », *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, vol. 12, n° 4-5, p. 232-241, oct. 2007, doi: 10.1016/j.cocis.2007.07.009.
- [107] P. J. Wilde, « Interfaces: their role in foam and emulsion behaviour », *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, vol. 5, n° 3-4, p. 176-181, juill. 2000, doi: 10.1016/S1359-0294(00)00056-X.
- [108] M. Coke, P. J. Wilde, E. J. Russell, et D. C. Clark, « The influence of surface composition and molecular diffusion on the stability of foams formed from protein/surfactant mixtures », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 138, n° 2, p. 489-504, sept. 1990, doi: 10.1016/0021-9797(90)90231-C.
- [109] P. A. Wierenga, M. B. J. Meinders, M. R. Egmond, A. G. J. Voragen, et H. H. J. de Jongh, « Quantitative Description of the Relation between Protein Net Charge and Protein Adsorption to Air–Water Interfaces », *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 109, n° 35, p. 16946-16952, sept. 2005, doi: 10.1021/jp050990g.
- [110] K. A. Majorek *et al.*, « Structural and immunologic characterization of bovine, horse, and rabbit serum albumins », *Molecular Immunology*, vol. 52, n° 3, p. 174-182, oct. 2012, doi: 10.1016/j.molimm.2012.05.011.
- [111] E. O. Saphire *et al.*, « Crystal Structure of a Neutralizing Human IgG Against HIV-1: A Template for Vaccine Design », *Science*, vol. 293, n° 5532, p. 1155-1159, août 2001, doi: 10.1126/science.1061692.

- [112] A. Prins, M. A. Bos, F. J. G. Boerboom, et H. K. A. I. van Kalsbeek, « Relation between surface rheology and foaming behaviour of aqueous protein solutions », in *Studies in Interface Science*, vol. 7, Elsevier, 1998, p. 221-265. doi: 10.1016/S1383-7303(98)80053-7.
- [113] D. E. Graham et M. C. Phillips, « Proteins at liquid interfaces », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 70, n° 3, p. 403-414, juill. 1979, doi: 10.1016/0021-9797(79)90048-1.
- [114] P. A. Wierenga et H. Gruppen, « New views on foams from protein solutions », *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, vol. 15, n° 5, p. 365-373, oct. 2010, doi: 10.1016/j.cocis.2010.05.017.
- [115] A. Prins, M. A. Bos, F. J. G. Boerboom, et H. K. A. I. van Kalsbeek, « Relation between surface rheology and foaming behaviour of aqueous protein solutions », in *Studies in Interface Science*, vol. 7, D. Möbius et R. Miller, Éd. Elsevier, 1998, p. 221-265. doi: 10.1016/S1383-7303(98)80053-7.
- [116] H. B. Bull, « Spread Monolayers of Protein », in *Advances in Protein Chemistry*, vol. 3, Elsevier, 1947, p. 95-121. doi: 10.1016/S0065-3233(08)60077-7.
- [117] J. Maldonado-Valderrama, V. B. Fainerman, E. Aksenenko, M. Jose Gálvez-Ruiz, M. A. Cabrerizo-Vílchez, et R. Miller, « Dynamics of protein adsorption at the oil–water interface: comparison with a theoretical model », *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 261, n° 1-3, p. 85-92, juill. 2005, doi: 10.1016/j.colsurfa.2004.10.131.
- [118] S. A. Roberts, I. W. Kellaway, K. M. G. Taylor, B. Warburton, et K. Peters, « Combined Surface Pressure–Interfacial Shear Rheology Study of the Effect of pH on the Adsorption of Proteins at the Air–Water Interface », *Langmuir*, vol. 21, n° 16, p. 7342-7348, août 2005, doi: 10.1021/la050272l.
- [119] G. J. Szöllösi, I. Derényi, et J. Vörös, « Reversible mesoscopic model of protein adsorption: From equilibrium to dynamics », *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, vol. 343, p. 359-375, nov. 2004, doi: 10.1016/j.physa.2004.06.062.
- [120] R. Miller *et al.*, « Dynamics of protein and mixed protein/surfactant adsorption layers at the water/fluid interface », *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 86, n° 1-2, p. 39-82, mai 2000, doi: 10.1016/S0001-8686(00)00032-4.
- [121] G. Narsimhan et F. Uraizee, « Kinetics of adsorption of globular proteins at an air-water interface », *Biotechnology Progress*, vol. 8, n° 3, p. 187-196, mai 1992, doi: 10.1021/bp00015a003.
- [122] F. MacRitchie et A. E. Alexander, « Kinetics of adsorption of proteins at interfaces. Part II. The role of pressure barriers in adsorption », *Journal of Colloid Science*, vol. 18, n° 5, p. 458-463, juin 1963, doi: 10.1016/0095-8522(63)90037-0.
- [123] A. Martin, K. Grolle, M. Bos, M. Stuart, et T. Vanvliet, « Network Forming Properties of Various Proteins Adsorbed at the Air/Water Interface in Relation to Foam Stability », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 254, n° 1, p. 175-183, oct. 2002, doi: 10.1006/jcis.2002.8592.
- [124] M. J. Ridout, A. R. Mackie, et P. J. Wilde, « Rheology of Mixed  $\beta$ -Casein/ $\beta$ -Lactoglobulin Films at the Air–Water Interface », *J. Agric. Food Chem.*, vol. 52, n° 12, p. 3930-3937, juin 2004, doi: 10.1021/jf034854p.
- [125] C. J. Beverung, C. J. Radke, et H. W. Blanch, « Protein adsorption at the oil/water interface: characterization of adsorption kinetics by dynamic interfacial tension measurements », *Biophysical Chemistry*, vol. 81, n° 1, p. 59-80, sept. 1999, doi: 10.1016/S0301-4622(99)00082-4.
- [126] S. A. Holt, D. J. McGillivray, S. Poon, et J. W. White, « Protein Deformation and Surfactancy at an Interface », *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 104, n° 31, p. 7431-7438, août 2000, doi: 10.1021/jp000614q.
- [127] F. A. Husband, M. J. Garrood, A. R. Mackie, G. R. Burnett, et P. J. Wilde, « Adsorbed Protein Secondary and Tertiary Structures by Circular Dichroism and Infrared Spectroscopy with Refractive Index Matched Emulsions », *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, vol. 49, n° 2, p. 859-866, févr. 2001, doi: 10.1021/jf000688z.
- [128] M. B. J. Meinders et H. H. J. De Jongh, « Limited conformational change of  $\beta$ -lactoglobulin when adsorbed at the air-water interface », *Biopolymers*, vol. 67, n° 4-5, p. 319-322, 2002, doi: 10.1002/bip.10115.
- [129] P. A. Wierenga, M. B. J. Meinders, M. R. Egmond, F. A. G. J. Voragen, et H. H. J. de Jongh, « Protein Exposed Hydrophobicity Reduces the Kinetic Barrier for Adsorption of Ovalbumin to the Air–Water Interface », *Langmuir*, vol. 19, n° 21, p. 8964-8970, oct. 2003, doi: 10.1021/la034868p.
- [130] J. Talbot, G. Tarjus, P. R. Van Tassel, et P. Viot, « From car parking to protein adsorption: an overview of sequential adsorption processes », *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 165, n° 1-3, p. 287-324, mai 2000, doi: 10.1016/S0927-7757(99)00409-4.

- [131] F. Carn, « Intégration entre chimie douce et fluides complexes pour la genèse d'architectures poreuses hiérarchisées: synthèses, caractérisations et application », PhD Thesis, Université Bordeaux 1, 2006.
- [132] D. Weaire et R. Phelan, « A counter-example to Kelvin's conjecture on minimal surfaces », *Philosophical Magazine Letters*, vol. 69, n° 2, p. 107-110, févr. 1994, doi: 10.1080/09500839408241577.
- [133] M. Kirca, A. Gül, E. Ekinçi, F. Yardım, et A. Mugan, « Computational modeling of micro-cellular carbon foams », *Finite Elements in Analysis and Design*, vol. 44, n° 1-2, p. 45-52, déc. 2007, doi: 10.1016/j.finel.2007.08.008.
- [134] H. X. Zhu, J. F. Knott, et N. J. Mills, « Analysis of the elastic properties of open-cell foams with tetrakaidecahedral cells », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 45, n° 3, p. 319-343, mars 1997, doi: 10.1016/S0022-5096(96)00090-7.
- [135] L. Gong, S. Kyriakides, et W.-Y. Jang, « Compressive response of open-cell foams. Part I: Morphology and elastic properties », *International Journal of Solids and Structures*, vol. 42, n° 5-6, p. 1355-1379, mars 2005, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2004.07.023.
- [136] F. A. Shutov, « Foamed polymers. Cellular structure and properties », *Industrial developments*, p. 155-218, 1983.
- [137] J. Goyon, F. Bertrand, O. Pitois, et G. Ovarlez, « Shear Induced Drainage in Foamy Yield-Stress Fluids », *Physical Review Letters*, vol. 104, n° 12, mars 2010, doi: 10.1103/PhysRevLett.104.128301.
- [138] A. M. Kraynik, « Foam Flows », *Annual Review of Fluid Mechanics*, vol. 20, n° 1, p. 325-357, janv. 1988, doi: 10.1146/annurev.fl.20.010188.001545.
- [139] S. A. Khan, C. A. Schnepper, et R. C. Armstrong, « Foam Rheology: III. Measurement of Shear Flow Properties », *Journal of Rheology*, vol. 32, n° 1, p. 69-92, janv. 1988, doi: 10.1122/1.549964.
- [140] H. A. Barnes et K. Walters, « The yield stress myth? », *Rheol Acta*, vol. 24, n° 4, p. 323-326, juill. 1985, doi: 10.1007/BF01333960.
- [141] S. A. Khan, C. A. Schnepper, et R. C. Armstrong, « Foam rheology: III. Measurement of shear flow properties », *Journal of Rheology*, vol. 32, n° 1, p. 69-92, 1988.
- [142] D. Weaire, « The rheology of foam », *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, vol. 13, n° 3, p. 171-176, juin 2008, doi: 10.1016/j.cocis.2007.11.004.
- [143] A. Beyer, R. Millhone, et R. Foote, « Flow behavior of foam as a well circulating fluid », présenté à Fall meeting of the society of petroleum engineers of AIME, 1972.
- [144] A. M. Kraynik, « Foam flows », *Annual Review of Fluid Mechanics*, vol. 20, n° 1, p. 325-357, 1988.
- [145] N. N. Thondavadi et R. Lemlich, « Flow properties of foam with and without solid particles », *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*, vol. 24, n° 3, p. 748-753, 1985.
- [146] J. P. Heller et M. S. Kuntamukkula, « Critical review of the foam rheology literature », *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 26, n° 2, p. 318-325, févr. 1987, doi: 10.1021/ie00062a023.
- [147] P. Estellé, C. Michon, C. Lanos, et J. Grossiord, « De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative », *Rhéologie*, vol. 21, p. 10-35, 2011.

## Chapitre II : Caractérisation des mousses aqueuses et minérales en frais

---

### Sommaire

---

II.1 - Introduction .....	48
II.2 - Matériaux .....	49
II.3 - Méthodes .....	51
II.4 - Les mousses aqueuses .....	59
II.5 - Mousse de gypse à l'état frais .....	74
II.6 - Mousse de chaux à l'état frais .....	76
II.7 - Rhéologie des mousses minérales .....	77
II.8 - Lien entre mousses minérales et mousses aqueuses .....	85
II.9 - Conclusions .....	90
II.10 - Références .....	91

---



## II.1 - Introduction

Ce chapitre est dédié à l'étude des mousses aqueuses et des mousses minérales à l'état frais et à la recherche d'un lien entre les deux types de mousses.

Ce chapitre commence par la présentation des différents composants utilisés pour formuler les mousses minérales développées dans ce travail de thèse, ainsi que les méthodes utilisées pour caractériser les mousses aqueuses et les mousses minérales à l'état frais. L'étude des mousses aqueuses présente la capacité à réduire la tension de surface des tensioactifs synthétiques et protéiniques retenus pour l'étude. Les mesures de tension de surface sont réalisées avec un tensiomètre DSA30 de KRÜSS GmbH. Le pouvoir moussant des tensioactifs et leur effet sur la stabilité ainsi que la structure porale des mousses aqueuses sont étudiés sur la base des données de l'analyseur de mousses DFA100 de KRÜSS GmbH. Ces analyses permettent de classer les agents moussants en termes de moussabilité et de stabilité. Une caractérisation rhéologique de certaines mousses aqueuses termine cette partie.

En complément du travail sur les mousses aqueuses, le développement de mousses minérales est entrepris sur deux matrices minérales différentes : une matrice à base gypse et une autre à base de chaux. Les méthodes de moussage utilisées, moussage direct et par pré-moussage, sont décrites ; puis les caractéristiques physiques des mousses minérales sont étudiées en faisant varier les paramètres de formulation ou de condition de moussage. La caractérisation rhéologique de certaines mousses minérales à l'état frais vient compléter ce chapitre.

Les études menées sur les mousses aqueuses permettent d'identifier le volume d'eau associé à la mousse. Le ratio de ce volume sur le volume total de mousse permet de guider le calcul des caractéristiques physiques telles que les porosités des mousses minérales à l'état frais et durci et finalement avoir le lien entre les mousses aqueuses et minérales. Ce lien est abordé en synthèse de cette partie ainsi qu'une réflexion sur la stabilité des mousses minérales à l'état frais.



## II.2 - Matériaux

Les deux liants choisis pour produire du béton mousse (appelé mousse minérale dans la suite du travail) sont le plâtre et la chaux, ils présentent l'avantage d'être des matériaux « écologiques », à faible empreinte carbone, recyclables et à prise relativement rapide. Les caractéristiques de ces deux liants sont d'abord présentées. Les cinq tensioactifs synthétiques et protéiniques sélectionnés pour l'étude des mousses aqueuses et minérales sont ensuite abordés.

### II.2.1. Liants utilisés

#### II.2.1.1 Le plâtre

Le premier liant utilisé dans cette étude est le plâtre Molda 3 Normal commercial produit par Saint Gobain (fiche technique en annexe 1). Ce plâtre est un semi-hydrate non formulé ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ) produit à partir de gypse naturel de haute pureté estimée à plus de 91%. Sa masse volumique réelle mesurée avec un pycnomètre à gaz (sous azote) est de  $2630 \text{ kg/m}^3$ . Les impuretés correspondent essentiellement à de la calcite. Le plâtre est un liant hydraulique dont l'hydratation permet d'obtenir du gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$ ). La masse volumique réelle du gypse obtenu après réhydratation du plâtre étudié est de  $2320 \text{ kg/m}^3$ . Le gypse est largement utilisé dans le domaine de la construction en raison de sa porosité élevée (bâtiment, isolation et protection au feu) variant entre 30 et 60%. Il est également un matériau vert caractérisé par une faible consommation d'énergie lors de sa fabrication et un faible coût.

Le temps de prise au couteau de ce plâtre est de 22 min ; le début de prise est estimé à 17 min et la fin de prise est à 39 min (dureté shore A).

Il convient de rappeler que le rapport E/L minimum nécessaire pour l'hydratation du plâtre est de 0,186 [148]. Cependant, le gâchage conventionnel correspond à un rapport de masse d'eau sur masse de plâtre de 0,65. Un taux de gâchage plus élevé améliore la maniabilité de la pâte en augmentant sa fluidité.

#### II.2.1.2 La Chaux

L'utilisation de la chaux dans les constructions est maîtrisée depuis longtemps. Ce matériau est à la base de nombreux mortiers de maçonnerie. Il a l'avantage de pouvoir générer des matrices présentant de bonnes propriétés thermiques et acoustiques, en raison d'une porosité aisée à régler en jouant essentiellement sur le dosage en eau du mélange. Anti-fongique en raison de son pH élevé, la chaux seule ne peut cependant pas être utilisée pour assurer un rôle structurel porteur. Ceci justifie son utilisation principalement comme liant dans les matériaux de remplissage, les enduits, etc.

La chaux utilisée dans cette étude est une chaux hydraulique formulée ThermO® de BCB Tradical®. Elle est obtenue par assemblage d'une chaux hydraulique NHL avec un ciment Portland. La formulation finale reste confidentielle. Cette chaux (fiche technique en annexe 1) est caractérisée par un raidissement apparent sensible en quelques heures, fonction du dosage en eau. Le taux de gâchage de cette chaux est généralement compris entre 0,6 et 0,8. La masse volumique réelle de ce liant est de  $2560 \text{ kg/m}^3$  mesurée par la méthode du pycnomètre Le Chatelier [10]. La composition chimique de ce liant est indiquée dans le Tableau II.1.

Les matériaux à base de chaux sont caractérisés par une perméabilité élevée, un faible retrait, et une compatibilité naturelle avec les matériaux cimentaires anciens [57]. Toutefois, la chaux hydraulique présente de meilleures performances à court et à long terme dans l'air ou dans un environnement de carbonatation accélérée par rapport à la chaux aérienne. Ce type de liant peut être considéré comme un matériau cimentaire plus approprié vis-à-vis de l'environnement pour la préparation d'une mousse minérale par rapport au ciment Portland compte tenu de sa carbonatation plus rapide et intense (stockage du  $\text{CO}_2$ ).

Tableau II.1 : Composition chimique du liant à base de chaux [10]

Matériel	Liant (%)
Si	4,306
Mg	0
Al	0,972
S	1,125
Cl	0,112
K	0,465
Ca	48,242
Ti	0
Fe	0,73
Autres	43,941

## II.2.2. Adjuvants

Afin d'améliorer l'ouvrabilité et la maniabilité des pâtes minérales, des additifs ont été ajoutés pour certaines formulations. Deux types d'adjuvants sont utilisés dans cette étude, un superplastifiant et un retardateur de prise.

Le superplastifiant utilisé est un adjuvant de type polymétacrylate : SemperActis® SP20 fourni par K&Co®. Une quantité de 0,2 w% de la masse de liant est ajoutée permettant de garantir une fluidité suffisante pour les suspensions produites à base de chaux à des taux de gâchage relativement faible soit 0,6.

En raison du temps de prise rapide des deux matrices utilisées (la chaux et le gypse), un retardateur de prise Retardan P fourni par Sika® est ajouté à la formulation avec un taux de 0,01 w% de la masse du liant. Ce retardateur dérivé d'une protéine dégradée précipite sur les surfaces des grains réduisant ainsi la solubilité des sulfates de calcium, décalant le début de la prise sans en changer la dynamique.

## II.2.3. Agents moussants

Comme expliqué auparavant, l'agitation de l'eau pure sans aucune addition génère des bulles qui disparaissent rapidement en raison du drainage rapide du liquide, suivi de la coalescence et du mûrissement. L'introduction d'un agent moussant dans l'eau est nécessaire pour stabiliser les films d'eau et obtenir une mousse stable. Trois tensioactifs synthétiques et deux autres protéiniques sont sélectionnés pour cette étude.

Le Tableau II.2 présente le type et la composition chimique des trois tensioactifs synthétiques choisis : Hostapur OSB (nommée OSB) de Clariant Produkte®, CTAB (CTAB) et Cetrimide (Cetri) de Novo Nordisk Pharmatech A/S®. Ce choix se base sur une étude menée par Samson et al. [31], ces trois tensioactifs ont permis, entre autres, d'avoir une bonne moussabilité et de meilleures performances thermomécaniques sur des mousses minérales de gypse-ciment.

S'ajoutent deux autres tensioactifs biosourcés à base de protéines : une protéine animale de blanc d'œuf, l'albumine Albuwhip, produite par Sosa® (AB) et une protéine végétale commerciale Eabassoc fournie par EAB Associate® (EA) dont la composition n'est pas connue (fiches techniques en annexe 1). Le choix de ces deux protéines s'explique pour des raisons différentes : l'albumine est une protéine largement utilisée, souvent citée dans la littérature ; elle est historiquement utilisée comme agent hydrophobe pour le traitement d'ornement en gypse ; l'Eabassoc est une protéine développée pour générer des mousses cimentaires.

Il convient de noter que l'Albumine (AB) en poudre n'est pas facile à dissoudre dans l'eau distillée. Par conséquent, les préparations en solution sont laissées sous agitation à température ambiante toute une nuit, conformément à la littérature. Les préparations en solution de la protéine Eabassoc (EA), qui est initialement sous forme liquide (teneur en extrait sec = 18%) sont réalisées le jour même de l'essai, leur solubilité dans l'eau étant suffisante.

Tableau II.2 : Les caractéristiques des tensioactifs étudiés

Nom	Type de tensioactifs	Composition chimique	Fournisseur
Hostapur OSB	Anionique	C <sub>14/16</sub> - $\alpha$ -olefin sulphonate sodium salt	Clariant Produkte
CTAB	Cationique	C <sub>19</sub> H <sub>42</sub> NBr : Hexadecyl trimethyl ammonium bromide	Novo Nordisk Pharmatech A/S
Cetrimide	Cationique	C <sub>17</sub> H <sub>38</sub> NBr : Trimethyl tetradecyl ammonium bromide	Novo Nordisk Pharmatech A/S

## II.3 - Méthodes

Cette partie présente dans un premier temps les dispositifs et protocoles mis en place pour caractériser les tensioactifs sélectionnés et étudier la stabilité des mousses aqueuses. Les différentes formulations étudiées et les méthodes appliquées pour produire les mousses minérales sont ensuite évoquées. Les deux dispositifs utilisés pour la caractérisation rhéologique des mousses aqueuses et minérales sont aussi présentés.

### II.3.1. Tensiomètre : Tension de surface, CMC

La tension de surface à l'interface entre l'air et la solution aqueuse de chaque tensioactif a été mesurée à l'aide du tensiomètre KRÜSS "Drop Shape Analyser DSA30" (Figure II.1 gauche). Les tests, réalisés dans des conditions ambiantes :  $T = 23 \pm 1$  °C et HR = 50%, utilisent la méthode de la goutte pendante. Les gouttes sont produites à l'aide d'une aiguille de calibre 15, avec un diamètre extérieur de 1,835 mm. La goutte apparaît avec un débit de 0,2  $\mu$ l/s ; son volume est contrôlé manuellement. Au cours de la mesure, le logiciel enregistre et analyse numériquement la forme des gouttes apparaissant à l'extrémité de la seringue. L'injection est arrêtée lorsque la forme de la goutte se détache clairement du bout de l'aiguille (Figure II.1 droite). La tension de surface est obtenue avec une résolution de 0,01 mN/m. Le calcul de la tension de surface est basé sur l'équation de Young-Laplace qui se base sur l'équilibre des forces internes et externes agissant sur la goutte. Les valeurs de tension de surface enregistrées sont la moyenne d'au moins 20 mesures (10 mesures/goutte). Une nouvelle seringue est utilisée pour chaque concentration testée.

La précision de la mesure avec l'appareil est appréciée en réalisant des essais sur de l'eau distillée. Un écart absolu moyen de 0,29 % a été obtenu entre les données expérimentales ( $\gamma_{\text{eau}} = 72,96$  mN/m) et les données de référence ( $\gamma_{\text{eau}} = 72,294$  mN/m) à 23 °C [149].

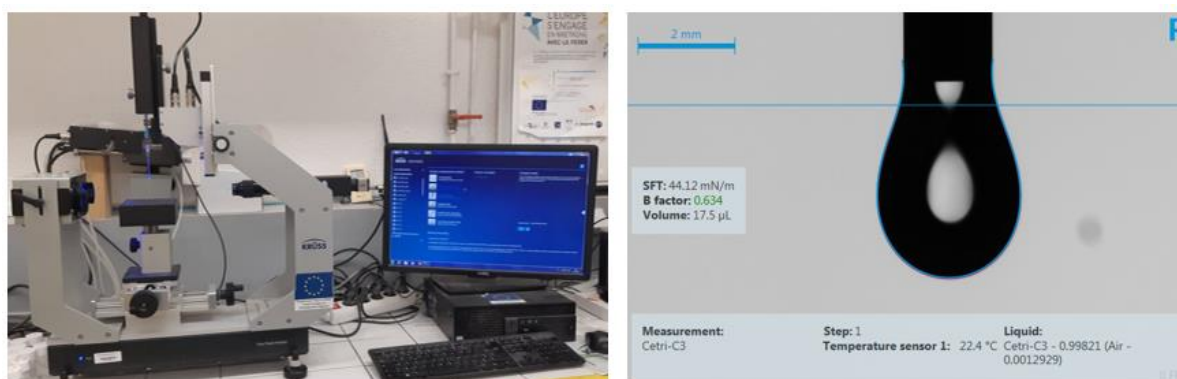


Figure II.1 : Dispositif de mesure de la tension de surface Drop Shape Analyzer de KRÜSS (gauche). Méthode de la goutte pendante (droite).

Afin de tracer la courbe de la tension de surface, plusieurs essais doivent être réalisés en faisant varier le dosage en tensioactif d'une solution aqueuse (cf. Figure I.26). Une gamme de concentrations allant

de 200 à  $7966 \pm 1$  mg/l a été couverte ; une solution initiale présentant une concentration de 7966 mg/l a été préparée pour chaque tensioactif avec de l'eau distillée. Les mesures de tension de surface sont faites à partir de cette solution concentrée qui est diluée entre chaque essai ; une dilution de concentration de 0,1 en échelle logarithmique est utilisée. Elle permet d'obtenir la courbe de la tension de surface en fonction du dosage en tensioactifs, appelée isotherme de tension de surface. La concentration micellaire critique (CMC) des tensioactifs est identifiée à partir de ces courbes ainsi que la tension de surface associée.

Pour des solutions concentrées, le tensioactif cationique CTAB a présenté des précipitations sous forme de cristaux après 24h de préparation des solutions. La solubilité du CTAB indiquée par le fournisseur est de 55 g/l. Sachant que le CTAB est difficile à dissoudre dans l'eau, les laboratoires du fournisseur le préparent en dissolvant 4 g dans 50 ml d'IPA (alcool isopropylique) et de l'eau avec un rapport de 1:1. L'IPA peut être éliminé par évaporation (sous rotation) par la suite. Toutefois, dans cette étude, il a été décidé de préparer les solutions concentrées en CTAB juste avant la mesure, afin de ne pas perturber les mesures par l'ajout d'additif. Les solutions sont ensuite vibrées dans un bain à ultrasons pendant 15 à 30 min, afin de dissoudre les particules non visibles à l'œil nu. Avant la mesure, la stabilisation en température des solutions est réalisée en conditions ambiantes.

Pour les tensioactifs à base de protéines, ce protocole de mesure de tension de surface a été adapté. En effet une migration visible des molécules sur l'interface perturbe la stabilité de la goutte générée et ainsi la mesure de la tension de surface. Afin de comprendre ce mécanisme, des essais sont entrepris pour mesurer la variation de la tension de surface à l'interface durant cette migration. Les mesures ont été enregistrées toutes les secondes pendant 12 minutes, soit un temps caractéristique de la durée du malaxage lors de la formation de mousses minérales. Les valeurs de tension de surface des protéines retenues sont la moyenne de 3 mesures faites sur des gouttes différentes.

### II.3.2. Pouvoir moussant et structure porale : Analyseur de mousses DFA100

L'analyseur de mousses DFA100 de KRÜSS (Figure II.2 (a) et (b)) est utilisé dans cette étude pour mesurer la moussabilité, la stabilité de la mousse et la structure porale produite avec les solutions de tensioactifs.

La mousse aqueuse est formée en injectant du gaz dans un tube en verre contenant une solution d'eau et de tensioactif. L'appareil est équipé de plusieurs détecteurs de photons permettant d'analyser l'intensité de la lumière passant au travers de la solution moussée ; la lumière est diffusée par un panneau LED, situé sur toute la hauteur de la colonne transparente (Figure II.2 (c)). Étant donné que le gaz et le liquide sont tous les deux plus ou moins transparents à la lumière, les deux interfaces liquide/mousse et mousse/air sont détectées en utilisant la différence entre les valeurs d'intensité lumineuse mesurées. Le logiciel permet d'enregistrer les variations des hauteurs de la partie liquide et de la partie mousse en fonction du temps. La hauteur totale de la solution moussée et la hauteur de liquide sont mesurées durant la phase de moussage puis durant la phase de destruction (après arrêt de l'injection de gaz) (Figure II.3), la hauteur de mousse aqueuse peut alors être déduite. L'appareil est également équipé d'une caméra permettant d'analyser la structure porale de la mousse et son évolution en fonction du temps, le logiciel en déduit une répartition par taille des bulles et leur aire moyenne.

Pour toutes les mesures, 50 ml de solution sont placés à l'aide d'une seringue dans une colonne de verre transparent de 44 mm de diamètre intérieur, positionnée entre le panneau LED et les capteurs optiques (détecteur de photons). Après l'ajout de la solution dans la colonne, une durée de repos de 5 à 10 minutes est nécessaire afin de faire disparaître les bulles non désirées et avoir une mesure fiable du pouvoir moussant. L'air comprimé est alors injecté à l'aide d'une pompe intégrée dans l'appareil. Après plusieurs essais de calibrage, le débit de gaz fixé pour l'étude est de 0,3 l/min pendant 18 s. Cette injection se fait à travers une pierre poreuse placée à la base de la colonne, dont la taille des pores varie entre 40 et 100  $\mu\text{m}$ .

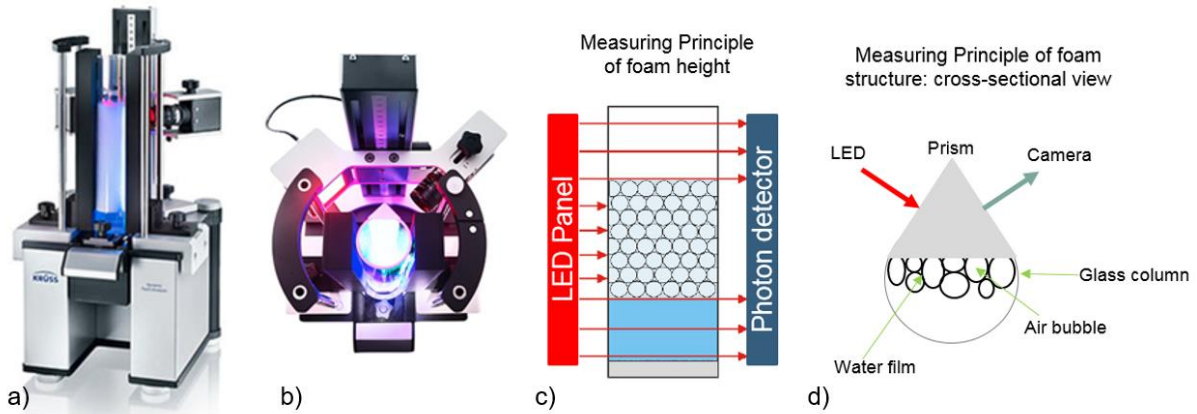


Figure II.2 : Analyseur des mousses DFA100 (a et b) [150]. Principe de la mesure de la hauteur des mousses et leur structure (c et d).

Le dispositif crée la mousse de 0 s à  $t_0$ .  $t_0$  indique la fin de la formation de la mousse, la hauteur totale obtenue correspond à la hauteur maximale ( $H_T$ ); après, la destruction de la mousse commence (Figure II.3 gauche). Lunkheimer et Malysa [151] ont divisé la destruction de la mousse en trois phases à partir du point initial  $t_0$  :

- Pendant la première phase, le processus de drainage du liquide commence, mais la hauteur totale reste constante car la quantité de liquide drainé compense la quantité de mousse décomposée. La fin de cette phase est marquée par  $t_{dev}$  (temps de déviation).
- La seconde phase, débutant à  $t_{dev}$ , est appelée phase destructive ; la hauteur totale diminue en raison de la décomposition de la mousse associée au drainage du liquide.
- La troisième phase commence à  $t_{tr}$  qui correspond au moment où la hauteur de liquide sous la mousse reste constante ; la mousse peut alors être considérée sèche.

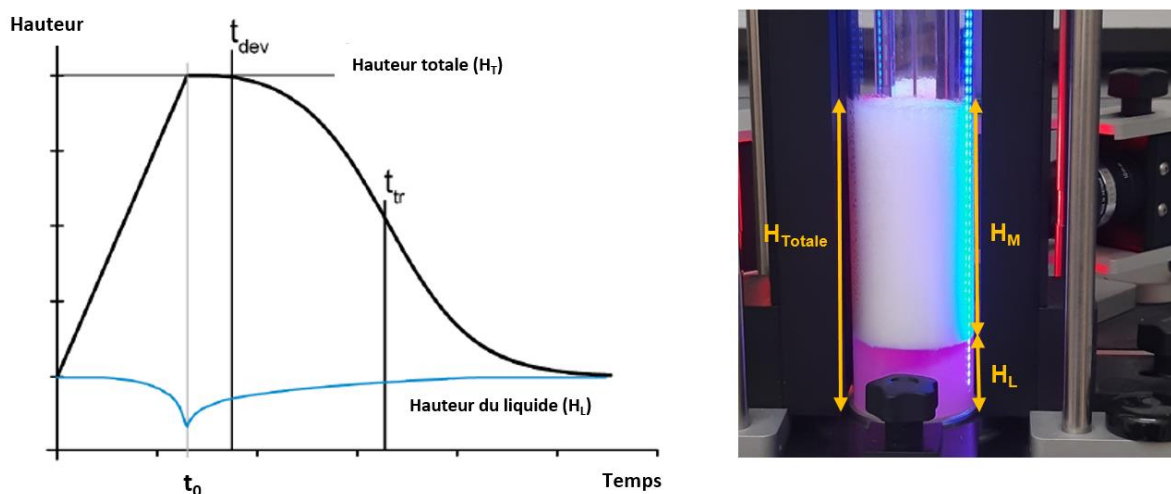


Figure II.3 : Les phases de moussage et de destruction de la mousse (gauche). Exemple d'une mousse produite avec le DFA100 avec les différentes hauteurs mesurées.

Le DFA100 permet aussi de visualiser la structure bidimensionnelle de la mousse avec la caméra associée à l'appareil. Cette visualisation passe par un prisme installé sur toute la hauteur de la colonne de verre dans laquelle est générée la mousse. Selon le principe de réflexion totale, ce prisme génère des images de la structure bidimensionnelle de la mousse avec un contraste élevé (Figure II.2 droite). Les images à fort contraste détectées par la caméra sont analysées avec le logiciel de l'analyseur de mousse. Il donne la répartition des bulles par taille et son évolution dans le temps. La Figure II.4 montre un exemple de distribution du nombre et de la taille des bulles sur la base d'une photo enregistrée 10 min après la fin du moussage. Pour toutes les mesures, la taille des bulles a été observée à 70 mm au-dessus de la pierre poreuse. Sachant que la mousse sèche rapidement dans la partie supérieure et reste humide dans la partie inférieure, le choix de placer l'appareil photo au milieu semble être la position optimale.



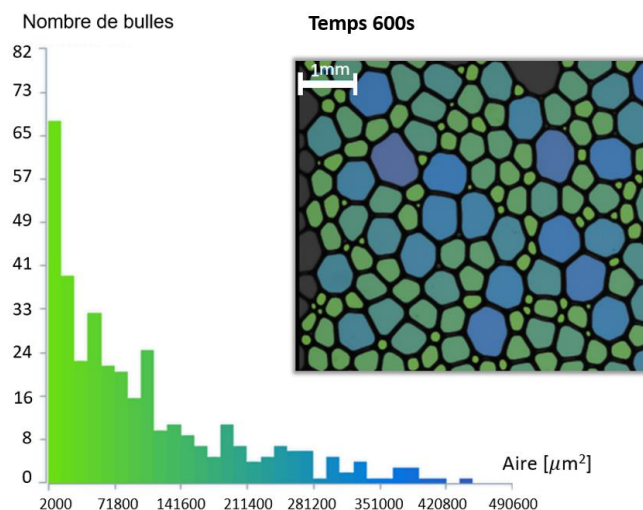


Figure II.4 : Distribution du nombre de bulles en fonction de leur surface en  $\mu\text{m}^2$  pour la mousse aqueuse Hostapur OSB, produite à la CMC (les images sont enregistrées 10 min après la fin du moussage).

### II.3.3. Méthode de moussage

Différentes techniques de moussage peuvent être appliquées pour la réalisation des mousses minérales : moussages chimique et mécanique. Dans cette étude, deux méthodes de moussage mécanique sont utilisées en association avec les tensioactifs présentés précédemment : la méthode de moussage par pré-moussage et la méthode par moussage direct.

#### II.3.3.1 Méthode par moussage direct : DF

La plupart des séries de mousse de gypse et de chaux sont produites par moussage direct : tous les constituants sont mixés en même temps à l'aide d'un malaxeur équipé d'un fouet. Le malaxeur utilisé est un Heavy Duty Kitchen Aid, équipé d'un bol de 5 litres (Figure II.5).

Cette méthode consiste dans un premier temps à obtenir une pâte par simple mélange de tous les composants (solide et liquide), à vitesse lente 200 tr/min, pendant 50 secondes avec une pâle. Cette première étape est suivie d'un raclage afin d'obtenir une pâte homogène et d'éliminer tout dépôt au fond du bol. Puis un fouet est installé en remplacement de la pâle. La vitesse de malaxage est alors augmentée jusqu'à 350 tr/min pour introduire des bulles d'air dans la suspension et produire une mousse. Le temps de malaxage est un paramètre d'ajustement du procédé, il varie de 2 min à 20 min.

Le temps zéro de la production des mousses produites par moussage direct correspond à l'instant de contact entre l'eau et le liant.

Les mousses produites avec cette méthode sont appelées DF. Pendant le processus de moussage, la croissance du volume/hauteur de la mousse a été mesurée à l'aide d'un distancemètre laser Magnusson® avec une précision de  $\pm 2$  mm.



Figure II.5 : Matériel de moussage direct (gauche), mesure de la montée de la mousse pendant le malaxage à l'aide d'un laser (droite).

### II.3.3.2 Méthode par pré-moussage : PF

La méthode de pré-moussage (Figure II.6) a été utilisée, en particulier, dans le cas des mousses de gypses avec albumine. La présence de cette protéine ne permet pas de générer un volume de mousse suffisant par la méthode du moussage direct.

La méthode par pré-moussage consiste à former la mousse aqueuse séparément de la pâte. Dans cette étude, la mousse aqueuse est fabriquée en mélangeant la protéine avec 500 ml d'eau dans un malaxeur Heavy Duty Kitchen Aid, équipé d'un fouet, à une vitesse de 350 tr/min. La pâte de gypse est formée en malaxant, pendant 1 min, le plâtre avec l'eau avec une vitesse de 200 tr/min. Le malaxeur utilisé possède les mêmes caractéristiques, il est toutefois équipé d'une pâle. La quantité désirée de pâte est ensuite ajoutée lentement à la mousse aqueuse pour éviter de l'endommager. Le malaxage est poursuivi jusqu'à former une mousse de gypse homogène.

Le temps zéro de la production des mousses produites par pré-moussage correspond à l'instant de contact entre le plâtre et l'eau.



Figure II.6 : Processus de la méthode par pré-moussage : 1) La pâte est préparée séparément de la mousse aqueuse. 2) La pâte est ajoutée doucement à la mousse aqueuse. 3) Malaxage des composants afin d'avoir une mousse homogène.

### II.3.4. Rhéométrie

La caractérisation rhéologique est effectuée sur des pâtes de gypse produites avec différents taux de gâchage, sur des mousses aqueuses et des mousses de gypse avec différents temps de malaxage.

#### II.3.4.1 Rhéomètre Kinexus

La caractérisation rhéologique des mousses aqueuses, des pâtes et des mousses minérales a été effectuée à l'aide d'un rhéomètre Kinexus Pro (Malvern®) en adoptant une géométrie « vane à quatre pales » de rayon 12,5 mm et de hauteur 62 mm (Figure II.7). L'échantillon est placé dans un godet sablé de 35 mm de diamètre et 65 mm de profondeur. Cette méthode est couramment utilisée pour les fluides non newtoniens ainsi que les suspensions concentrées. Un entrefer de 1 mm entre le fond du godet et l'outil est maintenu pendant les essais. Toutes les mesures sont faites à une température ambiante de  $T = 23 \pm 1^\circ\text{C}$ .

La géométrie vane permet de réduire le glissement aux parois du godet : le matériau testé se situe à la fois entre les pales du vane et dans l'entrefer, le cisaillement est donc interne au matériau. Cette géométrie permet aussi, au moment de l'introduction de l'outil vane dans la mousse, de diminuer les perturbations sur sa structure. Toutefois, une altération de la granulométrie des bulles durant l'essai reste possible du fait de l'étroitesse de l'entrefer choisi.



Figure II.7 : Rhéomètre Kinexus et l'outil vane.

### II.3.4.2 Rhéomètre Brookfield

La caractérisation rhéologique a également été réalisée avec un rhéomètre Brookfield® à géométrie « vane à quatre pales », de rayon 20 mm et de hauteur 20 mm. La mesure est faite directement sur l'échantillon fabriqué dans le bol du mélangeur (Figure II.8). La mesure ainsi réalisée correspond à la caractérisation de la mousse minérale située en haut du bol.

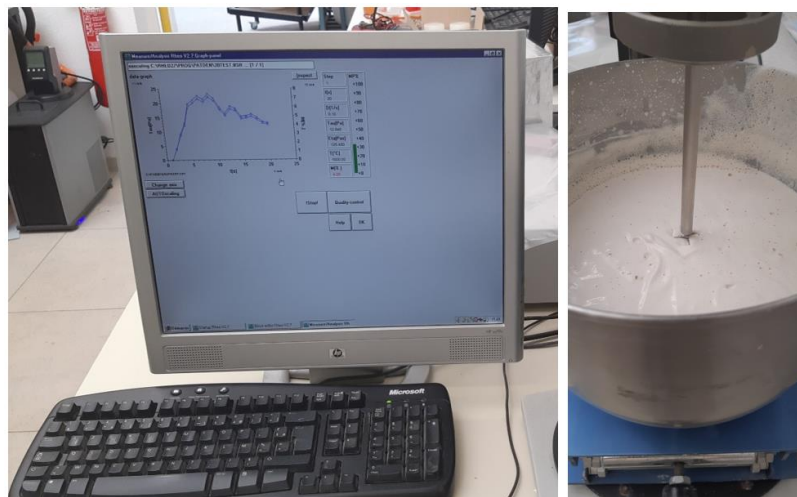


Figure II.8 : Mesure rhéologique avec un rhéomètre Brookfield® à géométrie vane.

Ce rhéomètre permet d'évaluer les propriétés rhéologiques (courbe d'écoulement, viscosité et contrainte de mise en écoulement).

### II.3.4.3 Protocoles de mesure

La rhéologie des mousses minérales est mesurée à l'aide des deux dispositifs susmentionnés. Un taux de cisaillement de  $0,1 \text{ s}^{-1}$  est appliqué pour les mousses minérales pendant 2 minutes afin d'évaluer la contrainte de mise en écoulement.

La contrainte de cisaillement est identifiée à partir de la mesure du couple  $M$ , le matériau étant cisailé de façon uniforme sur une surface cylindrique définie par les deux dimensions de l'ailette (hauteur  $h$  et diamètre  $D$ ) ainsi que sur sa base. Le calcul se fait à partir de l'équation Eq (2.1) :

$$\tau = \frac{2M}{\pi D^3} \left( \frac{h}{D} + C \right)^{-1} \quad \text{Eq (2.1)}$$



Le paramètre C représente le cisaillement sur les faces supérieure et inférieure de l'ailette. Lorsque l'ailette est complètement noyée dans le matériau, le paramètre C vaut 1/3. Lorsque l'ailette se trouve au niveau de la surface de l'échantillon, C a une valeur de 1/6 [147]. Les valeurs obtenues par les deux dispositifs (Kinexus et Brookfield) sont basées sur un calcul dans lequel les ailettes sont considérées affleurer la surface. Par conséquent, on prendra  $C = 1/6$ .

Dans le cas des mousses aqueuses, la gamme de contrainte de mise en écoulement ne peut être mesurée qu'avec le dispositif Kinexus. L'échantillon de mousse malaxé à 400 tr/min est prélevé directement dans le bol par aspiration, à l'aide d'une seringue de 30 mm de diamètre coupée à son extrémité. Il est ensuite injecté délicatement dans le godet, de façon à remplir l'ensemble du volume (Figure II.9). Un faible taux de cisaillement constant de  $0,03 \text{ s}^{-1}$  est appliqué pendant au moins 300 s afin de pouvoir noter l'évolution de la contrainte seuil. Le temps de malaxage lors de la préparation de la mousse aqueuse est un paramètre influençant directement le taux de moussage. Plusieurs temps sont testés : 4, 6, 8, 10, 12 et 15 minutes. Un taux de cisaillement légèrement supérieur est appliqué aux mousses produites avec l'albumine :  $0,05 \text{ s}^{-1}$ .

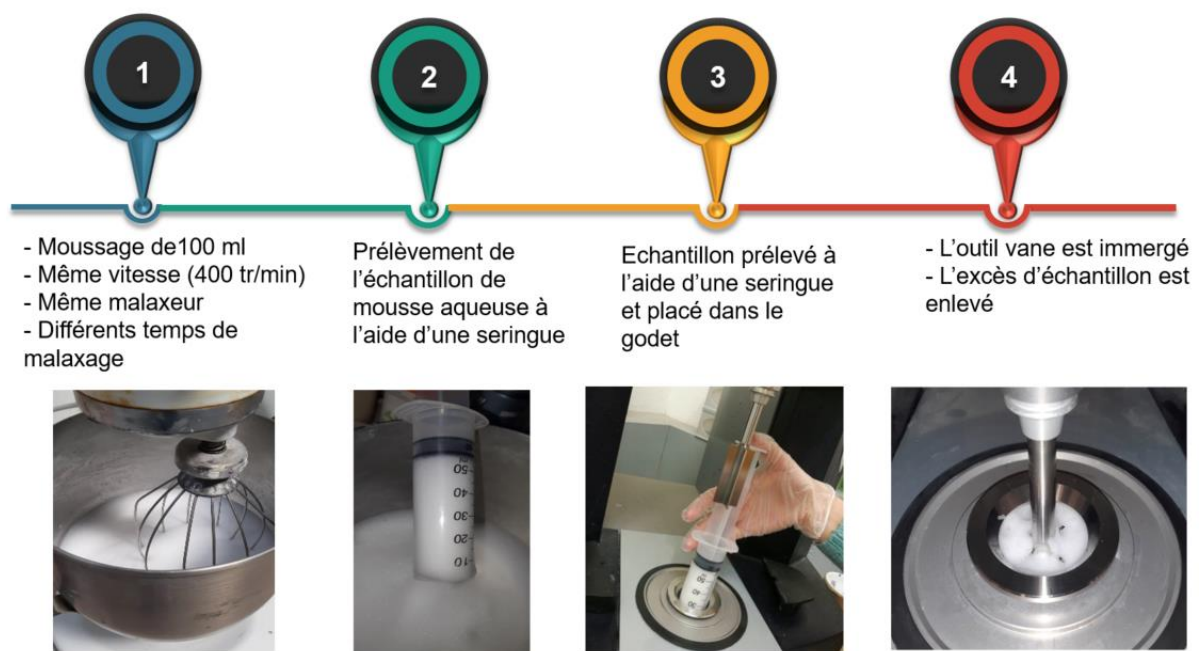


Figure II.9 : Les différentes étapes du protocole de la mesure rhéologique réalisée sur les mousses aqueuses.

Les mesures effectuées sur la pâte de plâtre, avec le rhéomètre Kinexus, suivent une autre démarche. En effet, une rampe logarithmique avec un taux de cisaillement variant de  $0,5$  à  $25 \text{ s}^{-1}$  est appliquée pendant 2 minutes, permettant ainsi d'identifier la courbe d'écoulement en exploitant les protocoles de dépouillement de mesures proposés dans le logiciel associé au rhéomètre. Deux modèles rhéologiques, couramment utilisés dans la littérature pour les pâtes de ciment, sont appliqués pour retraduire l'évolution de la contrainte de cisaillement des pâtes en fonction de la vitesse de cisaillement :

Le modèle de Bingham (Eq (2.2)) avec  $\sigma_0$  et  $\eta_p$  respectivement la contrainte seuil de mise en écoulement de la pâte et la viscosité plastique, et  $\dot{\gamma}$  le taux de cisaillement.

$$\sigma = \sigma_0 + \eta_p \cdot \dot{\gamma} \quad \text{Eq (2.2)}$$

Le modèle de Herschel-Bulkley (Eq (2.3)) avec  $\sigma_0$ ,  $K$ , la consistance, et  $n$ , l'indice d'écoulement.

$$\sigma = \sigma_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n \quad \text{Eq (2.3)}$$

La rhéologie des pâtes est étudiée pour trois dosages en eau :  $E/L = 0,6, 0,7$  et  $0,8$ .

Pour toutes les mesures (mousses aqueuses et minérales), le temps nécessaire entre le prélèvement de l'échantillon et le démarrage de la mesure est d'environ trois minutes.

### II.3.5. Formulation et production des échantillons de mousses minérales

Afin de comprendre l'influence sur le moussage et les caractéristiques obtenues, différents paramètres sont étudiés. Ils sont liés à :

- la formulation : nature du liant, E/L, dosage et nature du tensioactif,
- les paramètres de moussage : temps de malaxage.

Ainsi, les mousses de gypse ont été produites avec différents rapports massiques eau/liant, E/L, allant de 0,6 à 0,8. Le temps de malaxage va de 2 à 20 minutes, ce qui a permis d'obtenir différentes masses volumiques de mousse minérale à l'état frais : de 300 à 1000 kg/m<sup>3</sup>. Plusieurs séries de mousses de gypse sont produites (Tableau II.3). Les échantillons sont produits avec de l'Hostapur OSB avec une teneur égale à sa concentration micellaire critique (CMC), soit 0,08 w% de la masse d'eau. D'autres échantillons sont produits avec des teneurs égales à CMC/2, CMC/4 et CMC/8. Les protéines étant des agents moussants qui n'ont pas de CMC, les mousses de gypse avec l'Eabassoc sont produites avec les teneurs en protéine suivantes : 1, 0,5, 0,25, 0,125 et 0,0625 w% de la masse d'eau en utilisant la méthode de malaxage direct. En ce qui concerne les mousses produites avec l'albumine, la teneur ajoutée est égale à 1, 2 et 5 w% de la masse d'eau. La poudre d'albumine est dissoute dans l'eau en utilisant un homogénéiseur à haute vitesse, Micro Turax®, dans le cas de la méthode par pré-moussage, ou directement ajoutée à la formulation. Des mousses de gypse à base d'albumine ont pu être produites par moussage direct grâce à l'ajout d'Hostapur OSB (un dosage de 0,08 et 0,06%) ; ces mousses sont nommées AB/OSB. Pour cette série, la poudre d'albumine est dissoute dans l'eau avec le Micro Turax® ou bien directement ajoutée à la formulation (les dosages en albumine sont de 1 ou 2%).

Etant donné que l'étude des mousses de chaux vient compléter une précédente recherche, les formulations préparées sont moins variées et nombreuses [10]. Le rapport E/L est fixé à 0,6 et un superplastifiant SemperActis® SP20 est ajouté afin d'obtenir une fluidité suffisante (0,01 w% de la masse de liant). La mousse est obtenue en introduisant le tensioactif Hostapur OSB dans la pâte de chaux. Une teneur en Hostapur OSB de 0,14 w% de la masse de liant a été nécessaire pour fabriquer les mousses. Une telle formulation correspond à une concentration en tensioactif dans l'eau de gâchage égale à 0,23 w%. Cette valeur est largement supérieure à la CMC de l'Hostapur OSB (0,08 %). Un excès de tensioactif semble ainsi nécessaire pour assurer le moussage de cette matrice très ferme : une partie de la teneur en tensioactif est probablement piégée avec la matrice solide. Un effet du pH élevé dans la chaux sur l'activité du tensioactif est également probable.

Tableau II.3 : Les séries de mousses produites : rapport E/L, dosage en tensioactif, temps de malaxage et la méthode de moussage appliquée.

Liant	Gypse				Chaux
Agent moussant	OSB	EA	AB	AB/OSB	OSB
Rapport E/L	0,6 - 0,65 - 0,7 - 0,75 - 0,8		0,7	0,7	0,6
Dosage	CMC = 0,08%, CMC/2, CMC/4, CMC/8	1%, 0,5%, 0,25%, 0,125%, 0,0625%	1%, 2%, 5%	0,08% ou 0,06% OSB et 1% ou 2% AB	0,23%
Moussage	DF	DF	PF	DF	DF avec 0,01% superplastifiant
Temps de malaxage [min]	2 à 20	2 à 20	7 à 20	7	2 à 23
Nb d'échantillons moulés	51	34	10	12	12

Les mousses produites sont coulées, directement après le moussage, à l'état frais dans des moules cylindriques de 80 mm de diamètre et de 180 mm de hauteur. Elles sont ensuite conservées dans une salle à température ambiante (23°C et 50% HR) jusqu'à stabilisation. Le démoulage est effectué après plus de 24 heures, sauf pour les mousses PFAB pour lesquelles l'ajout d'AB retarde la prise.

### II.3.6. Masse volumique de pâte et des mousses minérales

La masse volumique des mousses minérales à l'état frais est mesurée directement après la fin du malaxage à l'aide d'un pot de 250 ml de volume. Une deuxième mesure est faite également pour les moules remplis de mousse permettant de confirmer les résultats.

La masse volumique à l'état durci est calculée à partir d'une mesure de masse juste avant les essais de caractérisations et d'une mesure dimensionnelle de la hauteur et du diamètre. Chaque dimension est la moyenne de quatre mesures.

### II.3.7. Porosité

Étant donné que l'objectif principal de cette étude est de déterminer le lien entre la structure des pores des mousses minérales et leurs performances hygrothermiques, mécanique et acoustique, différents types de porosités ont été identifiés et calculés. La porosité totale ( $p_T$ ) qui inclut tous les vides dans le matériau. Cette porosité est calculée sur la base de la différence entre la masse volumique durcie apparente de l'échantillon  $\rho_{app}$  et la masse volumique réelle de la matrice solide  $\rho_r$  (Eq (2.4)).

La masse volumique réelle de la matrice (gypse et chaux) est mesurée à l'aide d'un pycnomètre à gaz, sous azote, de Quantachrome Instruments®, sur une matrice solide broyée en poudre et séchée.

$$p_T = 100 \times \left(1 - \frac{\rho_{app}}{\rho_r}\right) \quad \text{Eq (2.4)}$$

La seconde porosité étudiée est la porosité de la matrice ( $p_M$ ), elle correspond au volume des vides internes de la matrice. Ces vides apparaissent pendant la prise et le durcissement de la matrice ainsi que lors du séchage de l'eau excédentaire non consommée lors de l'hydratation du liant. Enfin, la porosité due aux bulles d'air formées lors du moussage, piégées dans la pâte, est appelée porosité des vides ( $p_V$ ). Ces trois porosités sont liées par l'équation suivante (Eq (2.5)) :

$$p_T = p_M + p_V \quad \text{Eq (2.5)}$$

## II.4 - Les mousses aqueuses

La caractérisation des mousses aqueuses produites avec les différents tensioactifs cités auparavant est abordée dans cette partie. La capacité des tensioactifs à réduire la tension de surface est d'abord évaluée puis la stabilité et l'évolution de la structure porale des mousses sont étudiées. Une caractérisation rhéologique de ces mousses complète cette étude.

### II.4.1. Tension de surface, CMC

La CMC des tensioactifs synthétiques peut être déterminée à partir de l'isotherme de tension de surface. La Figure II.10 montre l'évolution de la tension de surface en fonction du dosage des trois tensioactifs synthétiques : Hostapur OSB, Cetrimide et CTAB.

La forme de la courbe obtenue est conforme à celle de l'isotherme de tension de surface dérivée de l'équation de Gibbs [152], [153]. La rupture de la pente des courbes permet de déterminer les valeurs de CMC. La CMC de l'Hostapur OSB est de 796 mg/l, cette concentration correspond à une tension de surface  $\gamma_{OSB} = 35,69 \pm 0,5$  mN/m. Le Cetrimide et le CTAB appartiennent à la même famille de tensioactifs cationiques ; ils ont également une composition chimique similaire. Ceci explique la proximité des valeurs de tension de surface associée à la CMC :  $\gamma_{CTAB} = 37,19 \pm 0,18$  mN/m et  $\gamma_{Cetrimide} = 38,14 \pm 0,21$  mN/m. La tension de surface obtenue à la CMC de ces trois tensioactifs reste du même ordre de grandeur, avec un pouvoir légèrement plus important pour l'Hostapur OSB. Ces valeurs sont en accord avec celles de Samson et al. [31]. Néanmoins, ces deux tensioactifs cationiques présentent des CMC différentes :  $CMC_{CTAB} = 358$  mg/l (0,982 mM) et  $CMC_{Cetrimide} = 1261$  mg/l (3,75 mM). Ces résultats sont également cohérents avec ceux obtenus dans la littérature [31], [154], [155].

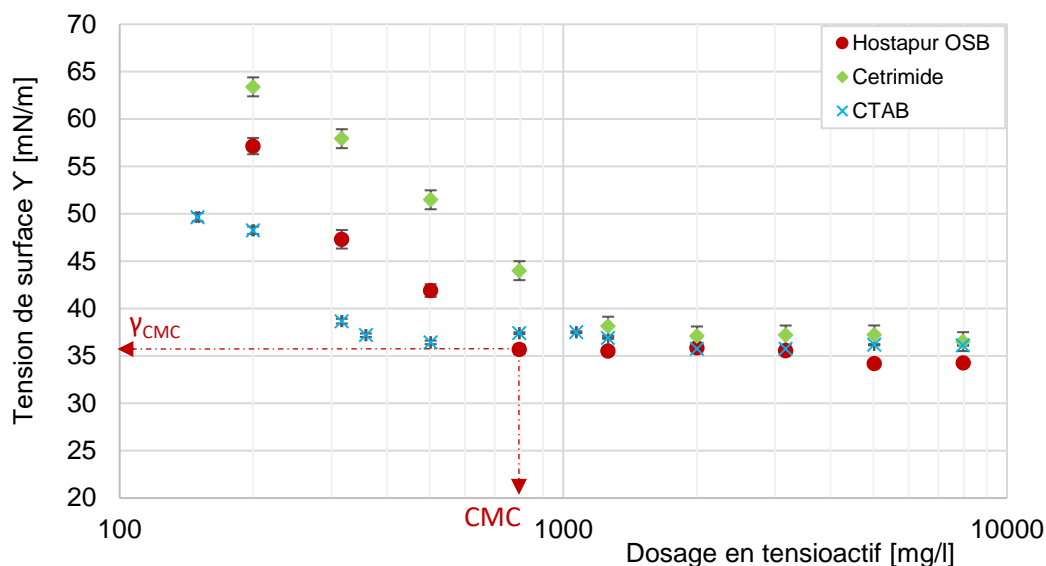


Figure II.10 : Evolution de la tension de surface en fonction du dosage en tensioactif (Hostapur OSB, CTAB et Cetrimide) : Détermination de la CMC.

Les valeurs de la CMC et des tensions de surfaces associées, obtenues pour les tensioactifs étudiés, sont regroupées dans le Tableau II. 4:

*Tableau II. 4 : Valeurs des CMC et tensions de surface des trois tensioactifs*

Tensioactifs	Hostapur OSB	Cetrimide	CTAB
CMC [mg/l]	796	1 261	358
$\gamma_{CMC}$ [mN/m]	35,69	38,14	37,19

Dans le cas des protéines, aucune CMC n'est identifiable sur les courbes d'évolution de la tension de surface en fonction du dosage en tensioactif. Aussi, pour les deux protéines testées, trois dosages ont été choisis sur la base d'une étude préalable : 2 %, 5 % et 10 %. Les valeurs des tensions de surface présentées dans le Tableau II.5 sont la moyenne d'au moins trois répétitions. On remarque que la tension de surface évolue avec le dosage en protéine, toutefois cette tension semble se stabiliser au-delà d'un taux de 5%. Un exemple de l'évolution de la tension de surface en fonction du temps est montré dans la Figure II.11 pour des dosages de 10% EA et AB. La tension de surface des solutions AB diminue dans le temps, les molécules de protéine se réorganisent en déformant la goutte. La tension de surface obtenue avec EA est plutôt stable avec le temps. Si l'on compare les valeurs, EA semble avoir un pouvoir très important de diminution de la tension de surface. Il est suivi par les tensioactifs de synthèse et pour finir AB avec des valeurs près de 10 mN/m plus grandes.

Tableau II.5 : Les valeurs de la tension de surface des solutions des protéines juste après la formation de la goutte et après 12 min.

Protéine	Dosage protéine [%]	$\gamma$ [mN/m]	$\gamma$ [mN/m] après 12 min
AB	2%	52,85 ± 2,1	46,49 ± 0,15
	5%	48,64 ± 0,32	45,45 ± 0,39
	10%	48,48 ± 0,44	44,27 ± 0,1
EA	2%	28,76 ± 0,31	
	5%	30,76 ± 0,18	
	10%	30,42 ± 0,12	

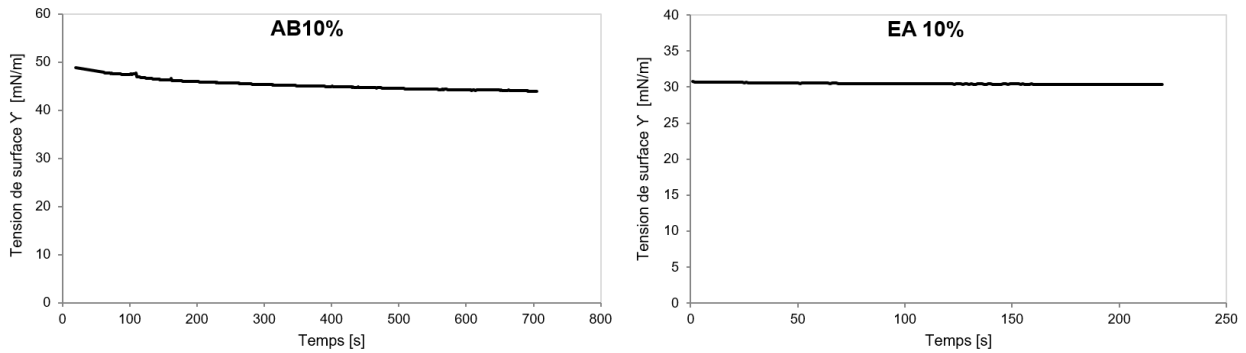


Figure II.11 : Evolution de la tension de surface d'une solution AB 10% (gauche) et EA 10% (droite).

## II.4.2. Moussabilité et stabilité des mousses aqueuses

Le pouvoir moussant et la stabilité de la mousse sont étudiés pour chaque tensioactif à l'aide du générateur de mousse DFA100. Les mesures donnent l'évolution en fonction du temps de la hauteur totale de la mousse aqueuse, somme de la hauteur de la mousse  $H_M$  et de la hauteur du liquide  $H_L$ . La moussabilité des tensioactifs est directement corrélée à la hauteur totale créée après la fin du bullage à  $t_0$ . La stabilité de la mousse est caractérisée par  $t_{dev}$  et  $t_{50\%}$ , deux paramètres de stabilité.  $t_{50\%}$  représente le temps où la hauteur totale de la mousse est réduite de moitié par rapport à la hauteur initiale de la mousse à  $t_0$ . La Figure II.12 présente une mesure réalisée pour une mousse aqueuse d'Hostapur OSB créée à la CMC, l'évolution de sa structure est également enregistrée au cours du temps. On retrouve les 3 phases identifiées par Lunckheimer et Malysa [5].

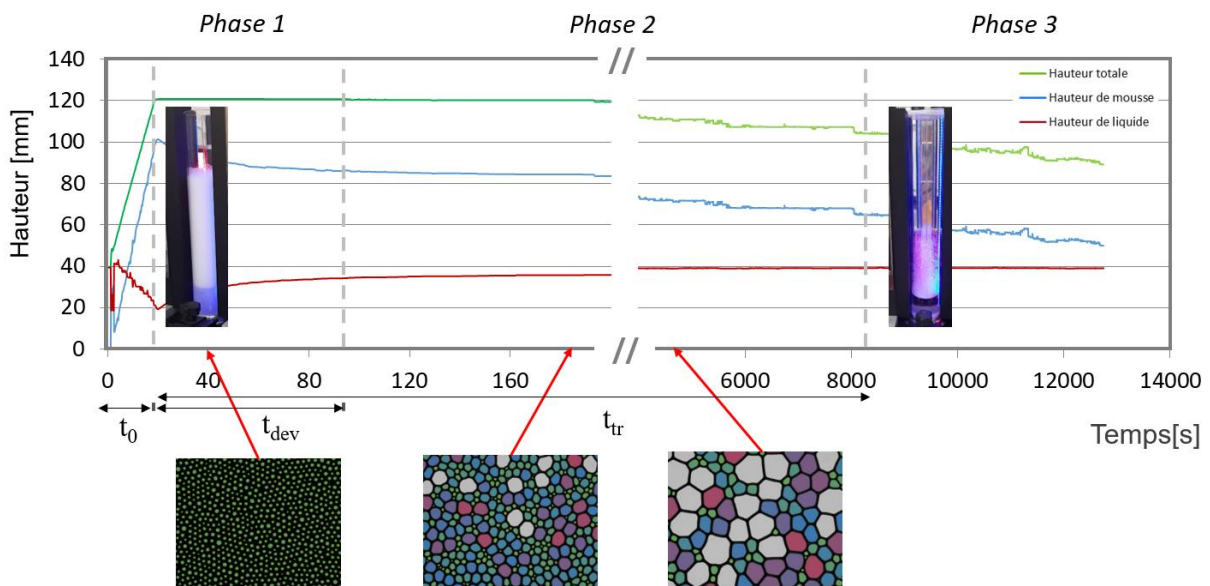


Figure II.12 : Mesure de la hauteur totale, de la hauteur de la mousse et de la hauteur de la solution (liquide) en fonction du temps - Mousse d'Hostapur OSB à la CMC.

### II.4.2.1 Pouvoir moussant

Afin de déterminer la concentration en tensioactif à laquelle la moussabilité est considérée comme optimale, trois concentrations ont été étudiées : 0,1, 0,5 et  $1 \times CMC$ . Il faut noter que pour une concentration de Cetrimide égale à  $0,1 \times CMC$  et une concentration de CTAB égale à 0,1 et  $0,5 \times CMC$  la formation de mousse est impossible avec le débit de 0,3 l/min. Aussi une concentration égale à  $2 \times CMC$  est testée dans le cas du Cetrimide ; une mousse est formée et permet la réalisation complète de l'essai. On remarque d'ores et déjà que l'Hostapur OSB permet de générer des mousses à faible concentration contrairement aux deux autres tensioactifs. Le CTAB étant difficile à dissoudre dans l'eau, le travail a été limité à la CMC.



Les valeurs de  $t_{50\%}$  de ces mousses sont présentées dans le Tableau II.6. Il est raisonnable, compte tenu des résultats obtenus sur la mesure de tension de surface, de s'attendre à ce que l'Hostapur OSB ait le  $t_{50\%}$  le plus élevé (12328 s). De même, le CTAB présente un  $t_{50\%}$  deux fois plus long que celui du Cetrimide ; cette différence, entre ces deux tensioactifs cationiques, peut s'expliquer par une longueur des chaînes plus importante assurant une plus grande stabilité [156]. Afin de pouvoir comparer les résultats, et au vu des valeurs obtenues dans le Tableau II.6, le dosage retenu par la suite est égal à la  $1 \times \text{CMC}$ .

Tableau II.6 : Pouvoir moussant et temps de demi vie  $t_{50\%}$  des tensioactifs et les concentrations étudiées.

Surfactants	Hostapur OSB			Cetrimide			CTAB			
CMC [mg/l]	796			1261			358			
Dosage/CMC	0,1	0,5	1	0,1	0,5	1	2	0,1	0,5	1
Nombre d'essais	3	7	7	3	5	5	4	3	4	7
Moussabilité	Oui	Oui	Oui	Non	Oui	Oui	Oui	Non	Non	Oui
$t_{50\%}$ [s]	1445	10522	12328	-	564	3200	2493	-	-	6000

Les résultats de moussage à la CMC pour les trois tensioactifs sont présentés Figure II.13 (gauche). Trois temps différents sont choisis pour analyser les mousses formées :  $t_0$ , 1000 s et 3000 s. Cette analyse permet de mettre en évidence l'évolution de la structure des mousses au cours du temps (Figure II.13 droite)). Les trois tensioactifs présentent un bon pouvoir moussant à la CMC. L'Hostapur OSB génère une hauteur de mousse de 102,75 mm, ce qui est supérieur à la hauteur obtenue avec le Cetrimide 100,35 mm et avec le CTAB 89,7 mm (Figure II.13 gauche)). Malgré la bonne moussabilité des trois tensioactifs à la CMC, la stabilité des mousses diffère. Les courbes de l'Hostapur OSB et du CTAB présentent une bonne linéarité dans le temps ; la pente est plus importante pour le CTAB indiquant une stabilité plus faible que celle de l'OSB. La mousse formée avec le Cetrimide se décompose de manière différente, avec une première pente similaire à celle du CTAB et une seconde plus significative et plus forte, conduisant à la stabilité la plus faible des trois tensioactifs. Les mousses obtenues avec Hostapur OSB et CTAB sont donc les plus stables et se dégradent plus lentement.

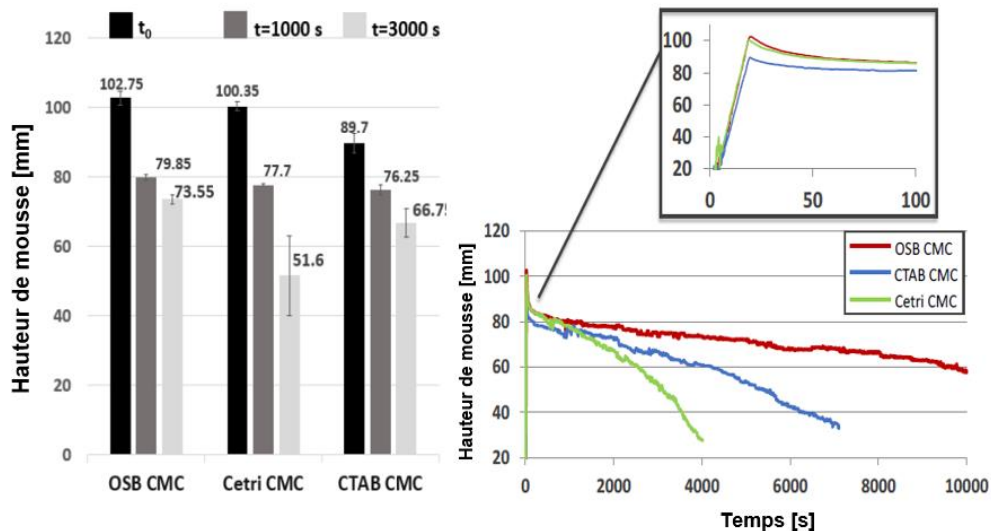


Figure II.13 : Hauteur de la mousse ( $H_M$ ) à  $t_0$ , 1000 s et 3000 s des 3 tensioactifs à la CMC (gauche), Variation en fonction du temps de  $H_M$  pour les 3 tensioactifs à la CMC (zoom sur les 100 premières sec) (droite).

Sur la base des valeurs de moussabilité et sur l'évolution des hauteurs durant la destruction de la mousse, une première classification des tensioactifs peut être envisagée : Hostapur OSB est le tensioactif le plus performant, suivi par le Cetrimide et le CTAB. Cette classification est préliminaire, car elle est basée uniquement sur le pouvoir moussant et l'évolution de la mousse durant les premières minutes. En effet, les liants gypse et chaux ont un début de prise ou de gélification autour de 17 min (soit 1020 s), aussi seules les premières minutes de destruction de la mousse auront un intérêt par la suite.

## II.4.2.2 Stabilité des mousses : Calcul de $t_{dev}$

Après  $t_0$ , les mousses entrent dans la première phase où la hauteur totale reste constante, la diminution de la hauteur de la mousse est alors compensée par le drainage. Cette phase se termine au temps de déviation :  $t_{dev}$ , ce temps peut être déterminé en traçant la variation de la hauteur de mousse en fonction de la variation de la hauteur du liquide. La Figure II.14 présente un exemple de cette évolution pour une mousse d'Hostapur OSB créée à la CMC. La relation entre les deux variations de hauteur est affine, de pente égale à 1, jusqu'à  $t_{dev}$ . Elle évolue ensuite de manière exponentielle jusqu'à tangenter la valeur finale lorsque le drainage est terminé. Une pente égale à 1 signifie que peu de films d'eau se rompent puisque la variation de hauteur de mousse détruite correspond à la variation de liquide en fond de tube. Donc la mousse est stable avec une hauteur totale toujours constante. La fin de cette phase, à  $t_{dev}$ , correspond au moment où la hauteur totale commence à diminuer. Donc plus cette première phase est longue, plus la mousse est considérée stable.

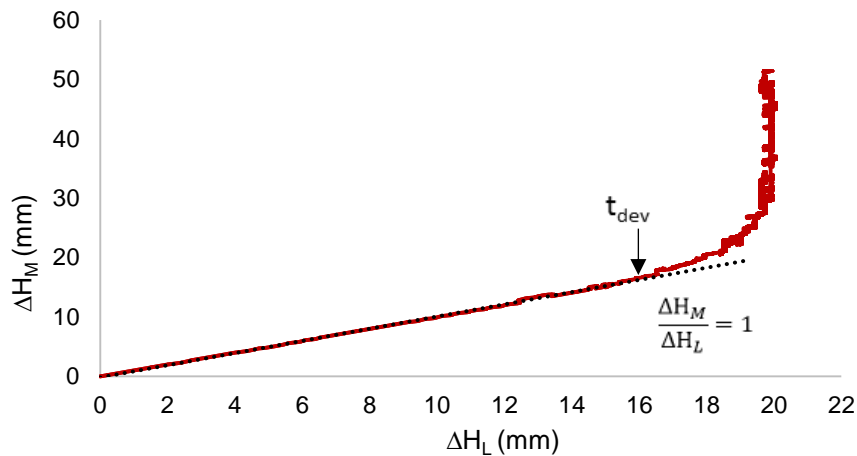


Figure II.14 : Variation de la hauteur de mousse ( $\Delta H_M$ ) en fonction de la variation de la hauteur du liquide ( $\Delta H_L$ ) pour une mousse Hostapur OSB à la CMC.

Le temps de déviation peut être également déterminé en traçant la différence entre  $\Delta H_M$  et  $\Delta H_L$  en fonction du temps. Les formes des courbes obtenues (Figure II.15) sont similaires à celles présentées par Lunkeimer et Malysa [31]. La mousse la plus stable est celle obtenue avec Hostapur OSB, suivie par CTAB et Cetrimide, avec un temps de déviation de 77 s, 60 s et 45 s respectivement (Tableau II.7). Ce classement conserve toujours le tensioactif Hostapur OSB en premier, mais inverse la précédente tendance entre CTAB et Cetrimide : CTAB a un pouvoir moussant moins grand, mais il produit des mousses plus stables.

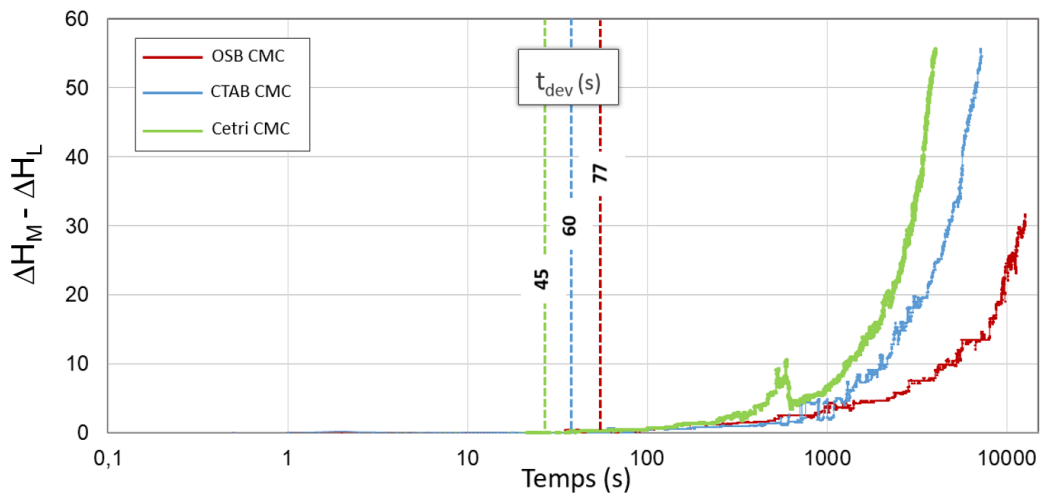


Figure II.15 : Évolution de  $\Delta H_M - \Delta H_L$  dans le temps pour les mousses Hostapur OSB, CTAB et Cetrimide à la CMC.  $\Delta H_M - \Delta H_L$  : différence entre la hauteur de la mousse et la hauteur du liquide à partir de  $t_0$ .

### II.4.2.3 Fraction volumique $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$

Pour compléter, une étude de la stabilité de la mousse entre  $t_0$  et  $t_0 + t_{\text{dev}}$  peut être réalisée en analysant le volume d'eau associé à la mousse, ce qui constitue une bonne indication de la densité de la mousse générée. En fonction de la taille des bulles et de la tension de surface, la masse volumique de la mousse conditionne le niveau de pression du gaz imposé dans les bulles. Le rapport du volume d'eau dans la mousse aqueuse sur le volume de la mousse aqueuse,  $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$ , obtenu à  $t_0$  et  $t_0 + t_{\text{dev}}$ , est détaillé dans le Tableau II.7 pour différents dosages des trois tensioactifs étudiés. A la CMC, CTAB conduit à une mousse plus sèche que les autres tensioactifs. Hostapur OSB et Cetrimide présentent un rapport eau/mousse assez similaire, mais la fin de la phase 1 se produit plus rapidement pour Cetrimide que pour Hostapur OSB. Une variation du dosage en tensioactif n'affecte pas significativement le rapport  $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$  mais augmente la durée de la phase 1. Pour une concentration inférieure à la CMC, la densité de la mousse aqueuse de Cetrimide est plus pénalisée que celle de Hostapur OSB et la phase 1 est raccourcie. Ces résultats montrent une fois de plus l'efficacité de Hostapur OSB. La proportion d'eau dans les mousses aqueuses formées à la CMC a été étudiée en modifiant le volume de la solution initiale. Le débit de gaz et le temps de moussage sont maintenus respectivement à 0,3 l/min et 18 s. Les différents essais ont montré qu'à partir de 40 ml, et à  $t_0$ , le rapport  $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$  est constant et égal à 0,2 ; cette valeur correspond aux valeurs du Tableau II.7 pour Hostapur OSB et Cetrimide. Le rayon de Sauter (paramètre lié à la granulométrie des bulles, discuté dans la suite du texte) est également constant, ce qui indique que la structure poreuse de la mousse est la même quel que soit le volume initial de la solution. Ce ratio est utilisé par la suite pour établir le lien entre mousse aqueuse et mousses minérales.

Tableau II.7 : Ratio entre le volume de liquide  $V_{\text{eau}}$  et la mousse aqueuse  $V_{\text{mousse}}$  à  $t_0$  et  $t_0 + t_{\text{dev}}$

Tensioactifs	Hostapur OSB		Cetrimide			CTAB	
Dosage/CMC	0.5	1	0.5	1	2	0.5	1
$V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$ à $t_0$	0,181	0,195	0,102	0,182	0,2	-	0,107
$V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$ à $t_0 + t_{\text{dev}}$	0,119	0,055	0,078	0,064	0,047	-	0,035
$t_{\text{dev}}$ [s]	20	77	6	45	118		60

Compte tenu de l'ensemble de ces résultats, une classification finale des tensioactifs de synthèse est proposée. Bien que le Cetrimide ait un pouvoir moussant supérieur au CTAB, il n'est pas suffisamment efficace en termes de stabilité. Une classification des tensioactifs prenant en compte leur pouvoir de moussabilité et la stabilité de la mousse produite à la CMC peut être proposée comme suit : Hostapur OSB suivi du CTAB puis du Cetrimide. Seuls les résultats obtenus avec Hostapur OSB, le tensioactif le plus performant, sont utilisés par la suite à des fins de comparaisons avec les protéines testées.

### II.4.3. Pouvoir moussant des protéines

En comparaison des résultats obtenus sur Hostapur OBS à la CMC, les trois dosages retenus pour l'albumine, AB, présentent une bonne moussabilité (Tableau II.8). La hauteur de mousse est assez similaire pour les trois dosages. Le léger écart de hauteur de mousse semble essentiellement liée à la répétabilité des essais et n'indique pas que AB 5% présente une meilleure moussabilité. Les trois dosages (10%, 5% et 2%) ont respectivement un coefficient de variation du volume de mousse entre  $t_0$  et 3000 s de 14,25, 17,68 et 20,08%. Ces valeurs montrent que AB 10% présente une meilleure stabilité que les deux autres dosages. Cela reste à vérifier en analysant la structure porale des mousses. Ainsi, l'albumine présente quasiment la même moussabilité que l'Hostapur OSB à la CMC mais une meilleure stabilité. Ces résultats sont confirmés par la valeur du temps de demi-vie qui est, pour les trois dosages, supérieurs à 14000 s.

La deuxième protéine étudiée, Eabassoc (EA), a montré un comportement différent. Un dosage assez faible a permis d'obtenir une meilleure stabilité tout en ayant la plus faible moussabilité. Cette protéine présente un pouvoir moussant similaire à celui de AB pour les trois dosages étudiés et à celui de OSB à la CMC. Par contre, la différence se traduit par la stabilité de la mousse caractérisée par l'évolution du volume de la mousse entre  $t_0$  et 3000 s. La mousse formée avec EA 10% se déstructure plus rapidement que celle de EA 5% et de EA 2%. Ces résultats sont confirmés aussi par les valeurs de



temps de demi-vie des mousses : la mousse la plus stable est celle formée par EA 2% avec un temps de demi-vie qui dépasse les 14000 s.

Tableau II.8 : Valeurs de moussabilité et temps de demi-vie  $t_{50\%}$  des mousses Hostapur OSB, AB et EA

Tensioactifs		Hostapur OSB			AB		EA	
Dosage		0,08%	2%	5%	10%	2%	5%	10%
$H_{mousse}$ (mm)	à $t_0$	102,75	101,46	105,07	103,42	100,53	103,25	106,13
	à 3000 s	73,55	80,08	86,58	88,69	74,5	73,82	65,52
$t_{50\%}$ [s]		12328		>14000		>14000	10802	4438
$V_{eau}/V_{mousse}$ à $t_0$		0,195	0,197	0,202	0,2	0,205	0,201	0,201

AB et EA présentent un pouvoir moussant similaire à celui de OSB ainsi qu'une bonne stabilité, voire meilleure dans le cas de AB ou de EA à faible dosage. Cela peut être dû à leur mode d'adsorption irréversible et leur déploiement sur l'interface.

Il est intéressant de constater que le rapport  $V_{eau}/V_{mousse}$  à  $t_0$  est indépendant du dosage et égal à 0,2 pour ces deux protéines, rapport caractérisant les mousses aqueuses OSB.

#### II.4.4. Structure porale des mousses aqueuses

L'analyse de la structure de la mousse permet d'évaluer la distribution de la taille des bulles et d'en déduire un certain nombre de paramètres caractéristiques afin de déterminer l'effet des différents tensioactifs et de leur dosage sur la structure de la mousse. Il est alors possible de comparer ces paramètres à partir de  $t_{stab}$  et durant la destruction de la mousse.  $t_{stab}$  est le temps choisi comme référence initiale pour les analyses de la structure de la mousse : une fois le bullage terminé, 20 s sont nécessaires pour drainer l'excès d'eau piégé dans la partie de la mousse au-dessus de la caméra et éliminer tout effet lié à la dynamique du bullage.

##### II.4.4.1 Méthode d'interprétation des visualisations

Pour chaque mousse générée au DFA100, la surface des bulles est évaluée à partir des visualisations. Elle est classée en différentes classes granulaires. L'aire de chaque bulle est utilisée pour calculer le rayon de la surface circulaire équivalente,  $r$ . Ces valeurs permettent de calculer les proportions de surface de chaque classe (i) et d'évaluer leur distribution alvéolaire en fréquence (% d'aire partielle) et cumulée (exemple Figure II.17). Il est également possible d'en déduire le rayon de Sauter  $r_{32}$  selon l'Eq. (2.6). Ce paramètre permet d'avoir un rayon moyen des bulles présentes à la surface, en rapportant le volume moyen de ces bulles (le volume de chaque bulle est égal à  $r^3$ ) à leur surface (la surface de la section transversale est égale à  $r^2$ ), comme le montre la Figure II.16. Le rayon de Sauter est différent du rayon moyen ( $r_{moyen}$ ) calculé à partir de l'aire de chaque bulle [157]. Ce dernier est associé à un indice de polydispersité PI de la distribution (Eq. (2.7)).

$$r_{32} = \frac{\sum_{i=1}^n r_i^3}{\sum_{i=1}^n r_i^2} \quad \text{Eq (2.6)}$$

$$PI = \frac{\sqrt{\overline{r^2} - (r_{moyen})^2}}{r_{moyen}} \quad \text{Eq (2.7)}$$

$$\text{avec } \overline{r^2} = \frac{\sum_{i=1}^n r_i^2}{n} \quad \text{et} \quad r_{moyen} = \frac{\sum_{i=1}^n r_i}{n}$$

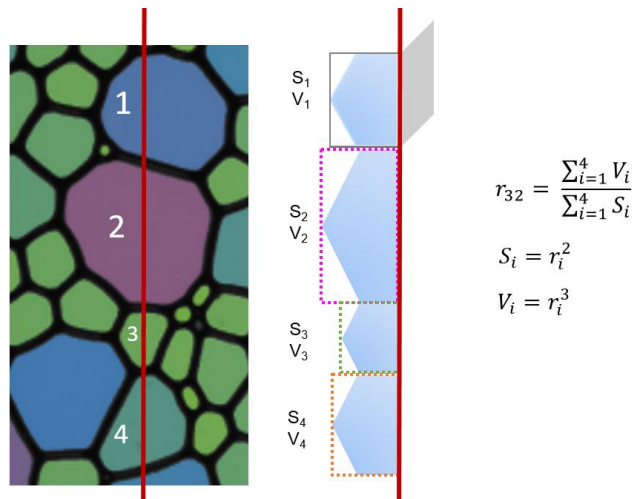


Figure II.16 : Zoom d'une image au DFA100 et coupe de la structure des bulles présentes à la surface en considérant une surface de  $r^2$  associée à un volume de  $r^3$  pour chaque bulle (ligne rouge) ; Définition du rayon de Sauter.

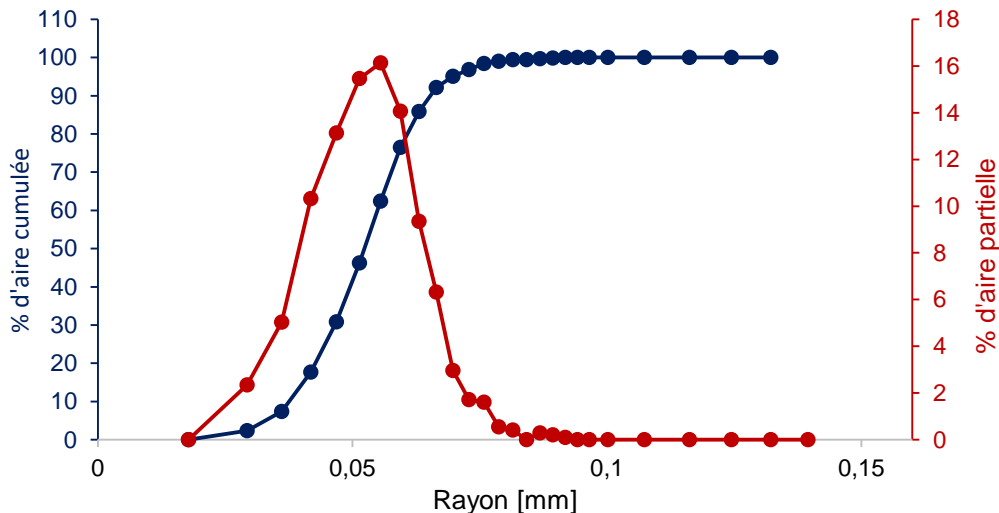


Figure II.17 : Distribution surfacique des bulles en fréquence et cumulée - Albumine à 10% et à  $t_{stab}$ .

#### II.4.4.2 Répétabilité de la mesure

Afin de vérifier la bonne reproductibilité de la méthode de visualisation avec l'analyseur de mousses DFA100, plusieurs essais ont été réalisés pour identifier une distribution alvéolaire représentative. La Figure II.18 montre deux distributions alvéolaires pour deux mousses de Cetrimide produite à la CMC. Une parfaite répétabilité des distributions alvéolaires est observée. Il en est de même pour l'ensemble des mousses et des temps étudiés, ce qui permet de valider la méthode mise en place pour calculer les différents paramètres d'étude de la structure porale.

D'autres paramètres caractérisant la distribution alvéolaire ont été étudiés :  $r_{10}$ ,  $r_{50}$ ,  $r_{60}$  et  $r_{90}$ . Ces rayons correspondent au pourcentage d'aire cumulée indiqué en indice, soit 10, 50, 60, et 90% respectivement. Un coefficient d'uniformité CU, calculé à partir de  $r_{10}$  et  $r_{60}$  ( $CU = r_{60}/r_{10}$ ), donne aussi une information sur la forme de la courbe et l'uniformité de la structure.

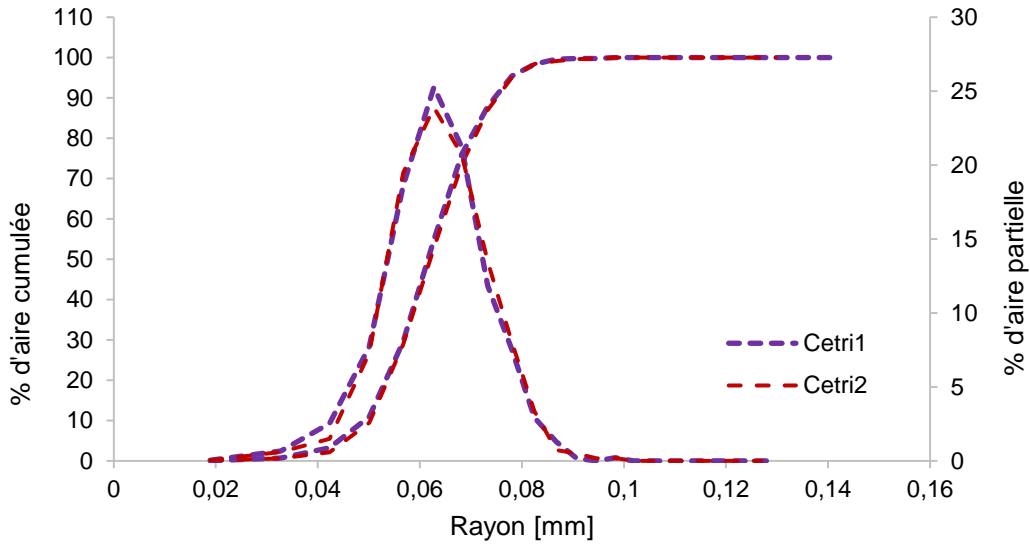


Figure II.18 : Distribution alvéolaire surfacique de deux mousses de Cetrimide à la CMC, à  $t_{stab}$

### II.4.4.3 Cas de l'OSB : effet du dosage en tensioactif

Les images de la structure des mousses OSB étudiées (Figure II.19) permettent d'observer le changement de la structure, pour trois dosages (CMC, CMC/2 et CMC/10) et à trois temps d'évolution de la destruction de la mousse :  $t_{stab}$ , 1000 s et 3000 s. Les observations visuelles montrent que la distribution alvéolaire pour la mousse OSB à la CMC est plus fine et monodisperse, et ce, pour les trois temps étudiés. La mousse à la CMC/10 présente une structure polydisperse avec des bulles plus grosses dès la formation de la mousse. La destruction de cette mousse est beaucoup plus rapide, sa structure n'est pas visible après 3000 s car la hauteur de la mousse décroît rapidement et se situe sous le niveau de la caméra. Cette évolution de la structure au cours de temps est due aux phénomènes de coalescence et mûrissement expliqués précédemment.

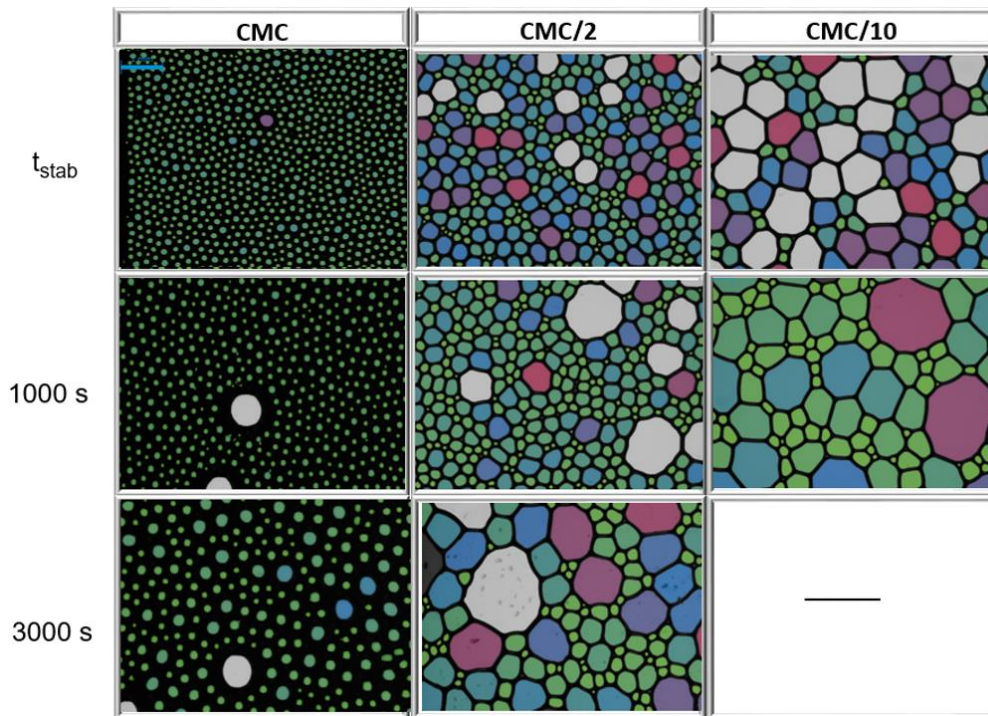


Figure II.19 : Evolution de la structure des mousses OSB dans le temps, l'échelle indiquée en tiret bleu correspond à 1 mm.

Le Tableau II.9 résume les paramètres géométriques à  $t_{stab}$  des mousses OSB et Cetrimide créées à différents dosages. La mousse OSB générée à la CMC est caractérisée par une structure plus fine que celles à CMC/2 et CMC/10, avec un faible rayon de sauter de 0,059 mm et un faible indice de polydispersité de 0,16. Ces deux derniers paramètres montrent que la mousse formée à la CMC présente une structure plus monodisperse avec de petites bulles. Un dosage de 2×CMC de Cetrimide génère une mousse avec presque les mêmes caractéristiques que celles créées à la CMC. Ces résultats confirment, à nouveau, que la CMC est la concentration optimale. La distribution cumulée des bulles permet de déterminer les rayons  $r_{10}$ ,  $r_{50}$ ,  $r_{60}$  et  $r_{90}$  et le coefficient d'uniformité CU. L'analyse concernant les rayons  $r_{10}$ ,  $r_{50}$ ,  $r_{60}$  et  $r_{90}$  reste uniquement surfacique, le rayon de Sauter semble mieux caractériser la structure géométrique de la mousse. Pour cette raison, ce paramètre ainsi que le PI seront exploités dans la suite de l'étude.

Tableau II.9 : Caractéristiques des mousses formées avec OSB et Cetrimide à différents dosages et à  $t_{stab}$ .

Tensioactifs	d [%]	$r_{10}$ [mm]	$r_{50}$ [mm]	$r_{60}$ [mm]	$r_{90}$ [mm]	$r_{moyen}$ [mm]	$r_{32}$ [mm]	CU	PI	NB bulles
OSB	CMC	0,043	0,055	0,0565	0,067	0,055	0,059	1,31	0,16	1513
	CMC/2	0,051	0,066	0,069	0,081	0,063	0,068	1,35	0,19	1312
	CMC/10	0,075	0,127	0,14	0,238	0,102	0,151	1,87	0,43	708
Cetrimide	2×CMC	0,042	0,054	0,055	0,066	0,054	0,057	1,31	0,18	1492
	CMC	0,050	0,061	0,064	0,075	0,061	0,065	1,28	0,17	1253
	CMC/2	0,087	0,128	0,139	0,353	1,112	1,269	1,60	0,43	711

#### II.4.4.4 Effet de la nature du tensioactif, à la CMC

La Figure II.20 montre la structure des mousses formées avec les trois tensioactifs OSB, Cetrimide et CTAB à  $t_{stab}$ , après 1000 s et 3000 s. Les images montrent qu'à  $t_{stab}$ , la mousse créée avec l'OSB présente une structure légèrement plus fine qu'avec le Cetrimide. Les deux mousses ont une distribution plus fine que le CTAB. Après 1000 s, l'évolution des structures montre une tendance différente : l'OSB a toujours la structure la plus fine, mais la mousse avec le Cetrimide présente une structure avec des bulles plus grosses. Après 3000 s, les mousses formées avec l'OSB présentent toujours la distribution la plus fine comparée aux deux autres mousses. La structure de la mousse de CTAB est constituée de bulles plus grandes ; la mousse de Cetrimide présente la structure poreuse contenant les plus grosses bulles. Ces observations montrent que la mousse Cetrimide évolue plus que celle avec l'OSB et que la mousse CTAB présente un phénomène de coalescence plus important. Ces constats sont bien conformes à l'analyse de stabilité des mousses.

La distribution alvéolaire des mousses créées avec les trois tensioactifs est présentée dans la Figure II.21. A  $t_{stab}$ , les trois mousses présentent une structure alvéolaire monodisperse. Les courbes sont étroites et les résultats sont en accord avec les images présentées dans la Figure II.20. Les mousses d'OSB et de Cetrimide montrent une structure plus fine que le CTAB. Après 3000 s, ces courbes montrent une évolution notable. Les distributions alvéolaires deviennent plus plates, indiquant une augmentation de la taille des bulles. La structure des mousses formées avec l'OSB et le CTAB est régulière, avec des tailles de bulles plus grosses. La mousse de Cetrimide présente une distribution plutôt polydisperse, avec des tailles de bulles plus grandes et une forme de courbe plus irrégulière. Ces transformations entre  $t_{stab}$  et 3000 s s'expliquent par le phénomène de coalescence et de murissement.



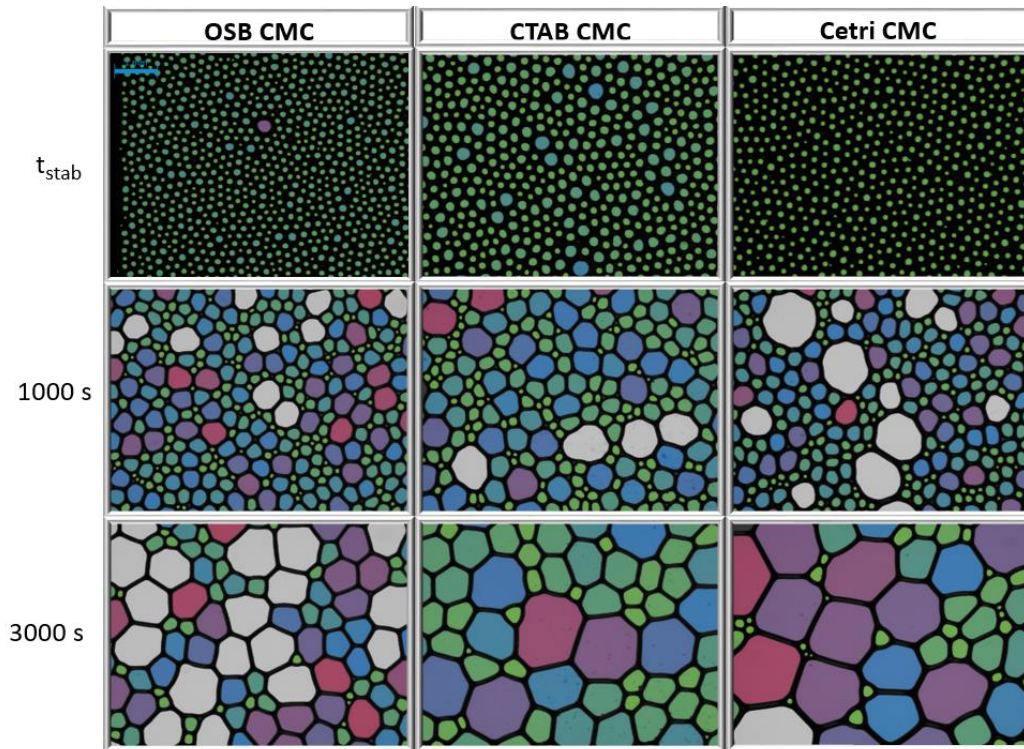


Figure II.20 : Evolution de la structure porale des mousses formées avec OSB, Cetrimide et CTAB, l'échelle indiquée en tiret bleu correspond à 1 mm

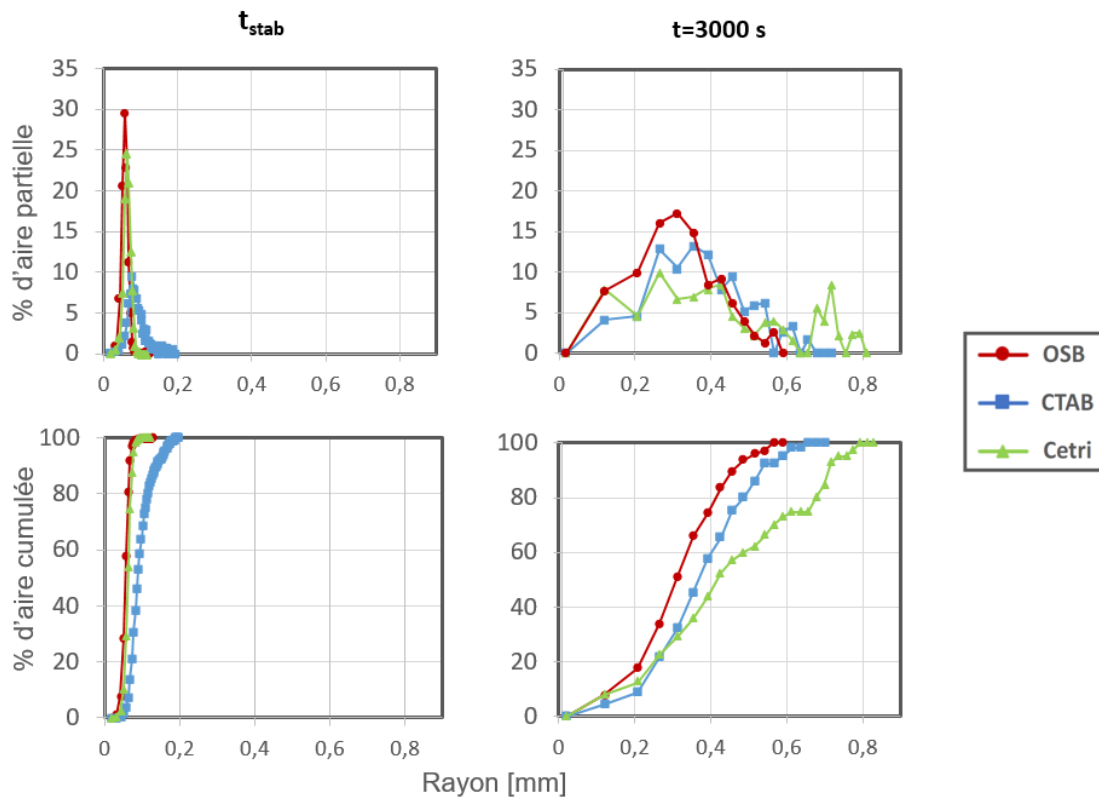


Figure II.21 : Distribution alvéolaire (fréquence et cumulée) des mousses aqueuses, à la CMC, à  $t_{stab}$  et à 3000 s.

Les valeurs des rayons de Sauter et de l'indice de polydispersité sont résumées Figure II.22, à  $t_{stab}$ , 1000 s et 3000 s. Pour les trois tensioactifs, ces deux paramètres augmentent significativement avec le temps ; le rayon de Sauter augmente de manière plutôt linéaire avec le temps du fait de la destruction

progressive de la mousse via le drainage, la coalescence et le mûrissement. Au contraire, la valeur de PI semble évoluer rapidement et atteindre une valeur plateau visible dès 1000 s, indiquant que la structure se modifie dans les 15 premières minutes passant d'une structure monodisperse à une structure contenant des tailles de bulle plus variées. En comparant les évolutions en fonction de la nature du tensioactif, on remarque que la mousse OSB présente toujours la distribution la plus fine (valeurs minimales de  $r_{32}$  et PI) par rapport aux deux autres tensioactifs. À  $t_{stab}$ , les rayons de Sauter calculés pour les trois tensioactifs sont respectivement de 0,059, 0,065 et 0,084 mm. L'indice de polydispersité des mousses OSB et Cetrimide sont très similaires : 0,16 et 0,17 respectivement. Ces deux valeurs sont inférieures à celle obtenue pour la mousse CTAB : 0,26 (Figure II.22 (droite)). A 3000 s, pour la mousse OSB, le rayon de Sauter a augmenté de 0,059 à 0,33 mm avec un PI de 0,46. Cette augmentation reflète bien la coalescence des bulles observée sur les images des structures porales de la Figure II.20 entre  $t_{stab}$  et 3000 s. A 3000 s, la mousse Cetrimide a une structure polydisperse (Figure II.22) avec un PI de 0,65 et des bulles plus grosses  $r_{32} = 0,46$  mm. Ces valeurs montrent que la mousse Cetrimide évolue plus que les mousses OSB et CTAB : la coalescence est plus importante. Ces résultats sont en accord avec ceux présentés précédemment concernant la moussabilité et la stabilité. Curieusement, les valeurs de PI à 1000 s pour l'OSB et le CTAB sont plus élevées qu'à  $t_{stab}$  et 3000 s (montrant une potentielle incidence du mûrissement).

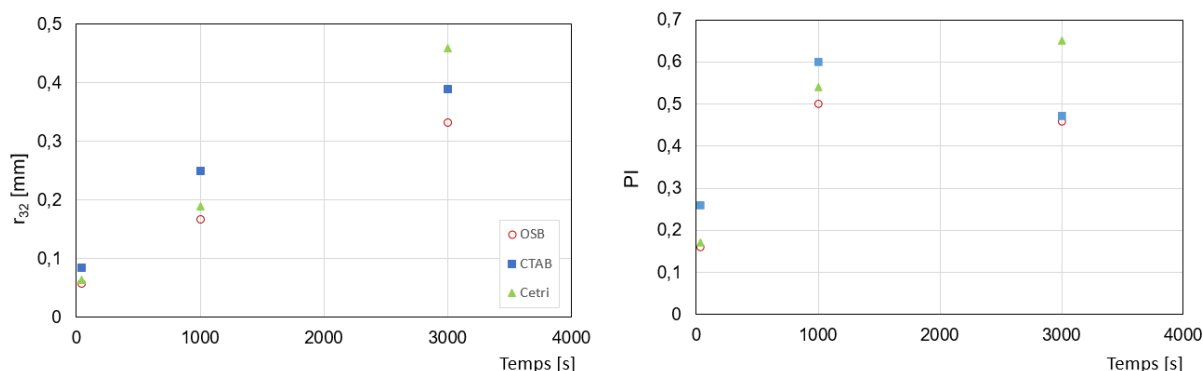


Figure II.22 : Comparaison des valeurs  $r_{32}$  (gauche) et des valeurs PI (droite) à  $t_{stab}$ , 1000 s et 3000 s.

Les résultats présentés ci-dessus confirment à la fois le choix de l'Hostapur OSB comme tensioactif de référence parmi les tensioactifs synthétiques pour formuler des mousses minérales et la classification des tensioactifs proposée.

#### II.4.4.5 Confrontation entre OSB et protéines

La structure porale des mousses aqueuses identifiée avec l'OSB sert donc de référence pour l'analyse de la structure porale des mousses aqueuses produites avec les deux protéines AB et EA. Trois dosages sont testés pour chaque protéine : 2, 5 et 10%. Toutes les mousses formées présentent une structure alvéolaire fine et monodisperse à  $t_{stab}$  (Figure II.23). L'évolution de la structure des mousses est très significative sauf pour un dosage de 10 % AB et 2 % EA, ces deux mousses restent plutôt monodisperses. La mousse produite avec un dosage de 10 % EA présente une distribution alvéolaire très étendue après 3000 s indiquant une grande polydispersité avec une taille de bulle plus grosse. Un dosage en AB de 5 et 10 % présentent des structures porales similaires.

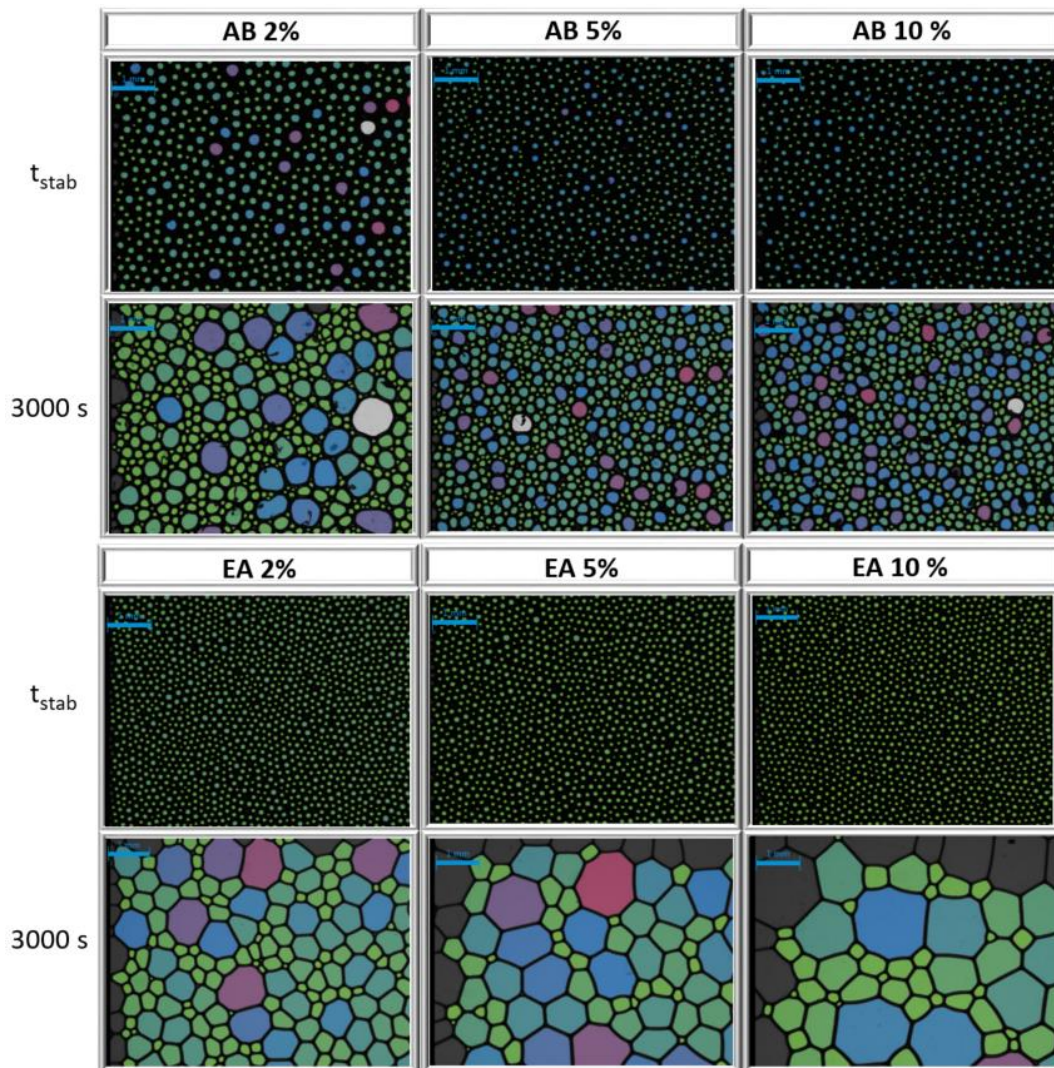


Figure II.23 : Evolution de la structure porale des mousses aqueuses des protéines AB et EA, l'échelle indiquée en tiret bleu correspond à 1 mm

Le calcul des paramètres géométriques fait en se basant sur les distributions alvéolaires (fréquence et cumulée) exploite les graphiques présentés Figure II.24. Les résultats obtenus sont résumés dans le Tableau II.10. À  $t_{stab}$ , toutes les mousses EA formées présentent une structure fine, voire plus fine que celle avec l'OSB (rayon de Sauter de 0,046, 0,047 et 0,048 mm pour un dosage de 2%, 5% et 10% respectivement). La structure de ces mousses est similaire à celle créée par AB avec le plus fort dosage à 10% (rayon de Sauter de 0,057 mm). Les mousses EA évoluent d'une façon très significative. La mousse formée avec 10% EA semble être la moins stable avec un  $r_{32}$  de 0,573 mm à 3000 s. Un dosage de 2% EA permet d'avoir une mousse similaire à celle de l'OSB à la CMC ;  $r_{32}$  à 3000 s des deux mousses est similaire 0,385 et 0,33 mm respectivement. Bien que les mousses AB ne soient pas les plus fines au départ, elles présentent néanmoins les rayons de Sauter les plus faibles après 3000 s par rapport aux deux autres tensioactifs, avec un rayon de Sauter 2 à 3 fois moindre qu'avec l'OSB. Ces résultats correspondent à l'évolution observée des hauteurs totales,  $H_T$ , du Tableau II.8.



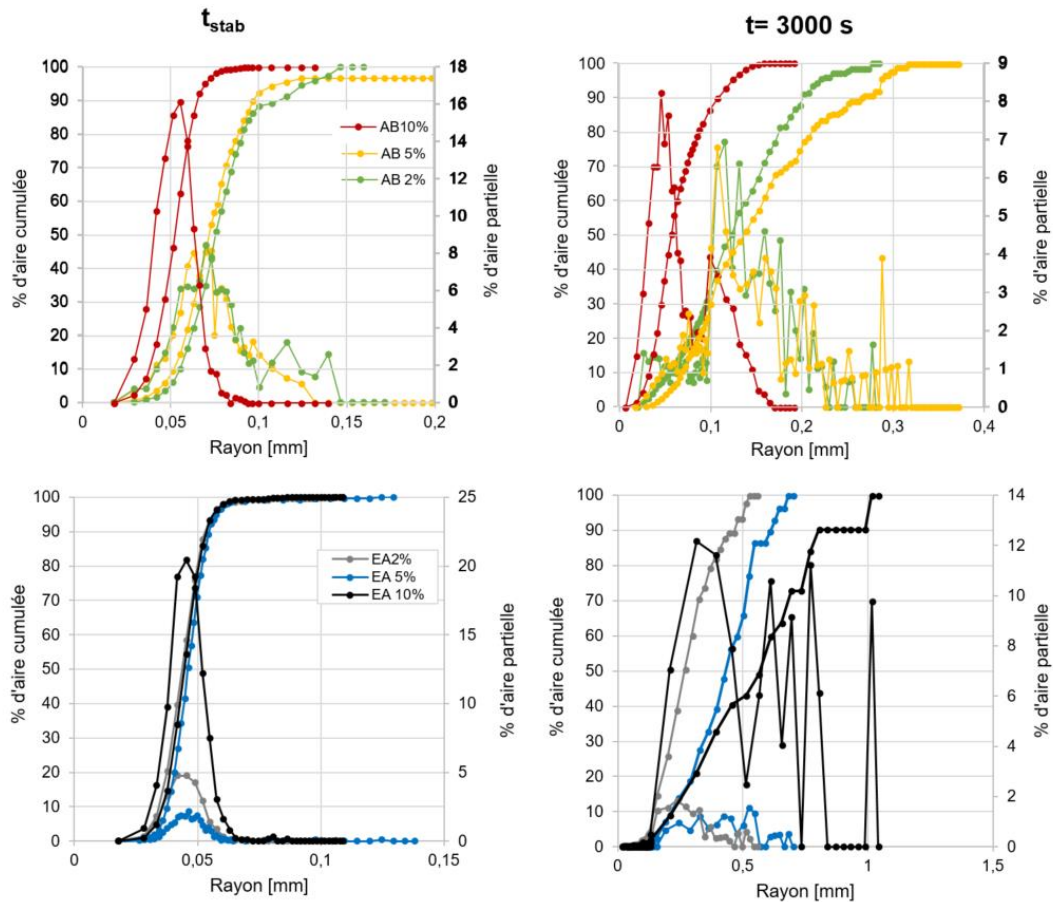


Figure II.24 : Distribution alvéolaire (fréquence et cumulée) des mousses aqueuses des protéines (trois dosages : 2, 5 et 10%), à  $t_{stab}$  et à 3000 s.

Tableau II.10 : Caractéristiques de structure et de stabilité des mousses de protéines étudiées, comparées à celles de l'Hostapur OSB

Tensioactifs		OSB	AB				EA		
Dosage		0,08%	2%	5%	10%	2%	5%	10%	
$r_{32}$ [mm]	à $t_{stab}$	0,059	0,073	0,074	0,057	0,046	0,047	0,048	
	à 3000 s	0,330	0,175	0,152	0,105	0,385	0,434	0,573	
$r_{moyen}$ [mm]	à $t_{stab}$	0,055	0,066	0,066	0,049	0,044	0,046	0,044	
	à 3000 s	0,237	0,089	0,092	0,075	0,210	0,276	0,289	
PI	à $t_{stab}$	0,160	0,250	0,284	0,200	0,169	0,160	0,160	
	à 3000 s	0,460	0,620	0,550	0,480	0,420	0,589	0,740	

Le fort pouvoir moussant et une bonne stabilité dans le temps de EA sont obtenus dès le plus faible dosage à 2%, soit 0,36% en considérant uniquement l'extrait sec. Ces caractéristiques de moussabilité et de stabilité sont similaires à celles de l'OSB à la CMC. Toutefois, en comparant tous les résultats et en tenant compte des valeurs de temps de demi-vie, les mousses produites avec AB semblent être les mousses les plus stables et les plus fines dans le temps. La protéine AB peut être alors considérée comme la protéine la plus performante en termes de pouvoir moussant et surtout de stabilité des mousses aqueuses.



## II.4.5. Rhéologie des mousses aqueuses

La Figure II.25 montre la courbe résultant d'un essai effectué sur une mousse aqueuse d'OSB. Trois phases sont mises en évidence. La contrainte de mise en écoulement augmente initialement de façon linéaire, l'échantillon se déforme élastiquement en raison de l'étirement de la structure de la mousse. La perte de la linéarité représente le début de la viscoélasticité. Le réseau déformé commence à se détruire sous cisaillement et une contrainte maximale peut être identifiée sur la courbe. Au-delà de ce point, la contrainte diminue jusqu'à une valeur finale d'équilibre, le cisaillement se localisant autour de l'outil vane.

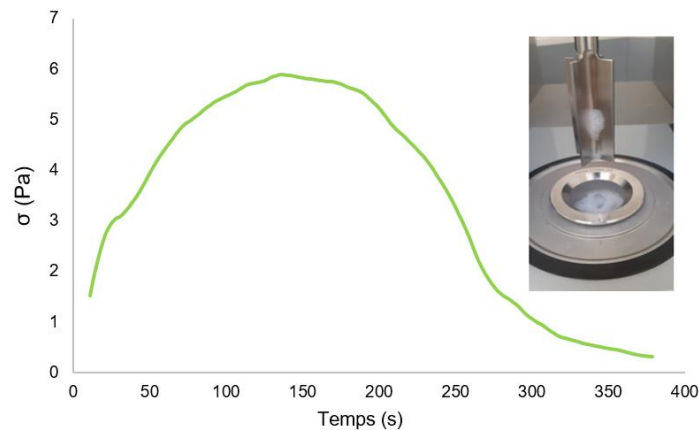


Figure II.25 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps - OSB à la CMC pour 4 min de malaxage. Ce graphe correspond à une seule répétition de l'essai.

Les valeurs de la contrainte de mise en écoulement identifiées pour la mousse d'OSB formée à la CMC et EA à 0,25% sont présentées sur la Figure II.26 en faisant varier le temps de malaxage. Il apparaît qu'un dosage en EA de 0,25% est suffisant pour produire des mousses minérales (ceci sera exploité dans le chapitre III), c'est pourquoi la caractérisation rhéologique est faite avec un tel dosage.

Pour ces deux tensioactifs, un temps de malaxage minimum de 4 min est requis pour former une mousse aqueuse homogène, et développer une contrainte de cisaillement d'une amplitude suffisante pour être mesurée de manière satisfaisante. Il est évident que la contrainte de mise en écoulement augmente avec le temps de malaxage et accompagne la structuration de la mousse (affinage des bulles). Les niveaux de contrainte mesurés sont notables et atteignent 10 Pa pour des mousses aqueuses dont la masse volumique est de l'ordre de  $200 \text{ kg/m}^3$  (correspondant à un rapport  $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$  de 0,2). Le maximum de contrainte de mise en écoulement est observé pour 8-10 min de malaxage. Au-delà la contrainte de mise en écoulement commence à décroître.

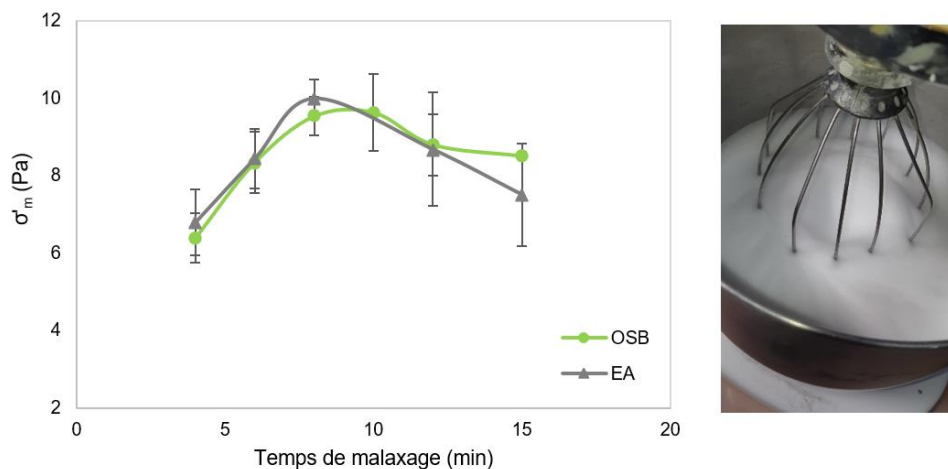


Figure II.26 : La contrainte de mise en écoulement en fonction du temps de malaxage - OSB à la CMC et EA 0,25%, les barres d'erreur représentent les écarts types d'au moins trois répétitions (gauche). Traces du fouet - mousse en flocons (droite).

Cette évolution de la contrainte de mise en écoulement correspond également à un changement d'aspect de la mousse dans le bol. Aux temps de malaxage élevés, on peut voir, dans le bol, à la surface de la mousse se former des traces du fouet à chaque passage, conduisant à une mousse en « flocons ». Ces traces évoquent des spectres de rupture de la mousse, due au malaxage continu. Ces spectres (Figure II.26 (droite)) affaibliraient le seuil de cisaillement de la mousse.

La Figure II.27 montre l'évolution de la contrainte de mise en écoulement des mousses AB à 2% pour trois temps de malaxage (2, 4 et 6 min). Cette contrainte augmente aussi avec le temps de malaxage, pour des temps inférieurs à 6 min. Les valeurs obtenues avec cette protéine sont quatre à cinq fois plus élevées que celles des mousses OSB et EA. AB forme donc des mousses aqueuses plus stables avec des contraintes de mise en écoulement plus importantes que l'OSB et l'EA. Ces résultats sont compatibles avec les conclusions obtenues avec l'analyseur de mousse et avec l'évolution de la structure porale des mousses aqueuses.

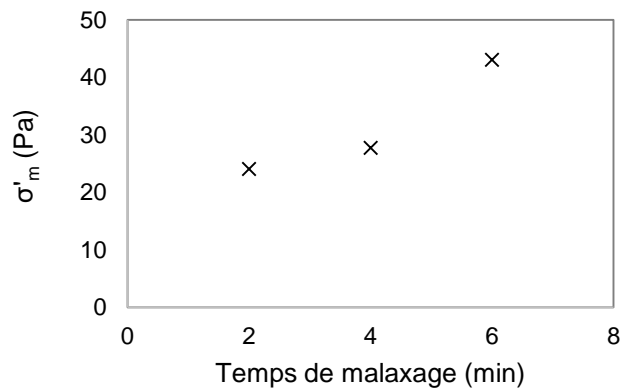


Figure II.27 : La contrainte de mise en écoulement par rapport au temps de malaxage - AB 2%.

## II.5 - Mousse de gypse à l'état frais

Les mousses de gypse ont été produites pour différentes formulations et temps de malaxage en privilégiant la méthode de moussage direct et en utilisant la méthode de pré-moussage, lorsque cela s'avérait nécessaire.

### II.5.1. Masse volumique apparente

Le temps de malaxage a varié de 2 min à 20 min, permettant d'avoir différentes masses volumiques apparentes de 400 kg/m<sup>3</sup> à 900 kg/m<sup>3</sup> à l'état frais. La Figure II.28 présente l'évolution de la masse volumique apparente à l'état frais des mousses DFOSB, DFEA et PFAB, en fonction du temps de malaxage. Les mousses DFOSB sont produites à la CMC avec 0,08% d'OSB. Suite à une étude préliminaire, il apparaît qu'un dosage de 0,25% d'EA est largement suffisant pour produire des mousses minérales avec la masse volumique souhaitée. De même, un dosage de 2% d'AB s'est avéré suffisant et industriellement réaliste. La masse volumique des mousses de gypse avec OSB et EA est stable à environ 650 kg/m<sup>3</sup> pour des temps de malaxage allant de 2 à 5 min. Elle diminue légèrement entre 7 et 12 min, puis diminue à nouveau plus fortement après 15 min. Conjointement à la diminution de la masse volumique de la mousse minérale après 15 min, une ségrégation de la pâte est constatée : un dépôt de pâte ferme reste collé en fond de bol, expliquant de ce fait la diminution « apparente » de la masse volumique de la mousse minérale, le prélèvement étant fait sur le haut du bol. Différents essais ont permis de vérifier si la formation de ce dépôt était répétable et s'il ne pouvait pas être lié à un dépôt formé dès le début du malaxage lors de la formation de la pâte avant moussage avec le fouet. Ce dépôt est bien associé à une phase longue de moussage : une instabilité dans la formation de la mousse se crée pour des temps de malaxage longs.

Les courbes d'évolution de la masse volumique à l'état frais des mousses de gypse DFOSB et DFEA, sont relativement superposées (Figure II.28). On retrouve cette superposition quelle que soit le temps de malaxage étudiés. L'évolution de la hauteur de mousse minérale générée dans le bol pendant le malaxage est également assez similaire pour ces deux tensioactifs (Figure II.29). L'effet du rapport E/L

est visible dans le cas des mousses DFOSB (Figure II.30). La cinétique de formation de la mousse est accélérée par une augmentation de la teneur en eau.

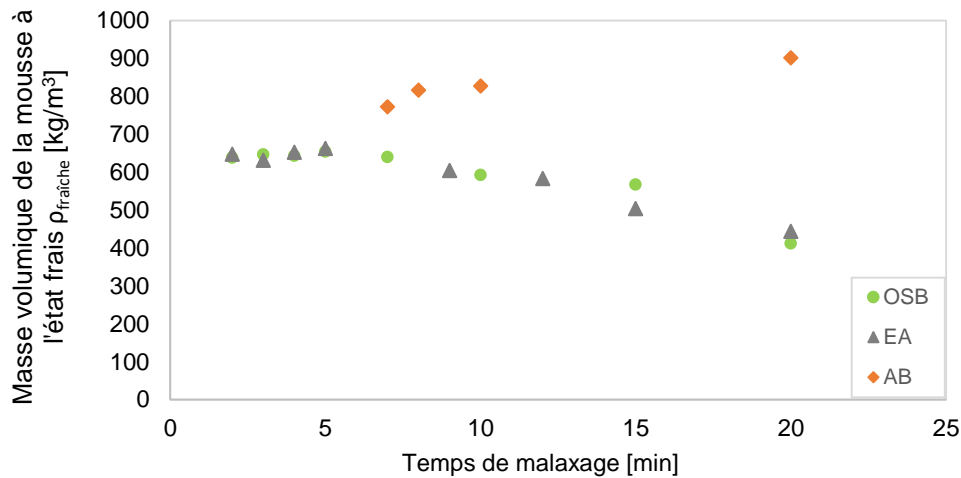


Figure II.28 : Evolution de la masse volumique apparente des mousses de gypse à l'état frais en fonction du temps de malaxage

Les mousses de gypse PFAB montrent un comportement différent. La masse volumique augmente avec le temps de mélange. Ceci peut être expliqué en partie par la non-homogénéité du mélange due à la méthode de pré-moussage PF : la pâte est ajoutée au bol contenant déjà la mousse aqueuse. La destruction de la mousse lors du malaxage peut également expliquer de tels résultats, la mesure de la hauteur de la mousse dans le bol diminuant avec le temps de malaxage (Figure II.29). Pour des temps de malaxage supérieurs à 8 min, on constate une agglomération de la pâte au fond du bol. Ce phénomène de perte d'homogénéité ne semble pas lié aux mêmes mécanismes que dans le cas des mousses DFOSB et DFEA. Il s'agit plutôt d'une dégradation progressive de la mousse due aux conditions de cisaillement qui sont certainement très hétérogènes durant l'étape d'introduction de la pâte minérale dans la mousse aqueuse.

Dans le cas des mousses DFAB/OSB obtenues par moussage direct avec des temps de malaxage inférieur à 7 min, le volume de mousse semble se stabiliser rapidement sans que l'on constate une augmentation continue du volume de mousse. Les deux agents de moussage semblent ne pas montrer de synergie. L'apport de l'OSB a l'avantage toutefois de permettre d'exploiter la technique de moussage direct avec AB.

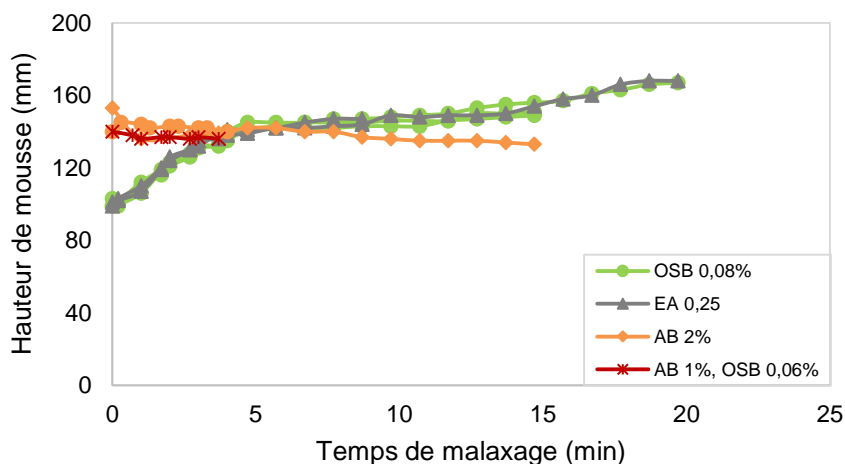


Figure II.29 : Mesure de la hauteur de la mousse dans le bol pendant le malaxage.

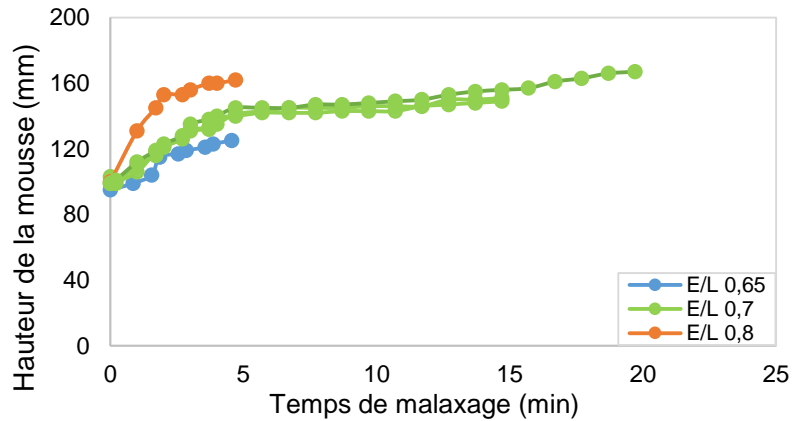


Figure II.30 : Evolution de la hauteur des mousses DFOSB ( $d=0,08\%$  et rapport E/L variable) en fonction du temps de malaxage.

## II.6 - Mousse de chaux à l'état frais

### II.6.1. Masse volumique apparente

Les mousses de chaux ont été produites par malaxage direct à partir d'une formulation identique (Tableau II.11) ; seul le temps de malaxage varie de 2 à 23 min.

Tableau II.11 : Composition des mélanges utilisés pour réaliser les mousses de chaux.

Constituants	Chaux	Eau	Superplastifiant	Retardeur de prise	Dosage en OSB	Temps de malaxage
Masse [g]	1000	600	2	0,1	1,38	Variable

La masse volumique apparente des mousses de chaux produites avec l'OSB présentent la même évolution que les mousses de gypse. Elle diminue logiquement avec le temps (Figure II.31), le malaxage augmentant progressivement la quantité de bulles générées dans le liant. Les valeurs se stabilisent vers  $1100 \text{ kg/m}^3$  pour des temps de malaxage entre 10 et 20 min. Au-delà de 20 min, une diminution notable de la masse volumique de la mousse de chaux est constatée. Un dépôt de pâte est observé au fond du bol, expliquant là encore la diminution « apparente » de la masse volumique, le prélèvement étant fait sur le haut du bol.

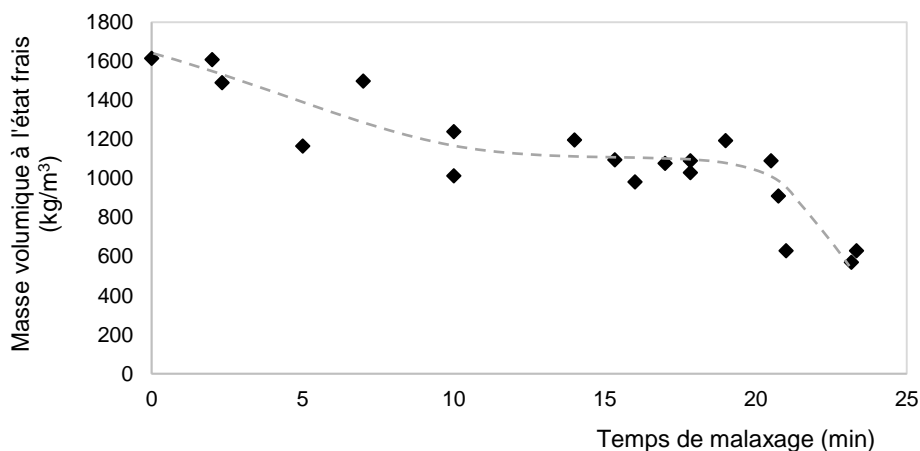


Figure II.31 : Evolution de la masse volumique apparente des mousses de chaux à l'état frais en fonction du temps de malaxage.

## II.7 - Rhéologie des mousses minérales

Le comportement rhéologique de la pâte de gypse et des mousses minérales est étudié avec les rhéomètres Kinexus® et Brookfield® équipés de géométries vanes. Ces mesures permettent d'étudier l'effet du temps de mélange, de la nature et du dosage en tensioactif sur les conditions de cisaillement des mousses de gypse.

### II.7.1. Pâte de gypse

Les propriétés rhéologiques des pâtes de gypse sont affectées par un grand nombre de facteurs, tels que le rapport E/L, la taille des grains et les conditions de mélange. En outre, elles sont tributaires du processus de prise, qui se développe généralement très rapidement.

L'étude du comportement rhéologique des pâtes de gypse, gâchées à différent taux 0,6 ; 0,7 et 0,8 est faite avec le rhéomètre Kinexus (Figure II.32).

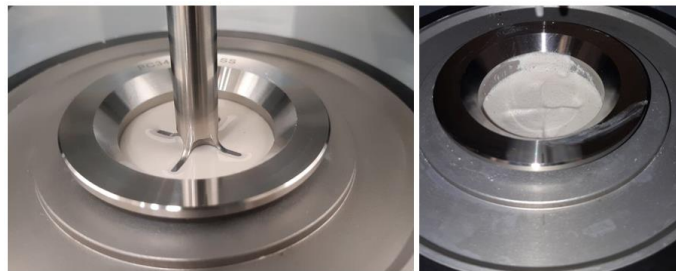


Figure II.32 : Mesure de la contrainte seuil d'une pâte de gypse au rhéomètre Kinexus géométrie vane (gauche). Echantillon après essai (droite).

Un exemple de la courbe d'écoulement (points bleus) obtenu avec la pâte de gypse, gâchée à 0,7, est présenté sur la Figure II.33 (gauche). L'ajustement du modèle de Bingham (points rouges) sur la partie linéaire de la courbe permet d'identifier la valeur de la contrainte seuil ( $\sigma_0 = 3,56$  Pa) et la viscosité plastique  $\eta_p = 0,046$  Pa.s. Un coefficient de variance de 0,997 est obtenu indiquant un bon ajustement du modèle.

C'est également le cas pour l'ajustement du modèle de Herschel-Bulkley (Figure II.33 (droite)). Une corrélation parfaite entre les données expérimentales et les données théoriques est obtenue. La contrainte seuil obtenue est de 3,45 Pa (quasiment égale au modèle de Bingham). Deux nouveaux paramètres sont déterminés : la consistance  $K = 0,09$  et l'indice d'écoulement  $n = 0,81$ . Ce dernier paramètre signifie que la pâte présente un comportement légèrement rhéofluidifiant.

L'effet de l'ajout du retardant est également étudié. L'échantillon présente un comportement presque identique à celui de la pâte de référence. Cela signifie que le dosage du retardateur de prise ajouté (0,01% de la masse du liant) ne modifie pas de manière significative les propriétés rhéologiques.

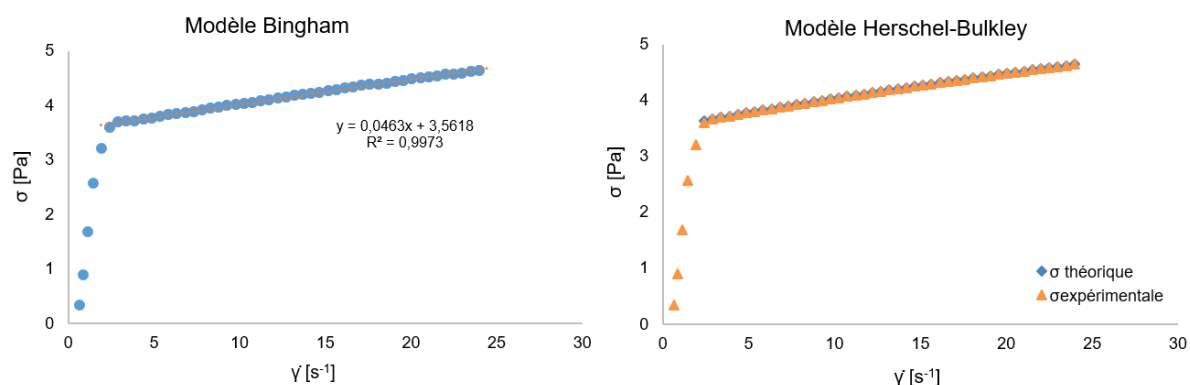


Figure II.33 : Application du modèle de Bingham (gauche). Corrélation entre les résultats expérimentaux de la contrainte seuil de cisaillement et théoriques du modèle Herschel- Bulkley (droite).

Les valeurs des paramètres sont résumées dans le Tableau II.12. Un taux de gâchage plus faible permet d'avoir une pâte plus visqueuse présentant un seuil d'écoulement beaucoup plus grand (jusqu'à 25 Pa).

Tableau II.12 : Les paramètres rhéologiques des pâtes de gypse

Pâte	E/L	Modèle Bingham			Modèle Herschel-Bulkley		
		$\varphi_p$	$\sigma_0$ [Pa]	$\eta_p$ [Pa.s]	$\sigma_0$ [Pa]	n	K
M3	0,6	0,4238	25,45	0,09	25,36	0,92	0,11
M1	0,7	0,3841	3,56	0,05	3,45	0,81	0,09
M4	0,8	0,3517	2,04	0,02	1,99	0,73	0,05

L'évolution de la contrainte de mise en écoulement  $\sigma_0$  en fonction de la fraction volumique solide  $\varphi_p$  des différentes pâtes (calculée à partir de E/L) peut être confrontée à des modèles de seuil de la littérature. Cette confrontation permet d'évaluer une fraction volumique solide de packing  $\varphi_{max}$ . La Figure II.34 présente les résultats d'un ajustement d'un modèle de Quemada [158] avec l'Eq (2.8) et d'un modèle de Kapur [159] avec l'Eq (2.9).

$$\sigma_0 = m \left( \frac{1 - \varphi_p}{\varphi_{max}} \right)^{-2} \quad \text{Eq (2.8)}$$

$$\sigma_0 = \frac{m \cdot \varphi_p^2}{\varphi_{max} - \varphi_p} \quad \text{Eq (2.9)}$$

avec  $\sigma_0$  le seuil d'écoulement de la pâte (Pa), m une constante (dont la signification n'est pas identique entre les deux modèles),  $\varphi_p$  fraction volumique solide et  $\varphi_{max}$  fraction volumique solide de packing.

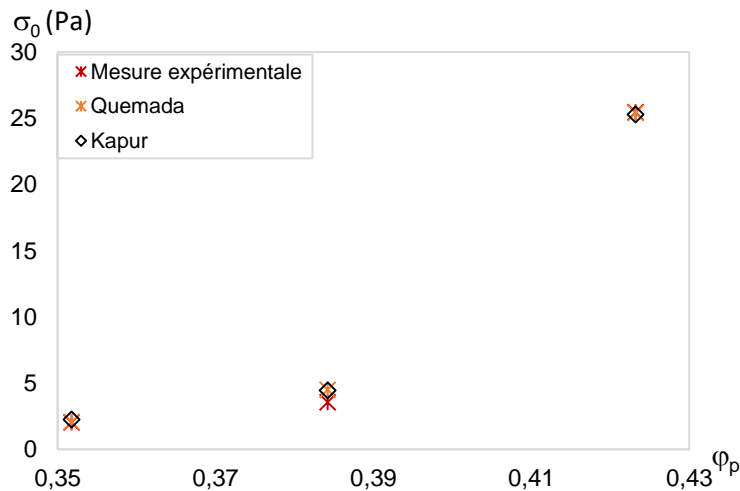


Figure II.34 : Ajustement des modèles Quemada et Kapur aux mesures expérimentales des pâtes de gypse

L'ajustement très satisfaisant permet d'estimer les paramètres du modèle. On constate que la fraction volumique de packing est de 0,4338 dans un cas et de 0,4515 dans l'autre, les paramètres sont résumés dans le Tableau II.13.

Tableau II.13 : Paramètres d'ajustement des modèles Quemada et Kapur.

Paramètres	Modèles	
	Quemada	Kapur
$\varphi_{\max}$	0,4515	0,4338
m	0,1	1,5

## II.7.2. Comparaison des mesures rhéologiques Kinexus-Brookfield

Sur les mousses minérales à base de gypse, le protocole de mesure rhéologique est utilisé avec deux rhéomètres. Les deux appareils ont donné des résultats cohérents mais légèrement différents.

La Figure II.35 montre la corrélation entre les valeurs mesurées avec les deux appareils. La contrainte de mise en écoulement mesurée avec l'appareil Kinexus® donne toujours une valeur supérieure à celle mesurée par le rhéomètre Brookfield®. Une fonction linéaire est obtenue permettant d'avoir une translation entre les résultats obtenus avec les deux méthodes :

$$\sigma_{m(Kinexus)} = 0,8129 \times \sigma_{m(Brookfield)} + 11,78 \quad \text{Eq (2.10)}$$

Cet écart ne peut être expliqué simplement. Toutefois, il faut rappeler que les mesures ne sont pas réalisées strictement sur la même zone de l'échantillon (haut du bol et milieu du bol). Il est possible que la structure de la mousse soit un peu différente près de la surface, plus aérée ou avec des bulles moins fines et/ou moins bien distribuées pour expliquer 11 Pa de différence. Finalement, seules les mesures réalisées sur l'appareil Kinexus® sont discutées dans ce mémoire.

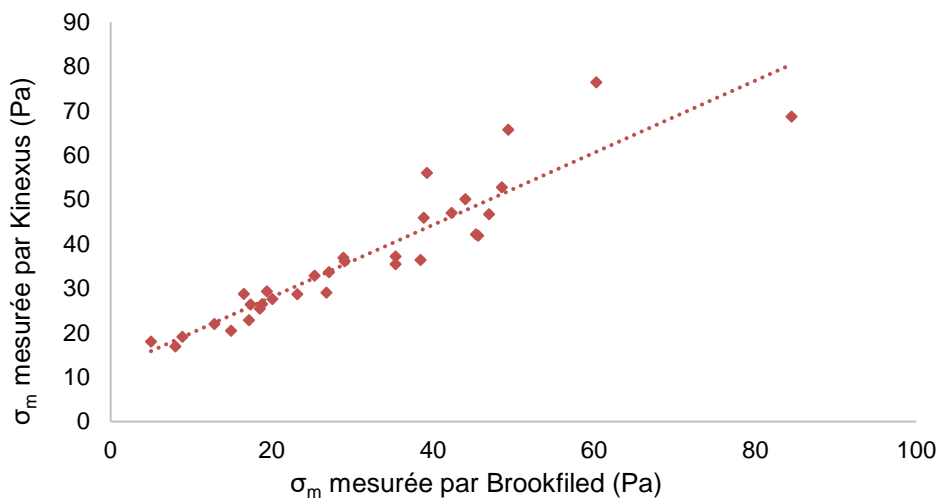


Figure II.35 : Relation entre les valeurs de la contrainte de mise en écoulement mesurées avec les deux dispositifs Kinexus et Brookfield

## II.7.3. Les mousses minérales de gypse

### II.7.3.1 Influence du temps de malaxage

Les résultats obtenus pour les mousses DFOSB et DFEA sont présentés dans la Figure II.36. Ces mousses sont produites avec un rapport de E/L = 0,6 et 0,7 pour DFOSB avec un dosage en OSB de 0,08 % (CMC) et E/L = 0,7 pour DFEA avec un dosage en EA de 0,25 %.

En rappelant que la contrainte de mise en écoulement de la pâte de gypse pour E/L = 0,7 est de l'ordre de 4 Pa, il apparaît que ce seuil est décuplé dès que la pâte est moussée. Les mousses minérales sont caractérisées par des contraintes de mise en écoulement du même ordre de grandeur que celles des mousses aqueuses OSB et EA.



La contrainte de mise en écoulement des mousses minérales est affectée par le temps de malaxage, ce qui est logique puisque la structure du mélange change pendant le malaxage. Le comportement des mousses fabriquées avec les deux tensioactifs OSB et EA est assez similaire, la courbe présentant un maximum à 10 min de malaxage.

Le malaxage avec le fouet permet de piéger des bulles d'air dans la suspension. La masse volumique de la mousse diminue, ce qui se traduit dans un premier temps par la dispersion de bulles d'air dans une matrice viscoplastique. Puis, en raison de la multiplication des interfaces couplées à une diminution des tailles de bulles, un fonctionnement de voiles connectés apparaît et conduit à une certaine rigidification du milieu, certainement à l'origine de l'augmentation du seuil de mise en écoulement.

Au-delà du maximum sur les courbes, une légère décroissance de la contrainte de mise en écoulement peut être constatée, ce qui présente une certaine similitude avec le comportement des mousses aqueuses étudiées précédemment. Pour les mousses aqueuses, la diminution de la contrainte de mise en écoulement est associée à une modification de la texture de la mousse (structure en flocons) conduisant à une mousse « cassante ». Ceci n'est pas constaté dans le cas des mousses minérales. Par contre, la diminution de la contrainte de mise en écoulement peut s'expliquer par une progressive diminution de la masse volumique de la mousse minérale mais aussi par la perte d'homogénéité de la mousse (cf. II.5.1) qui se traduit par une ségrégation d'une partie de la pâte et son agglomération au fond du bol. L'échantillon prélevé pour les essais de rhéologie étant situé en milieu ou haut de bol, il est possible que la légère diminution de la contrainte de mise en écoulement constatée pour ces temps de malaxage plus longs soit en fait à associer à une mousse dont la concentration en pâte est moins importante.

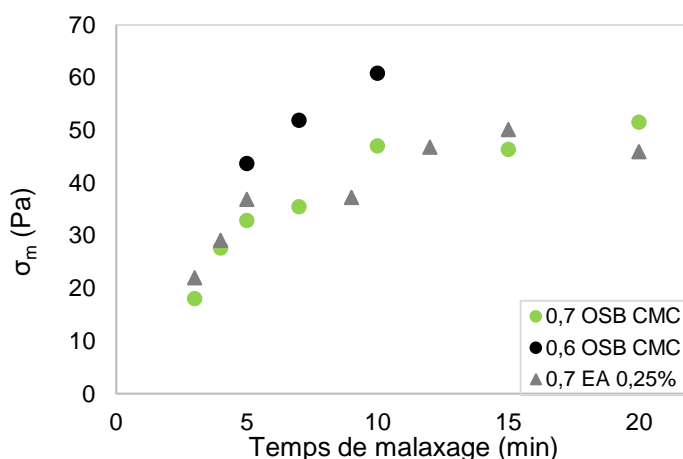


Figure II.36 : Evolution de la contrainte de mise en écoulement des mousses DFOSB et DFEA en fonction du temps de malaxage.

Les points noirs (Figure II.36) montrent l'évolution de la contrainte seuil pour une mousse gâchée à 0,6 avec un dosage en OSB de 0,08%. Il apparaît que la diminution du taux de gâchage contribue à augmenter la contrainte de mise en écoulement, la mousse produite est moins fluide. Un tel comportement doit être à rapprocher de ce qui a été également remarqué avec les pâtes de gypse gâchées à 0,6. Dans ce cas la contrainte seuil a augmenté considérablement (jusqu'à 25,45 Pa (Tableau II.12)).

On a pu constater antérieurement que la masse volumique de la mousse minérale fraîche ne varie pas significativement au début du malaxage (typiquement de 2 à 5 min- cf. II.5.1), alors que la Figure II.36 montre une nette augmentation de la contrainte de mise en écoulement des mousses minérales. Il semble donc que cette contrainte de mise en écoulement des mousses soit très influencée par la taille et la distribution des bulles (à porosité égale).

### II.7.3.2 Influence du dosage en tensioactif

La Figure II.37 montre l'effet du dosage en OSB (0,01, 0,02, 0,04 et 0,09 %) et en EA (0,0625, 0,125, 0,25, 0,5 et 1 %) sur la contrainte de mise en écoulement pour des mousses ayant été gâchées à 0,7 avec 5 min de malaxage. La mousse d'OSB produite avec un dosage de 0,01% présente la contrainte de mise en écoulement la plus faible de cette série (proche de la valeur de la pâte seule). La mousse



obtenue avec un tel dosage est fluide. La contrainte de mise en écoulement croît ensuite avec l'augmentation du dosage en OSB. L'évolution semble similaire pour les mousses minérales EA jusqu'à un dosage de 0,25 %. Pour de faibles dosages en EA, la contrainte de mise en écoulement augmente avec l'augmentation du dosage. Une valeur maximale est obtenue pour un dosage de 0,5 %. Au-delà, la contrainte de mise en écoulement diminue, le mélange étant plus fluide. La Figure II.38 montre la structure à la surface des mousses produites avec 0,25 % EA (gauche) et 0,5 % EA (droite), on peut remarquer que pour le même temps de malaxage, de grosses bulles se forment à la surface de la mousse produite avec 0.5% alors qu'une bonne homogénéité est obtenue avec un dosage de 0,25 %. Un dosage à 0.25% d'EA semble être le meilleur compromis : une contrainte de mise en écoulement élevée, gage de stabilité de la mousse minérale et une bonne homogénéité de la structure. Les valeurs des contraintes de mise en écoulement en fonction du dosage en OSB et EA sont présentées dans le Tableau II.14. Le tableau indique également les masses volumiques en frais des différentes mousses minérales. On peut constater une fois de plus que la contrainte de mise en écoulement n'est pas simplement liée à la masse volumique de la mousse lorsque l'on modifie le dosage en tensioactif. Il y a un couplage entre l'effet de la structure de la mousse (finesse des bulles) et le moussage (le nombre de bulles).

Tableau II.14 : Les contraintes de mise en écoulement des mousses minérales DFOSB et DFEA pour des dosages variables, avec  $E/L = 0,7$  et 5 min de malaxage.

Série de mousse (5 min de malaxage et $E/L = 0,7$ )	d [%]	$\rho_{\text{fraîche}}$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$\sigma_m$ [Pa]
DFOSB	0,08	655,07	32,90
	0,04	737,57	26,48
	0,02	762,58	25,43
	0,01	953,38	10,69
DFEA	1	417,42	29,31
	0,5	559,40	39,05
	0,25	662,91	36,90
	0,125	769,57	28,74
	0,0625	870,42	16,93

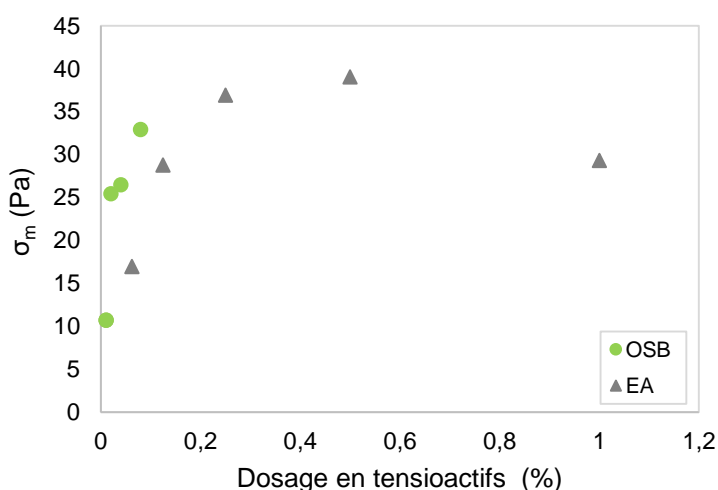


Figure II.37 : L'effet du dosage en tensioactif sur la contrainte de mise en écoulement pour des mousses produites à  $E/L = 0,7$  après 5 min de malaxage.



Figure II.38 : Structure à la surface des mousses EA à deux dosages 0,25 % (gauche) et 0,5 % (droite).

### II.7.3.3 Influence du taux de gâchage

Les valeurs de contrainte de mise en écoulement et de masse volumique en frais des mousses étudiées sont résumées dans le Tableau II.15. La Figure II.39 présente l'évolution de la contrainte de mise en écoulement en fonction du rapport E/L pour les mousses de gypse obtenues avec un dosage en tensioactif de 0,08 % pour l'OSB et de 0,25 % pour l'EA et un temps de malaxage de 5 minutes. La contrainte de mise en écoulement apparaît comme une fonction assez linéaire du taux de gâchage. Sachant qu'une relation linéaire lie le rapport E/L et la fraction volumique solide dans la pâte (Figure II.40 (gauche)) et que la rhéologie de la pâte est très influencée par E/L (voir II.7.1) on pourrait en conclure que la contrainte de mise en écoulement de la mousse minérale est une fonction linéaire croissante de la fraction volumique solide. Cependant la masse volumique de ces mousses minérales évoluent en parallèle et on peut constater sur la Figure II.40 (droite) que l'évolution de la contrainte de mise en écoulement est également une fonction croissante de la masse volumique de la mousse à l'état frais. La contrainte seuil augmente pour des masses volumiques plus élevées ; des valeurs de 44 Pa et 42 Pa sont obtenues pour les mousses DFOSB et DFEA, respectivement, pour un taux de gâchage de 0,6.

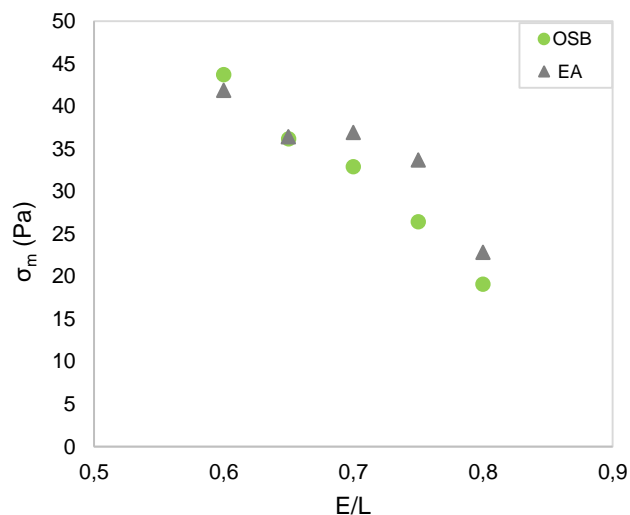


Figure II.39 : L'effet du rapport E/L sur la contrainte de mise en écoulement.

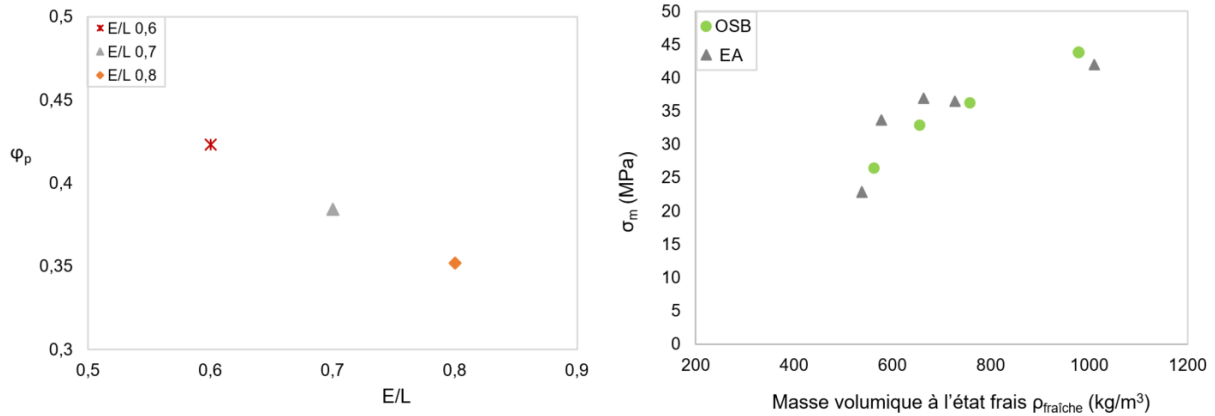


Figure II.40: Relation entre la fraction volumique solide et le taux de gâchage (gauche). Evolution de la contrainte de mise en écoulement en fonction de la masse volumique en frais pour des mousses de gypse obtenues à différents E/L (droite), même dosage en OSB 0,08% et 0,25% EA et 5 min de malaxage.

Tableau II.15 : Les contraintes de mise en écoulement des mousses DFOSB et DFEA pour différents taux de gâchage, même dosage en OSB 0,08% et 0,25% EA et 5 min de malaxage

Série de mousse (5 min de malaxage)	E/L	$\rho_{\text{fraiche}}$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$\sigma_m$ [Pa]
DFOSB (d = 0,08 %)	0,6	979,73	43,69
	0,65	757,47	36,16
	0,7	655,07	32,90
	0,75	562,12	26,40
	0,8	547,95	19,09
DFEA (d = 0,25 %)	0,6	1009,90	41,87
	0,65	726,79	36,41
	0,7	662,91	36,90
	0,75	577,92	33,68
	0,8	539,42	22,83

#### II.7.3.4 Cas de mousses PFAB

Pour les mousses produites avec AB, les compositions, les contraintes de mise en écoulement et les masses volumiques en frais sont présentées dans le Tableau II.16.

Pour les mousses aqueuses AB, une contrainte de mise en écoulement importante est obtenue pour les différents temps de malaxage testés.

Les mousses PFAB (méthode par pré-moussage) produites après 7 et 8 min de malaxage présentent les plus fortes valeurs de la contrainte de mise en écoulement. Rappelons que les mousses aqueuses présentent une contrainte de mise en écoulement de 43 Pa pour les mêmes formulations. 8 min semble insuffisantes pour obtenir une homogénéité du mélange, faussant la mesure rhéologique. Il en est de même pour les temps de malaxage longs (20 min) qui engendrent la destruction de la mousse.

Pour les mousses DFAB/OSB, les valeurs obtenues sont de même ordre de grandeur. Un dosage plus fort en albumine permet d'augmenter légèrement la contrainte de mise en écoulement.

L'évolution des contraintes de mise en écoulement n'apparaît pas directement liée à la masse volumique en frais. Une fois de plus, les effets sur la structure de la mousse sont plus influents.

Tableau II.16 : Contraintes seuils d'écoulement en fonction du temps de malaxage et des dosages pour les mousses PFAB et DFAB/OSB - Valeurs obtenues avec le rhéomètre Brookfield.

Méthode de moussage	Temps de malaxage [min]	AB	OSB	$\rho$ fraîche [kg/m <sup>3</sup> ]	$\sigma_m$ [Pa]
PF	7	2%	-	772,92	135,67
PF	8	2%	-	816,52	103,97
PF	10	2%	-	827,80	14,96
PF	20	2%	-	902,10	84,49
DF	10	1% (dilué avec Turax)	0,06%	833,45	20,47
DF	7	1% (dilué avec Turax)	0,08%	810,81	23,22
DF	7	1% (dilué manuellement)	0,06%	863,37	24,04
DF	7	1% (poudre)	0,08%	777,01	27,06
DF	7	2% (poudre)	0,08%	769,40	29,25

#### II.7.4. Vers un modèle d'homogénéisation

A partir des différents constats relatifs à l'évolution de la contrainte de mise en écoulement des mousses minérales, il est possible d'orienter la réflexion portant sur la mise en place d'un modèle rhéologique qui soit adapté au cas des mousses minérales. Le modèle rhéologique vise à relier la rhéologie de la mousse minérale à la rhéologie de ses composants autrement dit à la rhéologie de la pâte minérale et à la rhéologie de la mousse aqueuse. La réflexion est ici uniquement centrée sur la contrainte de mise en écoulement. Elle peut être considérée comme une fonction couplée, faisant intervenir plusieurs facteurs :

- la structure porale : que ce soit les mousses aqueuses ou les mousses minérales, l'évolution, à masse volumique constante des tailles de bulles se traduit par une augmentation de la contrainte de mise en écoulement. C'est probablement la multiplication des parois entre bulles (taille et distribution des bulles) qu'il faut considérer. Sous l'effet d'un cisaillement, chaque membrane de bulle va se déformer et s'étirer dans une direction formant un angle de 45° avec la direction de cisaillement, la bulle prenant une forme oblongue. L'augmentation de la surface de bulle parallèlement à la direction d'étirement mobilise un effort qui est proportionnelle à la tension de surface et au périmètre étiré (qui peut être estimé à  $2\pi r$  où  $r$  est le rayon moyen de bulle). En cumulant l'effet de chaque bulle, on en déduit que la contrainte de cisaillement dans la mousse doit être proportionnelle à  $\gamma \cdot r \cdot (1/r^3)^{2/3}$ , soit à  $\gamma/r$ . Passer d'une contrainte de mise en écoulement de 10 Pa à 40 Pa entre les mousses aqueuses OSB et AB est donc tout à fait compatible avec une tension de surface passant de 35 mN/m à 50 mN/m et un rayon moyen de bulle passant de 240  $\mu\text{m}$  à 89  $\mu\text{m}$ . Dans ce cas on obtient un rapport de 3,85 entre les contraintes de mise en écoulement des deux mousses minérales.
- le seuil de la pâte : ici la pâte est caractérisée par une contrainte de mise en écoulement évoluant entre 2 et 25 Pa selon la valeur de E/L.
- la porosité liée aux bulles qui vient en quelque sorte diluer la phase fluide (la pâte) dans la mousse.

Un modèle de type COT [160] peut-il constituer une approche pertinente ? Ce modèle construit une approche par homogénéisation qui permet de prédire l'évolution du seuil relatif d'une suspension concentrée de particules rigides dans un fluide à seuil Eq (2.11).

$$\frac{\sigma_m}{\sigma_i} = \sqrt{(1 - \varphi) \left( \frac{1 - \varphi}{\varphi_{lim}} \right)^{-2,5\varphi_{lim}}} \quad \text{Eq (2.11)}$$

Où  $\sigma_i$  est la contrainte de mise en écoulement de la phase continue,  $\phi$  la fraction volumique des occlusions,  $\phi_{lim}$  la fraction volumique de packing des occlusions et  $\sigma_m$  la contrainte de mise en écoulement (Pa).

A partir de ce modèle, on peut envisager deux cas limites. Soit les bulles sont équivalentes à des occlusions rigides et dans ce cas la pâte constitue la phase continue, soit la pâte joue le rôle d'occlusion et la mousse aqueuse constitue la phase continue. Selon le principe de minimisation des travaux virtuels, la solution physiquement acceptable correspond à la contrainte de mise en écoulement minimale entre les deux approches. L'exemple de l'évolution de la contrainte de mise en écoulement d'une mousse minérale DFOSB gâchée à 0,7 est présenté Figure II.41, en fonction de la fraction volumique de bulles. Pour ce tracé de principe, on considère des contraintes de mise en écoulement de la pâte et de la mousse aqueuse respectivement de 3,7 Pa et 10 Pa. Les fractions de packing respectives sont prises arbitrairement égales à 1. Cette approche par homogénéisation, discutable en raison du caractère non rigide des occlusions permet de prendre en compte l'effet de la porosité totale et du seuil de la pâte sur la réponse rhéologique de la mousse minérale. Cependant, on constate sur l'exemple présenté, que la contrainte de mise en écoulement des mousses pour des fractions de bulle comprises entre 0,6 et 0,8 reste en deçà des valeurs mesurées expérimentalement (47 Pa pour l'exemple présenté).

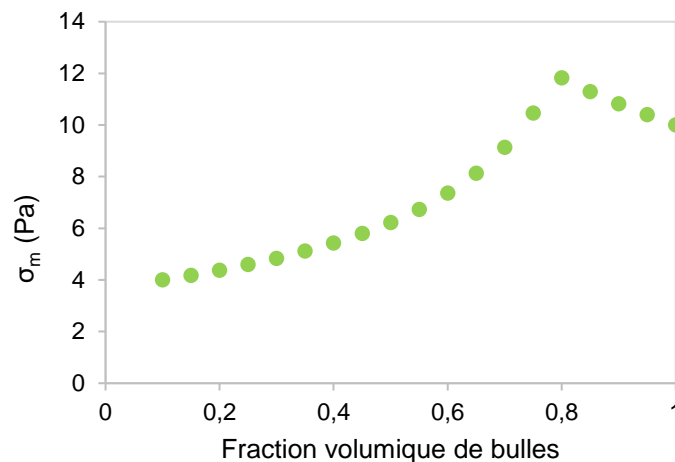


Figure II.41 : Evolution du seuil d'écoulement en fonction de la fraction volumique de bulles.

Etablir un modèle rhéologique adapté au cas des mousses minérales doit donc associer les deux considérations suivantes : tenir compte de la morphologie des bulles et s'appuyer sur un mélange de phases adapté à des occlusions déformables. Les données rhéologiques sur les mousses aqueuses et les mousses minérales dont nous disposons ne sont toutefois pas suffisantes pour aller plus avant dans l'identification d'un tel modèle rhéologique.

## II.8 - Lien entre mousses minérales et mousses aqueuses

### II.8.1. Modèle de mousse minérale

Sur la base des résultats présentés dans ce chapitre, un modèle de mousse minérale est proposé. Ce modèle repose sur la considération suivante : une mousse minérale à l'état frais peut être assimilée au mélange d'une mousse aqueuse et d'une pâte minérale concentrée.

La fraction volumique solide dans la mousse est donc complètement contenue dans la pâte pour former une suspension concentrée. La fraction volumique gazeuse correspond à l'air contenu dans les bulles de la mousse aqueuse. Le volume de la phase liquide, l'eau de constitution, est alors la somme du volume d'eau mobilisée pour constituer la paroi des bulles,  $V_{eau}$ , et de l'eau constituant la suspension concentrée (Figure II.42).

Le volume  $V_{eau}$  est déterminé sur la base de l'étude de la mousse aqueuse. Cette mousse aqueuse est constituée du volume d'air dans les bulles formées par le tensioactif et du volume d'eau entourant les bulles. Il apparaît que, pour des mousses stables, une relation a été identifiée entre le volume de mousse aqueuse et le volume d'eau associé à cette mousse. La composition de la mousse aqueuse

peut alors être considérée comme constante et caractérisée par son rapport  $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$ . Dans le cas des mousses aqueuses étudiées, ce rapport peut être considéré égal à 0,2 (cf. Tableau II. 17 et Tableau II.8).

Considérer qu'une mousse aqueuse est formée au sein de la mousse minérale présente l'avantage d'être compatible avec la formation d'un film d'eau entre deux bulles proches, toute particule ayant été chassée de ce film par exclusion stérique, ce qui va conduire à la formation d'une connexion entre bulles après durcissement et séchage de la mousse minérale. Ce phénomène d'exclusion stérique a été également observé par Samson [55] lors d'essais d'étalement.

Le volume d'eau mobilisé pour les parois de bulles est calculé à partir du rapport  $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$  considéré constant et de la porosité liée aux vides  $p_v$ . Cette porosité,  $p_v$ , correspond uniquement aux bulles d'air dans la pâte, induites par le moussage, identifiée à partir de la masse volumique en frais des mousses et de la pâte. Il est alors possible de calculer le volume d'eau restant dans la pâte, nommé  $E_p$ , et de calculer la fraction volumique solide de la pâte  $\varphi_p$ . Dans la suite du texte, la suspension minérale est appelée matrice fraîche.

Augmenter le moussage d'un mélange revient donc à augmenter la quantité de mousse aqueuse formée (en mobilisant plus d'eau du mélange) et donc diminuer la proportion d'eau dans la suspension concentrée.

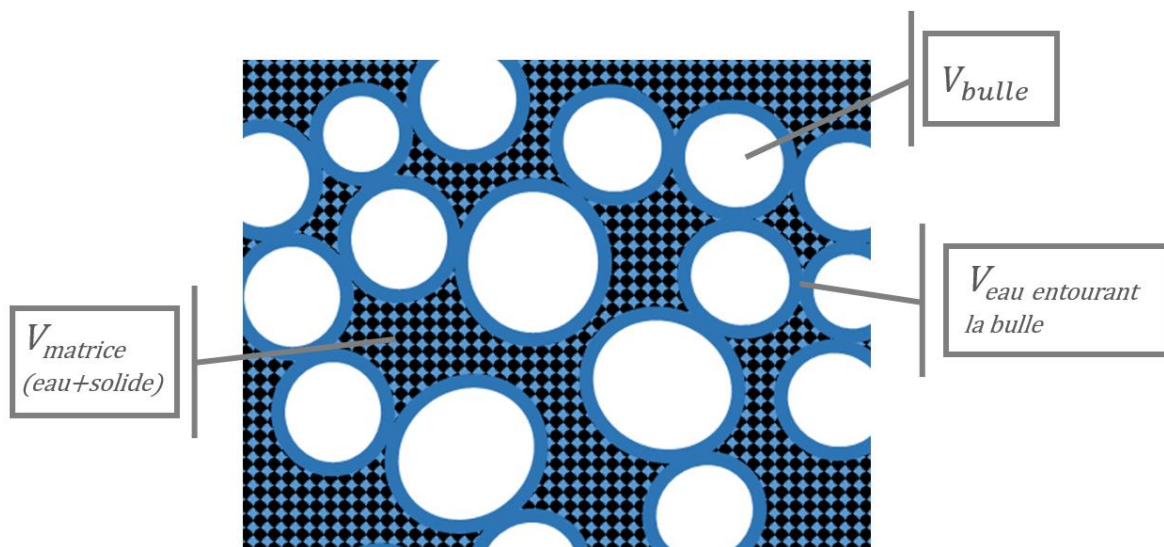


Figure II.42 : Composition d'une mousse minérale : matrice fraîche (suspension minérale) et mousse aqueuse.

La caractérisation des mousses minérales à l'état frais a montré qu'au début du malaxage, la masse volumique diminue du fait du moussage, jusqu'à ce qu'elle se stabilise. Pour des temps de malaxage long, cette masse volumique en frais peut fortement diminuer. Afin de mieux comprendre ce comportement, la masse volumique de la matrice fraîche est donc calculée et son évolution en fonction du temps de malaxage est présentée, dans le cas des mousses de gypse DF, sur la Figure II.43. Comme attendu, elle augmente légèrement durant les premières minutes de moussage pour se stabiliser après 5 à 7 min de malaxage. Puis elle augmente fortement au-delà de 18 min de malaxage pour les mousses DFOSB, DFEA. Il en est de même pour les mousses de chaux (Figure II.44). La masse volumique de la matrice fraîche des mousses PFAB présente une évolution différente. Elle reste quasiment stable, voire très légèrement décroissante en fonction du temps de malaxage.

Concernant les mousses DFOSB, DFEA et les mousses de chaux, une partie de l'eau du mélange va contribuer à la production de nouvelles bulles pendant le malaxage, et donc à la création d'une mousse aqueuse dans la suspension minérale, diminuant l'eau disponible pour la matrice fraîche. La Figure II.45 indique une forte évolution du volume de la mousse aqueuse aux temps de malaxage longs pour DFOSB, DFEA et la mousse de chaux. Le volume de la mousse aqueuse devient alors très important, induisant une forte diminution de la masse volumique de la mousse minérale, la matrice fraîche voit sa fraction volumique solide augmenter. Rappelons que pour des temps de malaxage élevés, une démixion est observée, une partie de la matrice fraîche se séparant de la mousse pour se déposer au fond du bol. Dans le cas des mousses PFAB, le volume de la mousse aqueuse créée diminue continuellement (Figure II.45). Le malaxage prolongé conduit à une destruction progressive de la mousse. Rappelons



que, dans ce cas (cf. II.5.1), une perte d'homogénéité a été constatée au-delà de 8 min de malaxage, conduisant à une agglomération de la pâte en fond de bol.

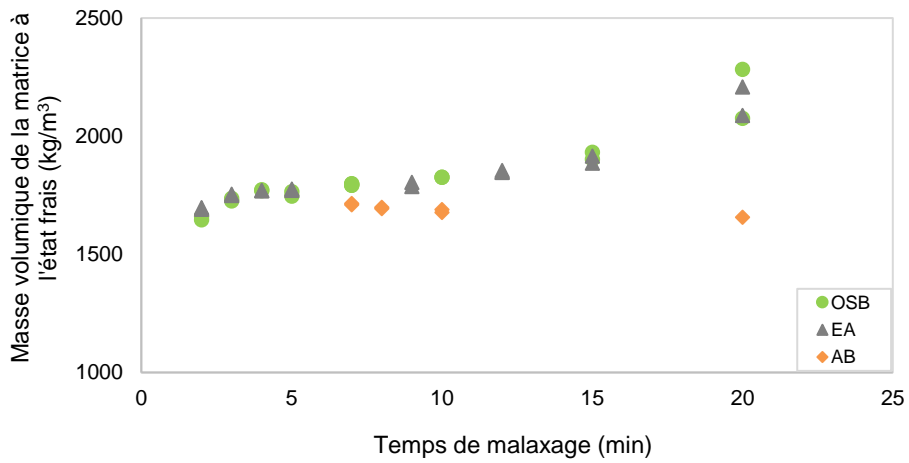


Figure II.43 : Evolution de la masse volumique apparente à l'état frais de la matrice des mousses de gypse DF en fonction du temps de malaxage.

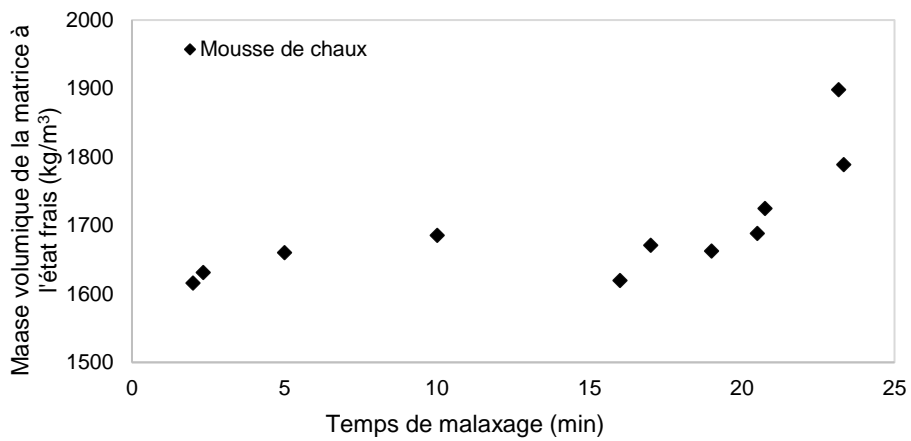


Figure II.44 : Evolution de la masse volumique apparente à l'état frais de la matrice des mousses de chaux en fonction du temps de malaxage.

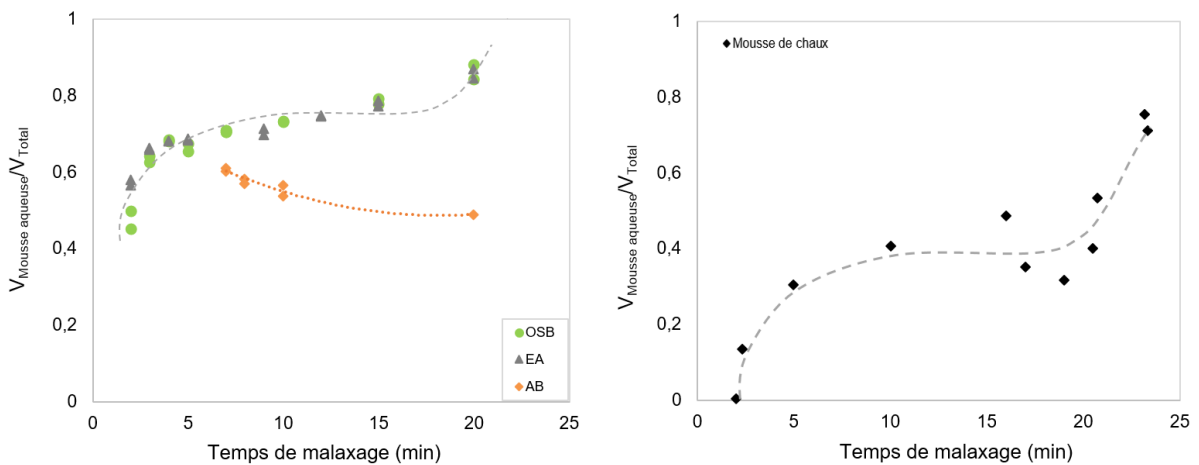


Figure II.45 : Evolution du volume de la mousse aqueuse dans la mousse de gypse (gauche) et de chaux (droite) en fonction du temps de malaxage.

## II.8.2. Notion de démixion

Il convient maintenant de comprendre le mécanisme responsable de la démixion. Kaddami [161] a étudié les conditions de drainage d'une suspension concentrée au sein d'une mousse minérale modèle (en condition statique). Dans ce travail, la stabilité au drainage d'une mousse peut s'expliquer en tenant compte de deux paramètres : la fraction volumique solide de la pâte  $\varphi_p$  et  $\lambda$  le paramètre de confinement.  $\lambda$  est le rapport entre la taille des particules solides  $d_p$  et la taille intérieure du bord de plateau dans la mousse. Ainsi pour une taille de particule définie  $d_p$ ,  $\lambda$  augmente quand la fraction d'air augmente (autrement dit quand le moussage augmente) ou quand la taille de la bulle diminue.

Evaluer  $\lambda$  dans notre cas est difficile, la taille des bords de plateaux restant inaccessible. L'étude de la stabilité des mousses et donc des films liquides créées peut être traduite par l'évolution de la fraction volumique solide  $\varphi_p$  de la matrice fraîche sachant que lors du malaxage, des particules sont expulsées des membranes liquides pendant le malaxage et viennent concentrer la matrice fraîche.

La Figure II. 46 montre l'évolution de  $\varphi_p$  en fonction du temps de malaxage. La fraction volumique solide a été calculée en utilisant l'Eq (2.12), avec  $V_L$  le volume de liant et  $V_{EP}$  le volume d'eau restant dans la matrice après la formation de la mousse (hors eau entourant les bulles, déjà considérée dans le volume d'eau dans la mousse).

$$\varphi_p = \frac{V_L}{V_{EP} + V_L} \quad \text{Eq (2.12)}$$

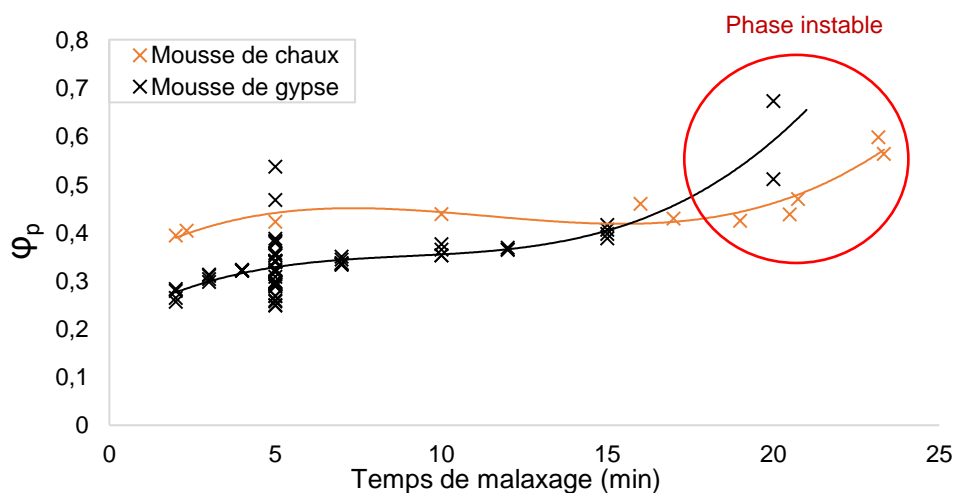


Figure II. 46 : Fraction volumique des particules dans le fluide interstitiel en fonction du temps de malaxage.

Les deux types de mousses présentent le même comportement mais avec des courbes de tendance légèrement différentes.  $\varphi_p$  augmente avec le temps de malaxage d'une manière plus significative pour des temps de malaxage longs.

Une première phase de stabilité correspond à une variation de  $\varphi_p$  peu significative jusqu'à 15-18 min. La stabilité de la mousse dans cette première phase correspond à des concentrations de particules dans les plateaux interbulles de la mousse minérale qui restent acceptables. La phase d'instabilité constatée sur les mousses correspond aux valeurs élevées de  $\varphi_p$ .

On peut rappeler que la fraction volumique de packing identifiées sur les suspensions de gypse est de 0,45. C'est globalement à cette valeur de  $\varphi_p$  que l'on constate le début d'instabilité dans la mousse de gypse. Atteindre ce packing affecte donc les conditions de moussage.

Lors du malaxage, les mécanismes suivants peuvent se succéder. Au sein de la mousse minérale, des particules solides peuvent s'évacuer de la structure de la mousse sous l'effet de la gravité ou du cisaillement et d'autres rester piégées dans des films et des plateaux interbulles. Pour des malaxages plus longs, le nombre de bulles augmente, leur taille diminue. Ainsi, les connexions entre bulles

augmentent ce qui conduit à diminuer le paramètre de confinement  $\lambda$ . Les membranes deviennent ainsi plus étroites permettant l'exclusion des particules solides. Cela se traduit par une séparation d'une partie des particules qui ne peuvent être bloquées dans les plateaux, et la mousse devient moins stable. Ces particules exclues de la mousse vont former un dépôt de pâte dans le fond du bol : ce phénomène de démixion est à associer à un seuil de mise en écoulement de la matrice fraîche devenant trop important. A partir du moment où cette démixion est amorcée, il conviendrait de tenir compte de la quantité de pâte déposée en fond de bol dans le calcul de  $\varphi_p$  et atteindre des valeurs supérieures à 0,6 n'a pas réellement de sens.

## II.9 - Conclusions

La capacité de trois tensioactifs synthétiques Hostapur OSB, CTAB et Cetrimide et deux protéiniques Albumine et Eabassoc à réduire la tension de surface d'une solution aqueuse a été évaluée à l'aide d'un tensiomètre. Ces mesures ont permis de déterminer pour les tensioactifs synthétiques une concentration micellaire critique. Les tensioactifs protéiniques ne possédant pas de CMC, la variation de la tension de surface a été mesurée en fonction du temps.

Le pouvoir moussant de ces tensioactifs et la stabilité des mousses aqueuses produites ont été ensuite analysés à l'aide d'un analyseur de mousse. Les mousses formées avec l'OSB présentent la structure la plus fine ; la structure de la mousse de Cetrimide a les plus grosses bulles. Celle obtenue avec le CTAB a des bulles plus petites, mais présente une distribution moins serrée. La modification de la structure des mousses aqueuses en fonction du temps présente une évolution similaire pour tous les tensioactifs. Une classification de l'efficacité des tensioactifs est dérivée de cette analyse : l'OSB semble être le plus actif, suivi du CTAB et du Cetrimide. La concentration égale à la CMC permet d'avoir un optimum combinant moussabilité et stabilité. De ce fait, les résultats obtenus avec l'OSB à la CMC ont été comparés à ceux obtenus avec des protéines. AB permet d'avoir une mousse aqueuse stable et un comportement similaire à celui de l'OSB. Il ressort également que la protéine EA est efficace à faible dosage et conduit également à des résultats similaires à ceux de l'OSB.

Ces trois agents moussants (OSB, AB et EA) sont sélectionnés pour former des mousses minérales sur la base de deux matrices : Gypse et Chaux. Deux méthodes de moussage sont nécessaires : DF et PF. Le temps de malaxage est étudié et varie de 2 min à 23 min. Il permet d'obtenir une large gamme de masse volumique apparente en frais.

En considérant qu'une mousse minérale est l'assemblage d'une mousse aqueuse et d'une suspension concentrée et se basant sur le principe d'un rapport volumique  $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$  constant dans la mousse aqueuse, les conditions de moussage constatées lors de la production des mousses minérales ont pu être discutées et interprétées sur le plan phénoménologique.

Les résultats indiquent que les mousses DF se développent selon trois étapes : une première avec le mélange des composants, une seconde avec la formation d'une mousse aqueuse dans la pâte. Pendant une longue période, aucune variation de masse volumique en frais n'est observée alors que des changements dans la rhéologie et la texture de la mousse sont observés. La troisième étape correspond à une brutale augmentation de la concentration solide de la matrice fraîche, coordonnée à une nette augmentation du volume de la mousse aqueuse. Ce phénomène, nommé démixion, apparaît lié au fait que la fraction volumique solide dans la matrice fraîche (la pâte) converge vers sa valeur limite, dite de packing.

Dans le cas des mousses PF, les mécanismes sont différents. L'homogénéisation entre la mousse aqueuse et la pâte est assez progressive. Les temps de malaxage longs se traduisent par une destruction progressive de la mousse aqueuse, également couplée à une perte d'homogénéité du mélange qui évoque plus une forme de drainage lent de la mousse sous cisaillement.

L'étude rhéologique a montré que le taux de gâchage ainsi que le dosage en tensioactif et le temps de malaxage affectent la contrainte de mise en écoulement de façon coordonnée à l'évolution de la structure de la mousse aqueuse et à la modification de la rhéologie de la matrice fraîche. L'effet de ces différents paramètres a permis de discuter de la mise en place d'un modèle rhéologique.

Il convient de compléter ces aspects en étudiant les propriétés d'usages des mousses minérales à l'état durci ainsi que l'influence de la structure porale sur ces différentes propriétés.

## II.10 - Références

- [10] B. Mazhoud, M. Viel, F. Collet, A. Phelipot-Mardelé, C. Lanos, et S. Prétot, « Is hemp lime concrete a mix of hemp and lime? », *Academic Journal of Civil Engineering*, p. 422-431, juin 2017, doi: 10.26168/ICBBM2017.64.
- [31] G. Samson, A. Phelipot-Mardelé, et C. Lanos, « Thermal and mechanical properties of gypsum–cement foam concrete: effects of surfactant », *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, p. 1502-1521, avr. 2016, doi: 10.1080/19648189.2016.1177601.
- [55] G. Samson, « Synthèse et propriétés des mousses minérales », Thèse, INSA Rennes, 2015.
- [147] P. Estellé, C. Michon, C. Lanos, et J. Grossiord, « De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative », *Rhéologie*, vol. 21, p. 10-35, 2011.
- [148] S. Meille, « Etude du comportement mécanique du plâtre pris en relation avec sa microstructure », Thèse, INSA de Lyon, 2001.
- [149] N. B. Vargaftik, B. N. Volkov, et L. D. Voljak, « International Tables of the Surface Tension of Water », *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, vol. 12, n° 3, p. 817–820, juill. 1983, doi: 10.1063/1.555688.
- [150] KRÜSS, « Dynamic Foam Analyzer – DFA100 ». <https://www.kruss-scientific.com/en-US/products-services/products/dfa100fsm> (consulté le oct. 24, 2021).
- [151] K. Lunkenheimer, K. Malysa, K. Winsel, K. Geggel, et St. Siegel, « Novel Method and Parameters for Testing and Characterization of Foam Stability », *Langmuir*, vol. 26, n° 6, p. 3883–3888, mars 2010, doi: 10.1021/la9035002.
- [152] J. W. Gibbs, *Elementary principles in statistical mechanics: developed with especial reference to the rational foundation of thermodynamics*. C. Scribner's sons, 1902.
- [153] J. W. Gibbs, « The collected works of J. Willard Gibbs. », Yale Univ. Press, 1948.
- [154] A. Dominguez, A. Fernandez, N. Gonzalez, E. Iglesias, et L. Montenegro, « Determination of Critical Micelle Concentration of Some Surfactants by Three Techniques », *J. Chem. Educ.*, vol. 74, n° 10, p. 1227, oct. 1997, doi: 10.1021/ed074p1227.
- [155] J. Goronja, A. Janosevic-Lezaic, B. Dimitrijevic, A. Malenovic, D. Stanisavljev, et N. Pejic, « Determination of critical micelle concentration of cetyltrimethylammonium bromide: Different procedures for analysis of experimental data », *Hemijaska industrija*, vol. 70, n° 4, p. 485–492, 2016, doi: 10.2298/HEMIND150622055G.
- [156] C. Stubenrauch et K. Khristov, « Foams and foam films stabilized by CnTAB: Influence of the chain length and of impurities », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 286, n° 2, p. 710–718, juin 2005, doi: 10.1016/j.jcis.2005.01.107.
- [157] J. Sauter, *Die Grössenbestimmung der im Gemischnebel von Verbrennungskraftmaschinen vorhandenen Brennstoffteilchen:(Mitteilung aus d. Labor. f. techn. Physik d. Techn. Hochsch. München); mit 26 Abb. u. 8 Zahlentaf.* VDI-Verlag, 1926.
- [158] D. Quemada, « Rheology of concentrated disperse systems and minimum energy dissipation principle », *Rheologica Acta*, vol. 16, n° 1, p. 82-94, 1977.
- [159] P. C. Kapur, P. J. Scales, D. V. Boger, et T. W. Healy, « Yield stress of suspensions loaded with size distributed particles », *AIChE J.*, vol. 43, n° 5, p. 1171-1179, mai 1997, doi: 10.1002/aic.690430506.
- [160] T.-S. Vu, G. Ovarlez, et X. Chateau, « Macroscopic behavior of bidisperse suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids », *Journal of Rheology*, vol. 54, n° 4, p. 815-833, juill. 2010, doi: 10.1122/1.3439731.
- [161] A. Kaddami, « Elaboration et étude des propriétés fonctionnelles de géopolymères moussés », Thèse, Université Paris-Est, France, 2019.

## Chapitre III : Propriétés d'usage des mousses minérales

---

### Sommaire

---

III.1 -	Introduction .....	94
III.2 -	Méthodes de caractérisation .....	94
III.3 -	Caractérisation hygrothermique .....	95
III.4 -	Caractérisation mécanique .....	97
III.5 -	Perméabilité à l'air des mousses .....	101
III.6 -	Analyse des résultats : Mousse de Gypse .....	104
III.7 -	Analyse des résultats : Mousse de Chaux .....	134
III.8 -	Discussion et synthèse .....	138
III.9 -	Références .....	145

---





### III.1 - Introduction

Le tensioactif OSB et les deux protéines AB et EA sont utilisés pour formuler des mousses minérales. La caractérisation de ces mousses à l'état frais ainsi que le comportement des mousses aqueuses ont été présentés dans le chapitre II. Au regard des différents résultats, nous avons établi un lien entre les mousses aqueuses et minérales afin de déterminer la porosité due à la mousse aqueuse dans la suspension minérale.

L'objectif de ce chapitre est de caractériser les mousses minérales à l'état durci et d'étudier leurs performances : thermique, hygrique, mécanique. Les formulations choisies ont pour objectifs d'obtenir un matériau auto porteur de masse volumique  $< 600 \text{ kg/m}^3$ , ayant une conductivité thermique  $< 0,2 \text{ W/(m.K)}$ , une résistance à la compression  $> 1 \text{ MPa}$  et une certaine capacité à réguler l'humidité.

Il sera ainsi possible de répondre à plusieurs questions : Quelle est la formulation la plus à même d'atteindre ces objectifs ? Quels sont les effets du temps de malaxage, de la nature et du dosage en tensioactif sur la structure porale des mousses et par conséquent sur leurs propriétés d'usage ?

En répondant à ces questions, il sera possible d'identifier les formulations et les conditions de réalisation conduisant à un matériau présentant le meilleur compromis entre ses propriétés structurales, ses propriétés hygrothermiques et ses performances mécaniques.

### III.2 - Méthodes de caractérisation

Cette partie décrit les méthodes expérimentales utilisées dans ce travail, elles comprennent la caractérisation :

- Physiques : Masse volumique et porosités.
- Thermiques: Mesure de la conductivité thermique.
- Hygrique : Mesure de la valeur tampon hygrique (MBV)
- Transfert gazeux : Mesure de la perméabilité à l'air.
- Mécanique : Mesure de la résistance à la compression, Module mécanique et apparent ainsi que le Module acoustique.

#### III.2.1. Préparation des échantillons

Les mousses minérales sont coulées dans des moules cylindriques de 80 mm de diamètre et de 180 mm de hauteur. Après démoulage et stabilisation massive des mousses produites, elles sont découpées de manière à réaliser des échantillons cylindriques de 80 mm de haut. Pour chaque formulation, les mousses sont coupées en quatre parties (une base, deux échantillons centraux de 80 mm de hauteur et un chapeau) ou en trois parties, soit un seul échantillon central de 80 mm de hauteur.

Les faces des cylindres sont poncées manuellement sur des feuilles de papier de verre de type P500 de façon à assurer la planéité et le parallélisme des faces. Les échantillons sont alors époussetés puis conservés à 23°C et 50% HR. Certains échantillons destinés à une mesure de conductivité thermique au point sec subissent un séchage à 40°C.

#### III.2.2. Masse volumique

La masse volumique apparente  $\rho_{app}$  des échantillons est calculée à partir de la pesée de leur masse et du calcul de leur volume apparent. Les pesées sont faites avec une balance Denver Instrument® avec une précision de 0,001 g, le volume est calculé à partir des dimensions (hauteur et diamètre) de l'échantillon. Ces dimensions sont la moyenne de quatre mesures effectuées avec un pied à coulisse d'une précision de 0,005 mm.

La masse volumique apparente des échantillons à l'état sec ( $\rho_{sec}$ ) est mesurée après un séchage continu des échantillons dans une étuve à 40°C. Les échantillons sont considérés secs après deux mesures consécutives sur 48 heures dont le coefficient de variation est inférieur à 0,1%.

### III.2.3. Porosité

Comme présenté dans le chapitre II, la mousse minérale produite peut être considérée comme la combinaison d'une mousse aqueuse et d'une suspension minérale. On considère dorénavant que la porosité totale ( $\rho_T$ ) est la somme de la porosité de la mousse aqueuse ( $\rho_{MA}$ ) la porosité correspondant aux volumes des bulles d'air et de l'eau les entourant) et de la porosité de la matrice ( $\rho_M$ ) qui est recalculée de nouveau afin de tenir compte de cette différence.

La porosité de la mousse aqueuse,  $\rho_{MA}$ , est la somme de la porosité due aux bulles ( $\rho_v$ , obtenue en frais à partie de la masse volumique en frais de la mousse et de la pâte) et du volume d'eau dans la mousse aqueuse calculé à partir du ratio  $V_{eau}/V_{mousse}$  égal à 0,2. Ce ratio a été déterminé au chapitre II (cf. II.4.2.3).

## III.3 - Caractérisation hygrothermique

Les méthodes utilisées et les protocoles expérimentaux mis en place pour la mesure des conductivités thermiques et les valeurs MBV sont présentés dans ce qui suit.

### III.3.1. Conductivité thermique

La conductivité thermique des échantillons a été mesurée en utilisant une méthode de caractérisation en régime transitoire : technique du fil chaud. L'appareil commercial CT-mètre® est équipé d'un fil chaud de 5 cm d'une résistance de  $5,68 \Omega$  (Figure III.1 gauche). Le fil est placé entre deux échantillons. L'injection d'un courant électrique dans le fil induit son échauffement par effet joule. La température est mesurée à proximité du fil, au contact des échantillons. La conductivité thermique est évaluée en analysant l'augmentation de la température  $\Delta T$  en fonction du temps de chauffage. L'équation théorique de l'évolution de la température dans un milieu considéré infini est ajustée sur les données expérimentales selon l'équation Eq (3.1).

$$\Delta T = \frac{q}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} (\ln(t) + C) \quad \text{Eq (3.1)}$$

Le flux de chaleur  $q$  et le temps de chauffage sont choisis pour obtenir une augmentation de température suffisante, entre  $10^\circ\text{C}$  et  $20^\circ\text{C}$ , et un coefficient élevé de corrélation,  $R^2$ , entre les données expérimentales et la courbe d'ajustement. La puissance imposée lors des différentes mesures varie entre  $0,147 \text{ W}$  et  $0,478 \text{ W}$ , en fonction de la masse volumique apparente de la mousse. Le temps de chauffage est de  $120 \text{ s}$  pour toutes les mesures.



Figure III.1 : Dispositif de mesure : Appareil CT-mètre (gauche), mesure de la conductivité des mousses de gypse à l'état humide (droite).

La valeur de conductivité thermique est la moyenne de six mesures, avec un coefficient de variation inférieur à 5 %. Pour les mousses minérales coupées en trois parties, la mesure est faite en plaçant la sonde entre chaque plan de coupe, 1&2 et 2&3, comme illustré dans la Figure III.2. La valeur de la conductivité est alors la moyenne de 12 mesures (6 par position). Pour les mousses minérales coupées en 4 parties, la mesure est faite avec les deux échantillons centraux (6 mesures).

Une première mesure est effectuée dans une salle en conditions ambiantes 23°C et 50% HR après la stabilisation massique des échantillons (Figure III.1 droite). Une deuxième mesure est effectuée à l'état sec : les échantillons sont séchés à 40°C. Après leur stabilisation massique, ils sont placés dans un dessiccateur contenant du gel de silice afin de les laisser revenir à température ambiante avant de démarrer la mesure. Afin d'assurer un bon contact entre les deux plans de coupe de l'échantillon et le fil chaud, une masse est placée sur l'échantillon du haut.

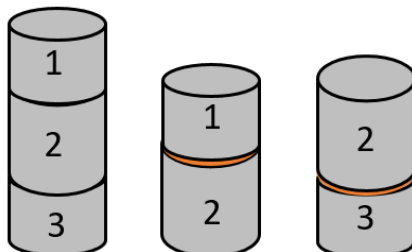


Figure III.2: Mesure de la conductivité thermique dans le cas des mousses coupées en 3 parties.

Afin de valider l'hypothèse d'un transfert thermique dans un milieu quasi infini, il convient de vérifier que le flux de chaleur reste circonscrit dans l'échantillon pendant la mesure. Une photo thermographique infrarouge est prise après chaque essai en retournant rapidement l'échantillon supérieur. Pour tous les échantillons étudiés, l'empreinte du flux thermique a toujours été observée au centre de la surface étudiée (Figure III.3). La taille des échantillons est donc suffisante et la mesure représentative ; la méthode du fil chaud est considérée applicable.

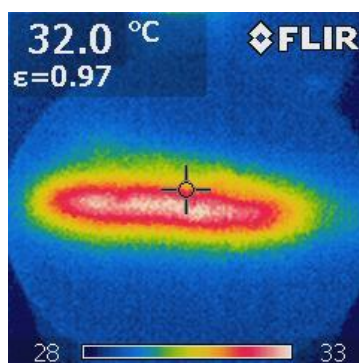


Figure III.3 : Photo thermographique infrarouge pour un échantillon de mousse de gypse produite avec OSB, puissance imposée 0,378 W.

### III.3.2. Valeur Tampon Hygrique (MBV : Moisture Buffer Value)

La caractérisation hygrique des mousses réalisées est basée sur la mesure de la valeur tampon hygrique (MBV). Elle représente la capacité d'un matériau à réguler les variations d'humidité relative de l'air environnant le matériau. Cette aptitude sert la régulation passive de l'humidité à l'intérieur des bâtiments. Rode et al. [162] ont introduit le concept de la valeur tampon hygrique dans le projet NORDTEST. Plusieurs matériaux ont été testés afin de définir un classement selon la valeur MBV (Figure III.4).

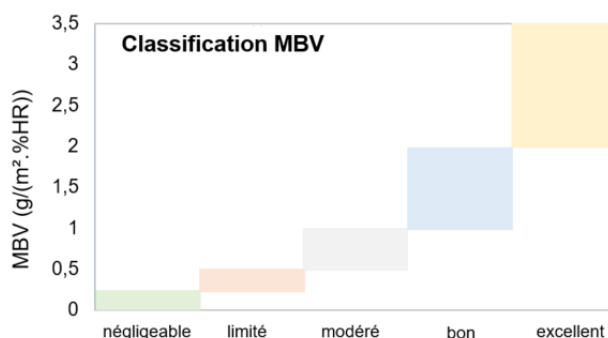


Figure III.4 : Classification selon la valeur tampon hygrique, MBV.

La valeur tampon hygrique est une mesure directe de la quantité d'humidité absorbée et relarguée par un matériau hygroscopique quand il est exposé à des cycles quotidiens de 8 h d'humidité élevée de 75% HR, suivies de 16 h d'humidité basse de 33% HR, à température constante de 23°C. La valeur MBV est ainsi calculée selon l'Eq (3.2) :

$$MBV = \frac{\Delta m}{A \cdot (HR_{haut} - HR_{bas})} \quad \text{Eq (3.2)}$$

Avec MBV la valeur tampon hygrique ( $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \% \text{HR})$ ),  $\Delta m$  la variation de masse (g) représentant l'absorption/désorption de l'humidité pendant les cycles, A la surface exposée ( $\text{m}^2$ ),  $HR_{haut/bas}$  : le niveau de l'humidité relative haut (75% HR) et bas (33% HR).

Dans cette étude, la mesure est effectuée selon la méthode donnée dans le projet NORDTEST [162]. Les échantillons ont été scellés avec du papier aluminium pour étanchéifier le fond et les côtés, afin de garantir un échange de vapeur unidirectionnel sur la surface supérieure. Les échantillons initialement secs sont, dans une première étape, stabilisés à 23°C et 50% HR dans une chambre climatique VÖtsch® VC4060, qui peut être contrôlée de +10°C à +95°C pour la température et de 10% à 98% pour l'humidité (Figure III.5). Ensuite, une série de cycles de variation d'humidité est imposée. La température et l'humidité dans la chambre climatique sont mesurées durant l'essai avec des capteurs Sensirion SHT75.



Figure III.5 : Dispositif expérimental pour la mesure de la valeur MBV des mousses minérales.

Avant de démarrer l'essai, la vitesse de l'air est mesurée au droit des positions des échantillons à l'aide d'un anémomètre branché à un boîtier de calcul Multilogger M1300. La vitesse doit présenter une valeur de  $0,1 \pm 0,01$  m/s. Pour garantir ces vitesses, des grilles sont positionnées dans l'enceinte de façon à réguler les flux d'air.

Pendant l'essai, les échantillons sont pesés régulièrement : cinq fois pendant le cycle d'absorption et deux fois pendant le cycle de désorption. Les mesures se font avec une balance située à l'extérieur de la chambre, la précision est de 0,001 g.

La valeur MBV est identifiée lorsque, sur trois cycles consécutifs, une variation inférieure à 5% est constatée ; elle est alors la moyenne des valeurs identifiées sur ces trois derniers cycles.

### III.4 - Caractérisation mécanique

La caractérisation mécanique des mousses produites permet de mesurer et d'étudier plusieurs paramètres tels que la résistance à la compression, le module mécanique et apparent ainsi que le module acoustique. Les méthodes mises en œuvre sont décrites dans cette partie.

### III.4.1. Résistance à la compression

La caractérisation du comportement mécanique est réalisée avec une presse Instron® d'une capacité de 400 kN (Figure III.6). Les échantillons testés sont placés entre deux plateaux métalliques. Le plateau inférieur est fixe et le plateau supérieur est relié à la traverse mobile de la presse en interposant un capteur d'effort. La presse est contrôlée en imposant une vitesse de déplacement au plateau supérieur. Le protocole d'essai intègre des cycles de charge et de décharge (Tableau III.1).

La contrainte de compression est calculée en rapportant la charge appliquée à la surface de l'échantillon cylindrique. La déformation est calculée en référence à la hauteur initiale de l'échantillon.

Tableau III.1 : Cycles de charge (C) et décharge (D) lors des essais mécaniques.

Cycle	1-C	2-D	3-C	4-D	5-C	6-D	7-C	8-D	9-C	10-D	11-C	12-D
Déplacement à la fin du cycle [mm]	0.05	0	0.15	0.05	0.35	0.1	0.75	0.25	1.25	0.5	10	0
Vitesse [mm/s]	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1



Figure III.6 : Presse Instron® (gauche) ; Essai de compression à l'état final d'un échantillon de mousse de gypse (droite).

#### III.4.1.1 Correction de la mesure : essai à vide

Le calcul de la déformation de l'échantillon tient compte du déplacement à vide de la presse : déformation du capteur, flexion de la traverse, jeux sur les guidages de la traverse. Une correction doit donc être appliquée sur les mesures. Afin d'identifier cette correction, un essai à vide est nécessaire ; Ce test permet de tracer la relation entre le déplacement de la presse et la charge appliquée (Figure III.7). On remarque que ce déplacement n'est pas négligeable.

Un polynôme de degré 8 (Eq (3.3)) modélise bien la relation entre la charge et le déplacement de la presse jusqu'à une charge de 12000 N. La correction peut être ainsi appliquée pour toutes les charges afin de calculer correctement le raccourcissement réel de l'échantillon et donc sa déformation.

$$d_{\text{presse}} = -1,38 \times 10^{-31}N^8 + 7,51 \times 10^{-27}N^7 - 1,7 \times 10^{-22}N^6 + 2,08 \times 10^{-18}N^5 - 1,48 \times 10^{-14}N^4 + 6,22 \times 10^{-11}N^3 - 1,49 \times 10^{-7}N^2 + 1,9 \times 10^{-4}N + 4,82 \times 10^{-4} \quad \text{Eq (3.3)}$$

Il est à noter que la correction apportée n'est pas très satisfaisante en dessous de 1000 N (soit 0,2 MPa pour la géométrie des échantillons étudiés).



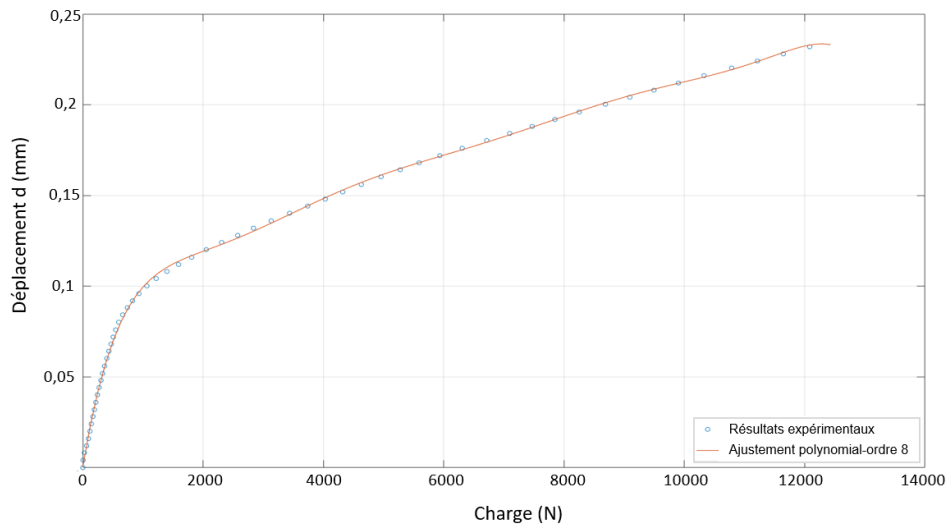


Figure III.7 : Relation entre le déplacement de la presse et la charge appliquée: Essai à vide.

La correction a été appliquée systématiquement à l'ensemble des résultats pour mieux évaluer le module élastique. L'exemple de la mousse de gypse produite avec le tensioactif Eabassoc (DFEA11) de masse volumique apparente  $502 \text{ kg/m}^3$  est présentée dans la Figure III.8. On constate que la correction permet de modifier les pentes des courbes dans le domaine linéaire. Ainsi le module élastique apparent de cette mousse passe de 231 à 326 MPa sur la courbe corrigée ; montrant l'importance de la correction de la mesure.

Les courbes corrigées présentent des courbures non satisfaisantes pour des contraintes inférieures à 0,2 MPa en raison de l'ajustement incorrect de la courbe de correction dans un domaine d'effort où la réponse de la presse est peu répétable.

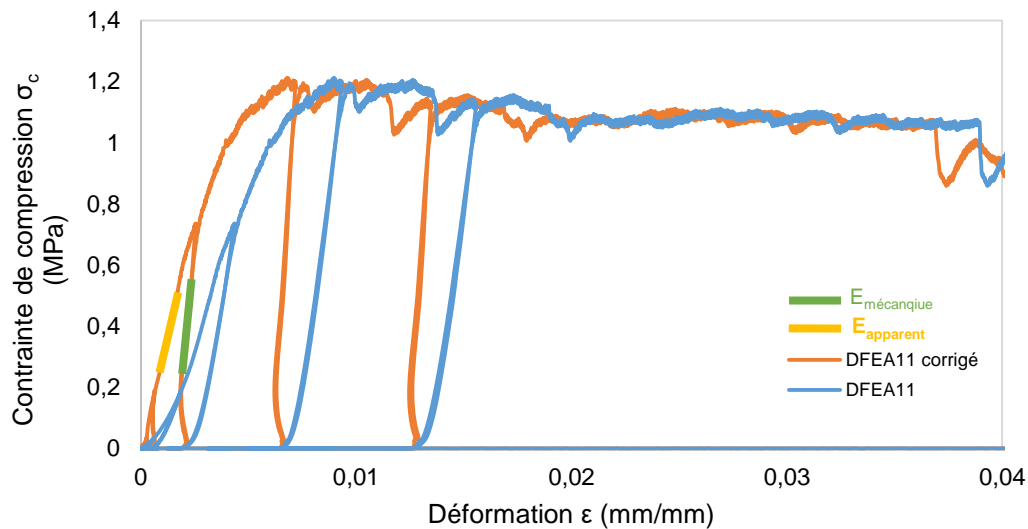


Figure III.8 : Correction de la mesure mécanique d'une mousse de plâtre produite avec l'EA (0,25%) et E/L de 0,65, après 5 min de malaxage.

Il est ainsi possible de tracer les courbes de déformation-contrainte et de déterminer la résistance à la compression  $R_c$  et d'évaluer un module apparent  $E_{\text{apparent}}$  et mécanique élastique  $E_{\text{mécanique}}$ . La valeur de la résistance à la compression  $R_c$  est identifiée sur la courbe de déformation-contrainte. Dans le cas d'un comportement fragile, la courbe présente un maximum.  $R_c$  correspond alors à la contrainte maximale. Si le comportement est compactant, la courbe ne présente pas de maximum. Elle présente toutefois un changement de pente entre les petites déformations et les grandes déformations.  $R_c$  est donc positionné au point de changement de pente. En exemple, la DFEA11 (Figure III.8) présente un comportement post pic caractérisé par un compactage. La résistance à la compression de cette mousse  $R_c$  est de 1,22 MPa. Pour un comportement fragile comme celui de la mousse PFAB1 (Figure III.9), la résistance à la compression correspond à la valeur maximale observée sur la courbe  $R_c = 0,63 \text{ MPa}$ .

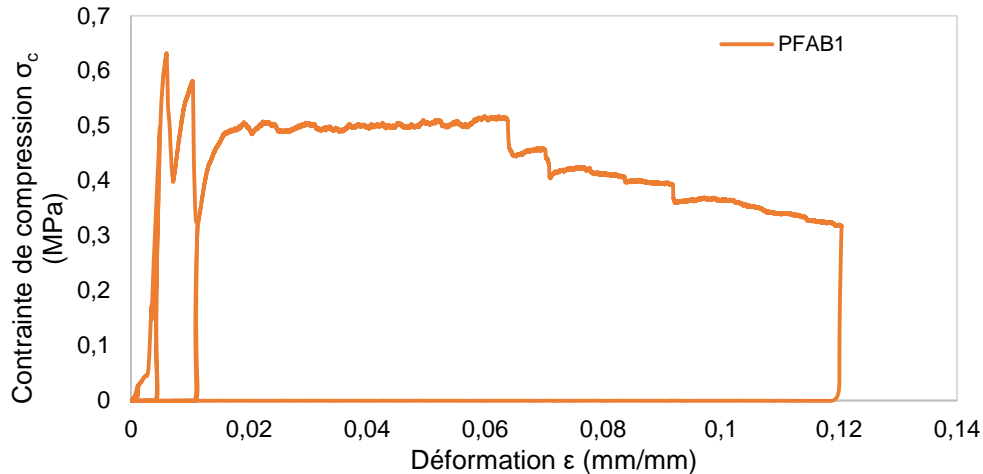


Figure III.9 : Comportement fragile de la mousse PFAB1 :  $d = 2\%$ ,  $E/L = 0,7$ , temps de malaxage 7 min.

La pente de la courbe déformation contrainte aux faibles déformations permet d'identifier un module apparent. Afin de mieux retraduire le comportement élastique réversible des échantillons, constaté aux petites déformations, le module élastique  $E_{\text{mécanique}}$  des échantillons est identifié sur la branche descendante du cycle de décharge précédant  $R_c$ , sur lequel la relation déformation-contrainte est remarquablement linéaire.

### III.4.2. Module acoustique

La performance mécanique des mousses minérales peut aussi être appréciée à partir de la mesure du temps de propagation des ultrasons dans l'échantillon. L'appareil utilisé pour cette mesure est le Pundit®, composé de deux détecteurs piézoélectriques reliés à un boîtier d'alimentation donnant le temps de propagation des ondes. L'émetteur et le récepteur sont placés de part et d'autre de l'échantillon comme le montre la Figure III.10.

La mesure est effectuée sur les échantillons cylindriques de longueur 80 mm. La valeur obtenue est la moyenne de six mesures avec un coefficient de variation inférieure à 0,5%. La fréquence des ultrasons transmise est de 54 kHz et le coefficient de poisson  $\nu$  est fixé à 0,33 dans le cas du gypse [163]. Connaissant la longueur de l'échantillon ( $h$ ), il est possible de calculer la vitesse de propagation longitudinale  $V_L$  et enfin de calculer le module acoustique  $E_{\text{acoustique}}$  selon l'Eq (3.4), avec  $\rho_{\text{sec}}$  la masse volumique de l'échantillon à l'état sec.

$$E_{\text{acoustique}} = \rho_{\text{sec}} \cdot V_L^2 \times \frac{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)} \quad \text{Eq (3.4)}$$



Figure III.10 : Appareil Pundit® pour la mesure acoustique : mesure du temps de propagation des ultrasons dans l'échantillon.

### III.5 - Perméabilité à l'air des mousses

La perméabilité à l'air a été mesurée sur les échantillons de mousses de gypse, en adaptant l'appareil ainsi que le protocole utilisés pour la mesure de perméabilité au gaz des matériaux de construction. L'essai mis en place ainsi que le modèle utilisé pour l'interprétation sont présentés ; la vérification de la nature de l'écoulement est ensuite discutée.

#### III.5.1. Perméabilité apparente au gaz

La perméabilité apparente est un paramètre qui quantifie la capacité d'un matériau à l'écoulement d'un fluide/gaz au travers de sa structure poreuse. La perméabilité apparente au gaz d'un matériau dépend de la nature du gaz, de la pression et surtout de sa structure porale. Plus la perméabilité apparente est élevée, moins il faut d'énergie pour faire circuler le fluide à travers le matériau.

Dans le cas d'un écoulement visqueux, le calcul de la perméabilité apparente au gaz se base sur la loi de Darcy qui est exprimé par l'Eq (3.5) pour un fluide compressible.

$$\frac{P_1^2 - P_2^2}{2 \cdot P_0} = \frac{\mu}{k_a} \cdot \frac{Q}{S} \cdot L \quad \text{Eq (3.5)}$$

avec  $k_a$  la perméabilité apparente au gaz ( $\text{m}^2$ ) évaluée sur un échantillon cylindrique de surface  $S$  ( $\text{m}^2$ ) et de hauteur  $L$  (m),  $Q$  le débit de fluide ( $\text{m}^3/\text{s}$ ) de viscosité dynamique  $\mu$  (Pa.s) traversant le milieu. L'écoulement est lié à un écart de pression entre les deux côtés du cylindrique :  $P_1$  et  $P_2$ , avec  $P_1$  la pression d'entrée et  $P_2$  la pression de sortie.  $P_0$  est la pression à laquelle le débit est mesuré.

##### III.5.1.1 Protocole de la mesure

La perméabilité au gaz des mousses de gypse est mesurée à l'état sec. Les mousses sont préalablement séchées dans une étuve à  $40^\circ\text{C}$  jusqu'à stabilisation. La mesure est ensuite réalisée à température ambiante,  $23^\circ\text{C}$ , et le gaz utilisé pour évaluer la perméabilité est l'air. Le débit d'air a été mesuré avec un compte-bulles E0651 de chez CONTROLAB® (Figure III.11 gauche). L'appareil est placé en amont de l'échantillon. La mesure de débit consiste à mesurer le temps que met une bulle de savon à remonter le long d'un tube capillaire, poussée (dans notre cas aspirée) par l'air, soumis à une différence de pressions.

La solution aqueuse savonneuse, permettant la création de la bulle, est composée d'eau, d'OSB et de glycérine assurant la stabilité du film d'eau. Avant chaque essai, le tube est rempli par le haut afin de mouiller ses parois et limiter le frottement de la bulle le traversant. En comprimant la poire en caoutchouc, une bulle se forme à la base du tube ; elle est poussée vers le haut du tube capillaire par l'air circulant en direction de l'échantillon. Le temps de remontée de la bulle est mesuré sur une longueur choisie du tube de 23 cm. Connaissant le volume du capillaire ( $160 \text{ cm}^3$ ), le débit volumique entrant de l'air est calculé.

La conception du dispositif a été modifiée pour tenir compte de la taille des échantillons cylindriques (Figure III.11) et de leur fragilité. L'échantillon est placé entre deux embases métalliques percées équipées de connecteurs. Entre les embases et l'échantillon des feutres très perméables sont interposés pour répartir le flux d'air sur toute la surface de l'échantillon. Le côté amont est relié à la sortie du capillaire du compte-bulles, la sortie aval est connectée à une chambre dont la pression est régulée à l'aide d'un régulateur de pression VC521 ILMVAC. L'échantillon est placé dans une gaine en caoutchouc, identique à celle utilisée pour un essai triaxial, maintenue sur les embases à l'aide de rubans caoutchouc. La pression atmosphérique correspond à la pression amont,  $P_1$ . La pression de la chambre est la pression aval,  $P_2$ . La dépression est appliquée via une chambre reliée à une pompe à vide. L'écart de pression imposé entre l'entrée et la sortie de l'échantillon reste inférieur à  $0,01 \text{ MPa}$ . L'avantage de ce montage est de placer l'échantillon en dépression. La membrane caoutchouc autour de l'échantillon vient donc se plaquer sur les parois de l'échantillon et des embases évitant ainsi toute fuite d'air. La pression atmosphérique et la pression dans la chambre sont mesurées avec un manomètre DVR2 Vacuubrand, avec une précision de  $100 \text{ Pa}$ .

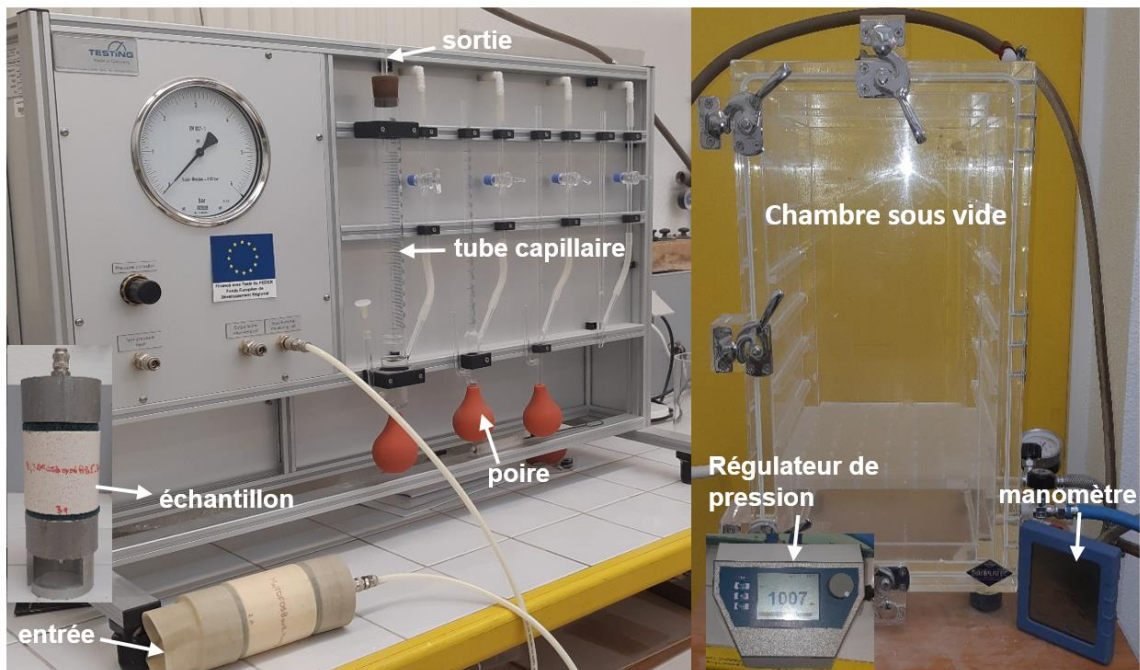


Figure III.11 : Dispositif expérimental pour mesurer la perméabilité des mousses minérales : le compte-bulles E°651 de CONTROLAB® (gauche).

Le protocole d'essai est le suivant :

- Avant de démarrer l'essai, l'ensemble du montage est stabilisé à pression atmosphérique (circuit ouvert). La pression atmosphérique est mesurée à l'aide du manomètre.
- La pompe à vide est démarrée et sa pression est réglée avec le régulateur de pression. La valeur de la pression imposée est mesurée avec le manomètre, la valeur utilisée lors des calculs est la moyenne de 6 mesures.
- Une bulle est produite en appuyant doucement sur la poire à la base du capillaire du compte-bulles jusqu'à ce que la solution dépasse légèrement l'ouverture de l'arrivée d'air.
- Un chronomètre de précision 0,01 s est utilisé pour mesurer le temps mis par la bulle pour remonter sur toute la hauteur du capillaire.

Pour un gradient de pression choisi, la mesure est réalisée trois fois afin de considérer des valeurs moyennes. Le débit,  $Q$ , est calculé à partir du temps moyen obtenu et du volume du capillaire utilisé. La perméabilité au gaz est finalement calculée à partir des mesures de débit et de pression. Au moins trois gradients de pression différents ont été testés pour chaque échantillon. Les pas de pression appliqués dépendent de l'échantillon testé ; en moyenne le pas appliqué est de 1000 Pa. L'évolution de la perméabilité en fonction du gradient de pression peut ainsi être identifiée.

### III.5.1.2 Vérification de la nature d'écoulement

L'application de la loi de Darcy implique un écoulement laminaire dans le milieu poreux, c'est-à-dire que la résistance de la masse de fluide à l'écoulement est uniquement liée à sa viscosité. Il est alors indispensable de vérifier que les conditions d'essai sont validées. Dranchuk et Kolada [164] ont montré que les deux écoulements visqueux et transitoire peuvent être différenciés en traçant la relation entre  $\Delta P^2$  (Pa<sup>2</sup>) et le débit  $Q$ .

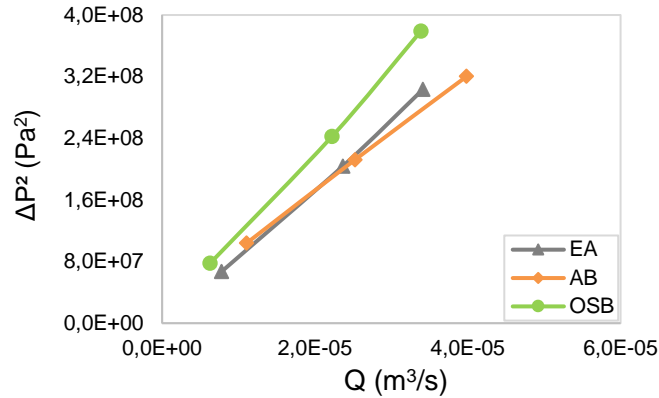


Figure III.12 : Exemple de la relation entre le gradient de pression au carré et le débit  $Q$  pour trois mousses DFOSB, DFEA et PFAB.

La Figure III.12 montre trois exemples de courbes obtenues pour différentes mousses de gypse. La relation identifiée est linéaire ce qui signifie que l'écoulement reste laminaire et qu'il n'y a pas de changement de régime durant l'essai. L'estimation du nombre de Reynolds (Eq (3.6)) permet également de vérifier la nature de l'écoulement.

$$Re = \frac{\rho_{air} \times V \times D_p}{\mu} \quad \text{Eq (3.6)}$$

avec  $V$  la vitesse inertielle du gaz dans le matériau, estimée à partir de la loi de Darcy (m/s),  $\mu$  la viscosité de l'air (Pa/s),  $\rho_{air} = 1,25 \text{ kg/m}^3$  la masse volumique de l'air et  $D_p$  le diamètre des pores estimé (m).

Les mesures donnent une valeur largement inférieure à 1 permettant de confirmer que les effets inertiels sont négligeables. L'écoulement de l'air durant les essais ne s'apparente donc pas au régime turbulent, il n'est pas nécessaire de corriger la loi de Darcy en appliquant le modèle de Darcy-Forchheimer qui prend en compte la résistance inertielle du matériau.

L'application de la loi de Darcy dans le cas d'un fluide compressible est vérifiée. Néanmoins, l'écoulement gazeux dans un milieu poreux sous l'effet d'un gradient de pression peut associer des interactions entre les molécules (caractérisées par la viscosité du gaz) à des effets de glissement des molécules contre les parois. Ces effets ont été étudiés par Klinkenberg [165] qui propose de tenir compte de cette superposition pour évaluer la perméabilité intrinsèque,  $k_{int}$ , du milieu étudié. La valeur de la perméabilité intrinsèque dans ce cas est déduite par extrapolation pour une pression d'écoulement qui tend vers l'infini Eq (3.7).

$$k_a = k_{int} \left( 1 + \frac{\beta}{P_m} \right) \quad \text{Eq (3.7)}$$

$\beta$  est le coefficient de Klinkenberg (Pa) et  $P_m$  est la pression moyenne égale à  $\frac{P_1 + P_2}{2}$ .

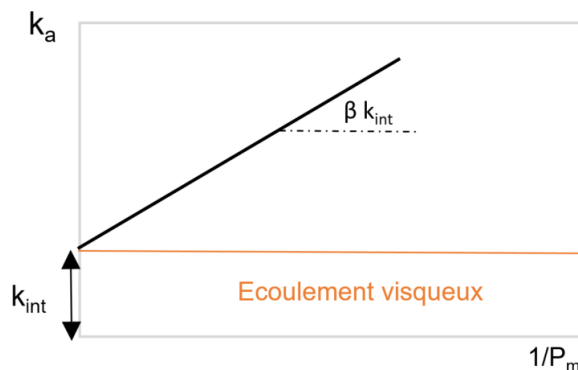


Figure III.13 : Approche de Klinkenberg : Relation entre  $k_a$  et  $1/P_m$ .

L'approche de Klinkenberg sur les résultats de nos mesures s'avère non applicable, les pentes des courbes obtenues étant négatif, le libre parcours des molécules est considéré inférieure au diamètre des pores. La correction des valeurs de la perméabilité selon l'Eq (3.7) est ainsi impossible ; les écoulements de glissement et moléculaires sont donc jugés donc négligeables.

En reportant sur un graphique la relation entre le gradient de pression,  $\frac{P_1^2 - P_2^2}{2 \cdot P_0 \cdot L}$ , et la vitesse,  $\frac{Q}{S}$ , la perméabilité intrinsèque peut être calculée à partir de la pente et de la viscosité dynamique du gaz (Figure III.14). La valeur de la viscosité varie en fonction de la température d'essai.

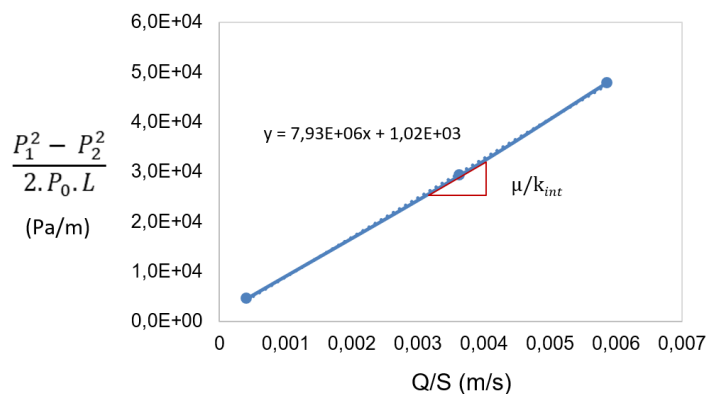


Figure III.14 : Exemple de la relation obtenue entre la pression et le débit de l'air pour une mousse DFOSB, la perméabilité intrinsèque est calculée à partir de la pente de la courbe de tendance.

### III.6 - Analyse des résultats : Mousse de Gypse

La caractérisation des mousses durcies de gypse est présentée dans cette partie. L'influence du temps de malaxage, du dosage en tensioactif et du rapport E/L sur les performances des mousses est évaluée ainsi que sur leur structure porale. L'analyse de la morphologie des mousses minérales et de leurs perméabilités à l'air vient compléter les caractérisations. Ces résultats sont comparés aux objectifs fixés de notre étude : un matériau léger, isolant et autoporteur ayant une certaine capacité à réguler l'humidité.

#### III.6.1. Caractérisation physique

Les propriétés physiques des mousses de gypse obtenues, telles que la masse volumique à l'état humide  $\rho_{23^\circ\text{C}-50\% \text{ HR}}$  ( $\text{kg/m}^3$ ) et à l'état sec  $\rho_{\text{sec}}$  ( $\text{kg/m}^3$ ) ainsi que la porosité totale sont présentées par la suite.

##### III.6.1.1 Influence du temps de malaxage

Le Tableau III.2 récapitule les valeurs de la masse volumique apparente durcie à l'état ambiant ( $23^\circ\text{C}$  et  $50\% \text{ HR}$ ) et à l'état sec (après séchage des échantillons dans une étuve à  $40^\circ\text{C}$ ) ainsi que les valeurs de la porosité totale obtenues pour trois séries de mousses de gypse, produites respectivement avec OSB, EA et AB. Ces séries sont produites avec la même formulation : E/L égal à 0,7, un dosage en tensioactif de 0,08w% pour les mousses DFOSB, 0,25w% pour DFEA et 2w% pour les mousses PFAB (dosage exprimé par rapport à la masse d'eau). Le temps de malaxage est un des paramètres variables qui a permis de générer différentes masses volumiques.

Tableau III.2 : Masse volumique apparente à ( $23^\circ\text{C}$ ;  $50\% \text{ HR}$ ) et à ( $23^\circ\text{C}$ ;  $0\% \text{ HR}$ ), et porosité totale des mousses de gypse produites à des temps de malaxage variables.

OSB 0,08%	DFOSB1	DFOSB2	DFOSB3	DFOSB4	DFOSB5	DFOSB6	DFOSB16	DFOSB17
temps de malaxage (min)	2	3	4	5	7	10	15	20
$\rho_{23^\circ\text{C}-50\% \text{ HR}}$ ( $\text{kg/m}^3$ )	573,93	494,64	455,84	448,14	429,98	401,74	328,72	257,75
$\rho_{\text{sec}}$ ( $\text{kg/m}^3$ )	573,67	494,44	455,67	447,96	429,81	401,63	-	-
$\rho_T$ (%)	74,87%	78,52%	80,03%	79,89%	81,12%	82,07%	84,14%	87,16%



EA 0,25%	DFEA1	DFEA2	DFEA3	DFEA4	DFEA5	DFEA6	DFEA14
temps de malaxage (min)	2	3	4	5	9	12	15
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	541,44	471,60	452,67	445,31	423,59	388,97	339,91
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	541,15	471,38	452,46	445,04	423,33	388,73	-
$\rho_{\text{T}}$ (%)	76,25%	79,17%	80,07%	80,11%	80,74%	82,61%	83,00%

AB 2%	PFAB1	PFAB2	PFAB3	PFAB4
temps de malaxage (min)	7	8	10	20
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	503,71	544,00	562,60	611,27
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	503,22	543,44	561,64	610,72
$\rho_{\text{T}}$ (%)	77,42%	76,13%	75,49%	72,56%

Toutes les mousses obtenues avec des temps de moussage différents présentent une masse volumique durcie inférieure à 600 kg/m<sup>3</sup> (Figure III.15), valeur maximale ciblée. Les masses volumiques vont de 257 à 611 kg/m<sup>3</sup>. Les mousses DFOSB et DFEA produites avec des temps de moussage de 15 et 20 min présentent les masses volumiques les plus basses, ce qui est logique puisque le volume de mousse créé est plus grand. Cependant, ces mousses ne sont pas utilisables en raison de leur structure très fragile.

Les mousses PFAB présentent une masse volumique plus grande que celle des mousses DFOSB et DFEA pour les mêmes temps de malaxage. Toutefois ces mousses sont obtenues par introduction d'une mousse aqueuse dans une pâte. La diminution de la masse volumique due au phénomène de séparation de phases a été expliquée au chapitre II.5.1.

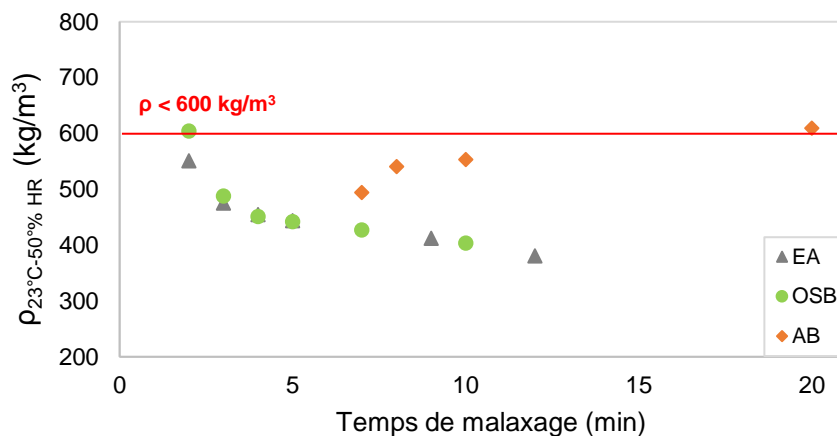


Figure III.15: L'évolution de la masse volumique apparente durcie  $\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{HR}}$  en fonction de temps de malaxage.

La masse volumique de la mousse fraîche et celle de la mousse durcie des mousses réalisées avec le même taux de gâchage  $E/L = 0,7$  sont fort logiquement corrélées (Figure III.16). Elles semblent être proportionnelles en raison de la proportion constante d'eau nécessaire à l'hydratation du gypse. La linéarité entre les valeurs de la masse volumique à l'état frais et durci s'exprime avec Eq (3.8) :

$$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{HR}} = 0,7\rho_{\text{fraîche}} - 3,47 \quad \text{Eq (3.8)}$$

Une proportion d'eau liée de 15.7 % de la masse de gypse formé est attendue, ce qui conduit à une proportion entre les deux masses volumiques de 0,7, résultat bien conforme à ce qui est obtenu expérimentalement. Donc les mousses durcies (ici stabilisées à 23°C et 50% HR) n'ont vraisemblablement pas gardé une teneur en eau notable après stabilisation.

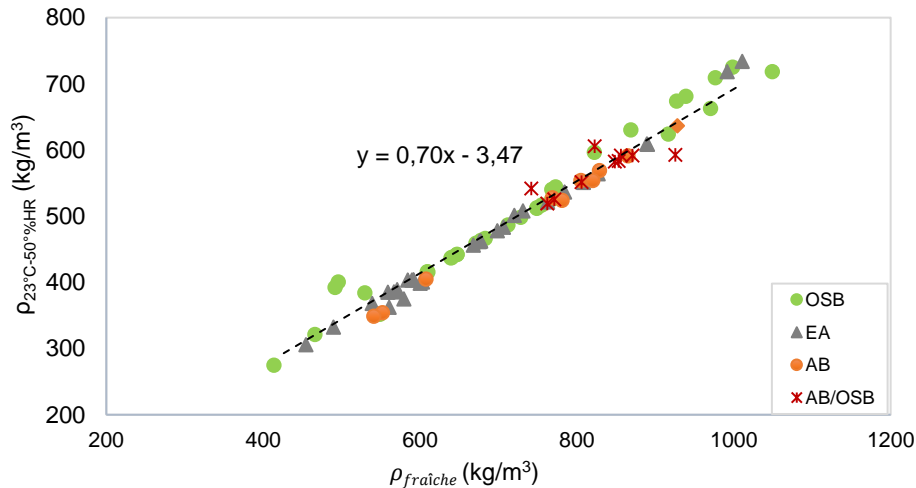


Figure III.16: Relation entre la masse volumique apparente durcie et la masse volumique à l'état frais des mousses de gypse.

### III.6.1.2 Influence du dosage en tensioactif et du rapport E/L

Le Tableau III.3 présente les caractéristiques physiques des mousses minérales DFOSB et DFEA, produites avec le même temps de malaxage de 5 min, le dosage en tensioactif et le taux de gâchage évoluant. Les mousses DFAB/OSB sont produites après 7 min pour un rapport E/L de 0,7, le dosage en OSB et AB varie.

Tableau III.3 : Masse volumique apparente à (23°C; 50 % HR) et à (23°C; 0% HR), et porosité totale des mousses de gypse pour différents dosages en tensioactif et rapports E/L.

	DFOSB4	DFOSB7	DFOSB8	DFOSB9	DFOSB10	DFOSB13	DFOSB14	DFOSB15
E/L	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,65	0,75	0,8
d (%)	0,08	0,04	0,02	0,01	0,08	0,08	0,08	0,08
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{ HR}} \text{ (kg/m}^3\text{)}$	448,14	503,01	517,56	651,08	697,12	528,75	386,05	352,46
$\rho_{\text{sec}} \text{ (kg/m}^3\text{)}$	447,96	502,75	517,34	650,71	696,78	528,53	385,92	352,24
$\rho_{\text{T}} \text{ (%)}$	79,89%	77,73%	77,35%	71,44%	70,96%	76,71%	83,08%	84,18%

	DFEA4	DFEA7	DFEA8	DFEA9	DFEA10	DFEA11	DFEA12	DFEA13
E/L	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,65	0,75	0,8
d (%)	0,25	0,5	0,125	0,065	0,25	0,25	0,25	0,25
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{ HR}} \text{ (kg/m}^3\text{)}$	445,31	371,01	518,28	595,20	714,14	496,17	391,07	358,58
$\rho_{\text{sec}} \text{ (kg/m}^3\text{)}$	445,04	370,92	518,01	594,72	713,50	495,80	390,86	358,38
$\rho_{\text{T}} \text{ (%)}$	80,11%	83,38%	77,52%	74,34%	68,37%	78,39%	82,73%	84,38%

	DFAB/OSB1	DFAB/OSB2	DFAB/OSB3	DFAB/OSB4	DFAB/OSB5
E/L	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
d (%)	1% AB (dilué au Turax) 0,08% OSB	1% AB (dilué au Turax) 0,06% OSB	1% AB (dilué manuellement) 0,06% OSB	1% AB (poudre) 0,08% OSB	2% AB (poudre) 0,08% OSB
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{ HR}} \text{ (kg/m}^3\text{)}$	559,05	606,67	573,54	539,75	509,25
$\rho_{\text{sec}} \text{ (kg/m}^3\text{)}$	558,58	606,19	573,06	539,3	508,65
$\rho_{\text{T}} \text{ (%)}$	77,42%	76,13%	75,49%	72,56%	74,85%

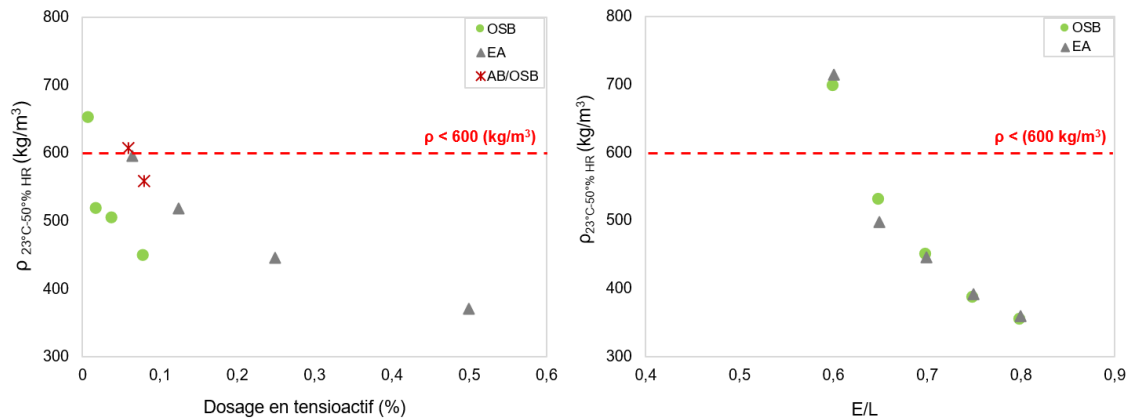


Figure III.17 : Evolution de la masse volumique apparente des mousses de gypse durcies en fonction du dosage en tensioactif ( $E/L = 0,7$  et 5 min de malaxage) (gauche) et en fonction du rapport  $E/L$  pour les mousses DFOSB et DFEA ( $d=0,08\%$  et  $d=0,25\%$  respectivement, 5 min de malaxage) (droite).

Les mousses DFOSB et DFEA ont des masses volumiques durcies comprises entre 350 et 720  $\text{kg/m}^3$ . La diminution du dosage en OSB et EA se traduit par une augmentation de la masse volumique apparente de la mousse durcie, le volume de mousse formé étant moins important (Figure III.17 gauche). Il en est de même avec la diminution du rapport  $E/L$ . La diminution de l'eau de gâchage conduit à une suspension plus concentrée et pénalise la formation de la mousse aqueuse. Au contraire, l'augmentation de la quantité d'eau de gâchage génère un plus grand volume de mousse, facilitant la formation de la mousse aqueuse.

Les mousses DFAB/OSB, également obtenues par moussage direct présentent des masses volumiques acceptables (inférieure à 600  $\text{kg/m}^3$ ). La diminution du dosage en OSB (de 0,08% à 0,06%), tout comme en AB, pénalise la formation de la mousse aqueuse. Les mousses produites avec une pré-dilution de l'AB à l'aide de l'homogénéiseur micro Turax® (DFAB/OSB1 et DFAB/OSB2) ont des masses volumiques légèrement plus élevées que celles produites avec l'utilisation directe de l'AB en poudre. La technique de pré-homogénéisation utilisée ne semble donc pas pertinente. Il est possible que le cisaillement très rapide induit par le micro Turax conduise à une altération des molécules d'albumine pénalisant la moussabilité, mais également la stabilité de la mousse aqueuse. Cet effet n'a pas été observé pour les mousses aqueuses étant donné que les solutions n'ont pas été pré-diluées à l'aide du micro Turax.

La modification du dosage en tensioactif et du rapport  $E/L$  affecte remarquablement la masse volumique apparente des mousses (Figure III.17 droite). Pour les mousses DFOSB, un dosage minimal de 0,02% est nécessaire pour générer des mousses ayant une masse volumique apparente inférieure à 600  $\text{kg/m}^3$ . Un dosage en EA de 0,0625% semble être limite, la masse volumique obtenue est de 595  $\text{kg/m}^3$ . Il apparaît qu'un taux de gâchage de 0,65 permet de générer des mousses ayant des masses volumiques satisfaisantes pour les deux séries de mousses DFOSB et DFEA.

### III.6.2. Morphologie de la mousse

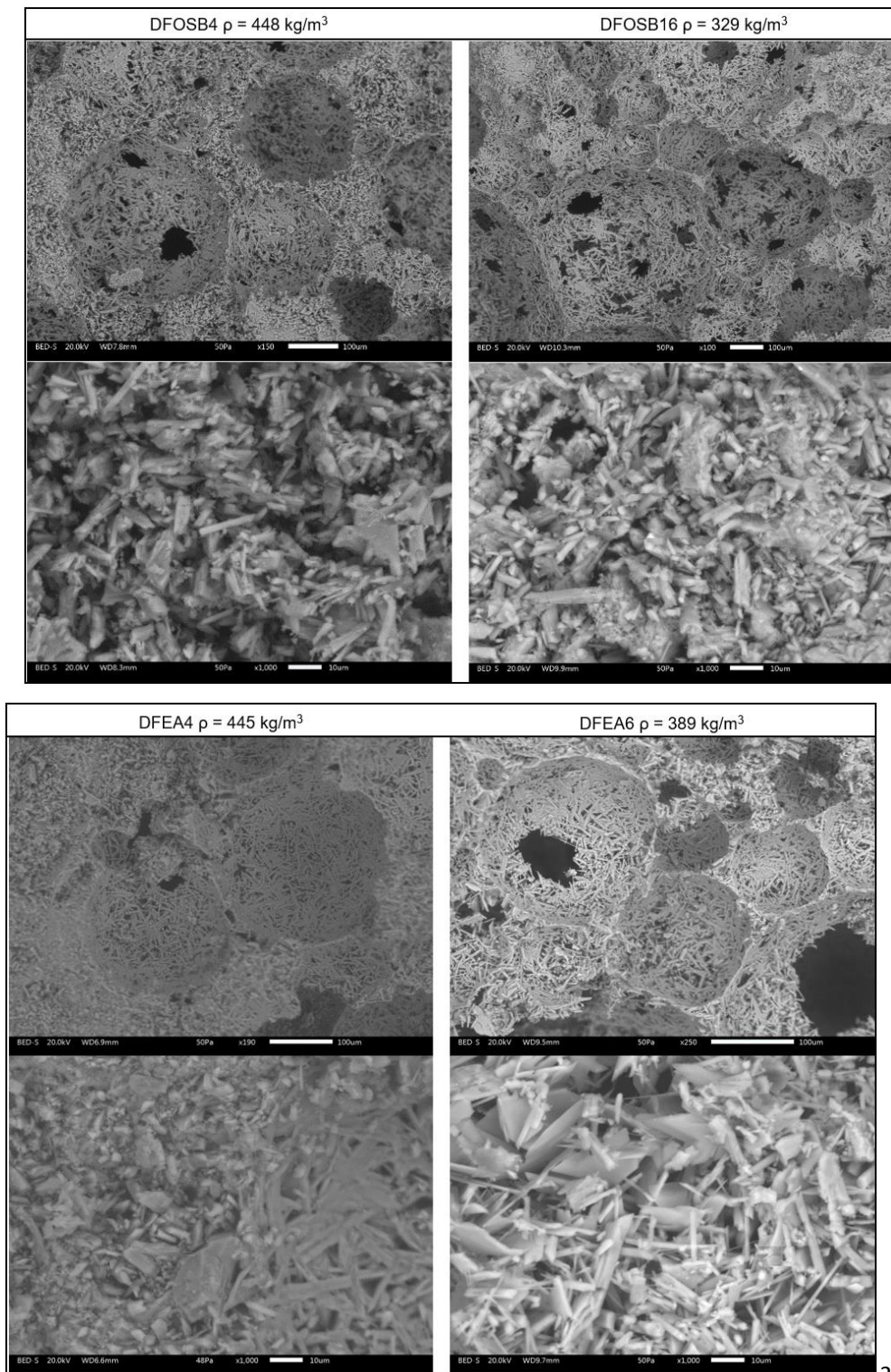
Des visualisations réalisées à l'aide d'un MEB (JSM it300 JEOL à une tension de 10 kV) sont faites sur certaines mousses minérales, à différents grossissements. Elles permettent d'avoir une vue globale de la structure des pores et une vue plus précise du réseau cristallin des matrices.

#### III.6.2.1 Influence du temps de malaxage

La Figure III.18 montre des images prises à deux grossissements différents (x100 et x1000) montrant l'évolution de la structure porale des mousses en fonction du temps de malaxage. Les mousses OSB présentées sont produites à la CMC à deux temps de malaxage : 5 et 15 min et les mousses EA sont produites avec un dosage de 0,25%, à 5 et 12 min de malaxage.

Les mousses OSB (DFOSB4) et EA (DFEA4) produites après 5 min de moussage ont quasiment la même masse volumique : 448 et 445  $\text{kg/m}^3$ . Ces mousses présentent une structure porale similaire, plutôt homogène avec une connexion limitée entre les bulles. La taille maximale de bulle observée est de 350  $\mu\text{m}$ . Quant à la matrice, les aiguilles de gypse sont bien visibles et leurs contours sont bien définis.

Pour des masses volumiques plus faibles, correspondant au temps de moussage plus long, l'évolution de la structure est bien observable sur les images. La structure des mousses OSB (DFOSB16) et EA (DFEA6) est plutôt polydispersée avec des bulles plus connectées. La forme des cristaux est peu altérée. Pour la mousse OSB, le réseau cristallin est peu modifié. La forme des cristaux de gypse dans la mousse EA est moins organisée; des aiguilles plus fines sont observées.



220

Figure III.18 : Visualisations au MEB de deux mousses de gypse produites avec l'OSB et l'EA à différents temps de malaxage.



Les visualisations des mousses AB sont présentées Figure III.19. Ces deux mousses sont produites avec le même rapport E/L (0.7) et le même dosage AB de 2% (par rapport à la masse d'eau), le temps de malaxage est différent ce qui conduit à des masses volumiques différentes. Rappelons que ces mousses sont produites avec la méthode de pré-moussage.

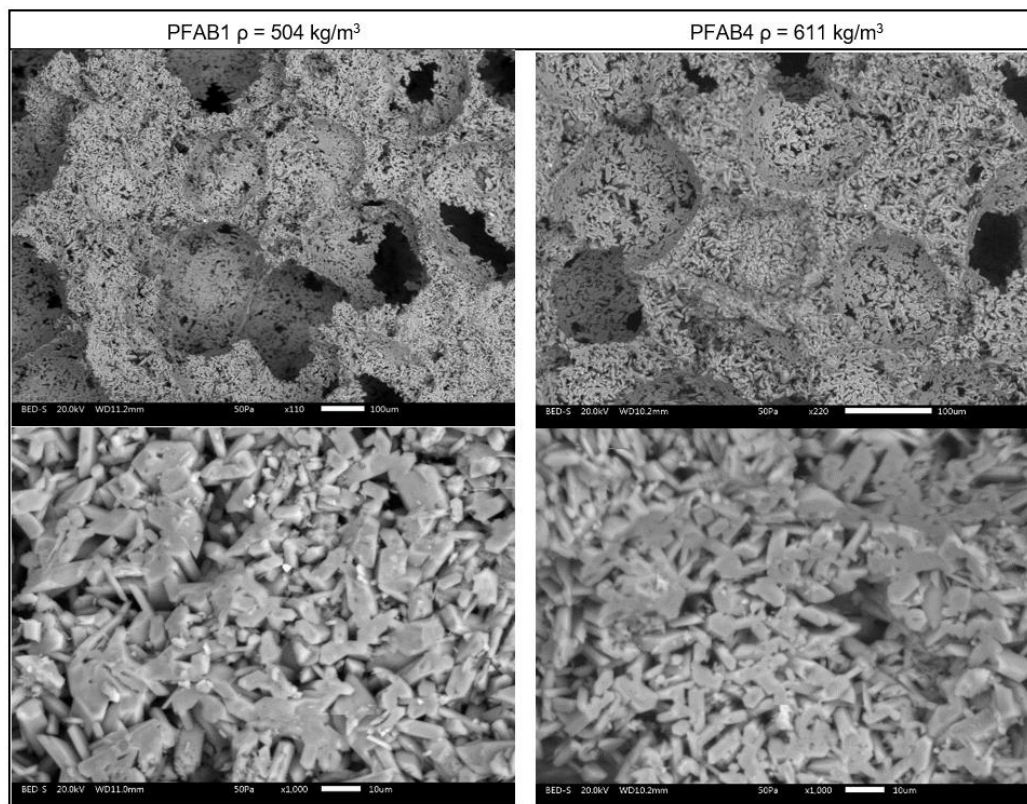


Figure III.19 : Visualisations au MEB de deux mousses PFAB ( $E/L = 0,7$  et  $1\%$  AB) pour deux temps de malaxage 7 min (gauche) et 20 min (droite).

La structure des mousses PFAB est différente de celles observées avec DFOSB et DFEA pour une masse volumique proche. Bien que la taille des bulles de la mousse PFAB soit plus petite et que la structure soit plutôt homogène, les connexions entre les bulles sont plus fréquentes et plus grandes. La forme des cristaux formés est différente, les aiguilles sont plus courtes et plus épaisses.

Les images permettent également d'étudier le couchage des aiguilles de gypse à la surface des bulles, ce qui montre l'effet du tensioactif sur la direction de la cristallisation pendant la phase de prise. La forme des aiguilles et leur couchage affectent directement la porosité apparente à la surface des bulles. Le tapissage de surface semble plus net dans le cas des mousses DFOSB qu'en présence de protéine. Ce caractère semble moins marqué dans le cas de PFAB.

Finalement, entre la méthode de pré-moussage et la méthode de moussage direct, la structure des pores semble peut modifiée, par contre les modifications principales portent sur la forme des cristaux et leur organisation.

### III.6.2.2 Influence du dosage en tensioactif et du rapport E/L

Si l'on compare la mousse DFOSB9 ( $d = 0,01\%$ ,  $\rho_{app} = 651 \text{ kg/m}^3$ , Figure III.20) à la mousse DFOSB4 ( $d = 0,08\%$ ,  $\rho_{app} = 448,14 \text{ kg/m}^3$ , Figure III.18 haut gauche), la diminution par 8 du dosage en OSB conduit à une nette augmentation de la masse volumique. La structure observée pour la mousse DFOSB9 est moins poreuse et plus fermée, les bulles sont moins connectées. La taille des bulles formées est plus petite, les cristaux de gypse recouvrent bien la surface de la bulle.

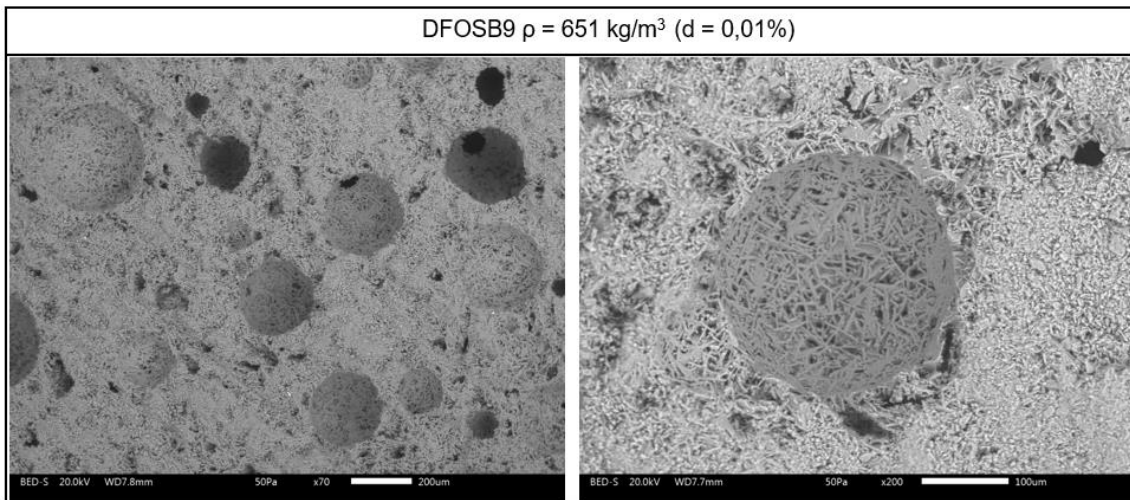


Figure III.20 : Visualisations au MEB (200 et 10  $\mu\text{m}$ ) : structure porale de la mousse DFOSB9 ( $d = 0,01\%$ ), temps de malaxage 5 min.

La structure porale des trois mousses DFOSB produites avec différents taux de gâchage ( $E/L = 0,6$  ;  $0,7$  et  $0,8$ ) et un dosage en OSB de  $0,08\%$  est présentée sur la Figure III.21. La mousse DFOSB10 est produite avec un faible taux de gâchage ( $E/L$  de  $0,6$ ) conduisant à une masse volumique élevée :  $697 \text{ kg/m}^3$ . La structure des pores ressemble à celle de la mousse DFOSB9 de masse volumique similaire ( $\rho_{\text{app}} = 651 \text{ kg/m}^3$ ), la forme des aiguilles est peu altérée. La mousse DFOSB15, produite avec un rapport  $E/L$  de  $0,8$ , présente une structure poreuse polydispense avec des connexions importantes entre les bulles. La forme des cristaux est similaire à celle de la mousse DFOSB4 ; elle semble moins bien définie.

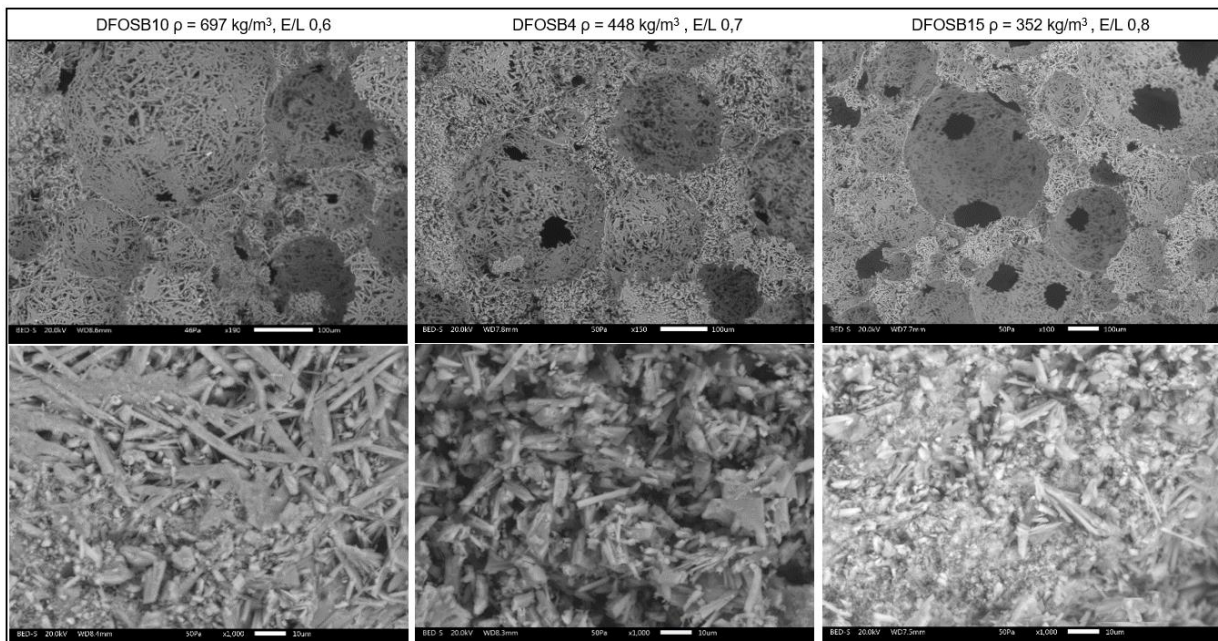


Figure III.21 : Visualisations au MEB (100 et 10  $\mu\text{m}$ ) : évolution de la structure porale des mousses DFOSB ( $E/L$  variable), temps de malaxage 5 min.

Dans le cas des mousses DFEA, la diminution du dosage en surfactant conduit à une structure poreuse plutôt polydispense avec des bulles moins connectées (Figure III.22).

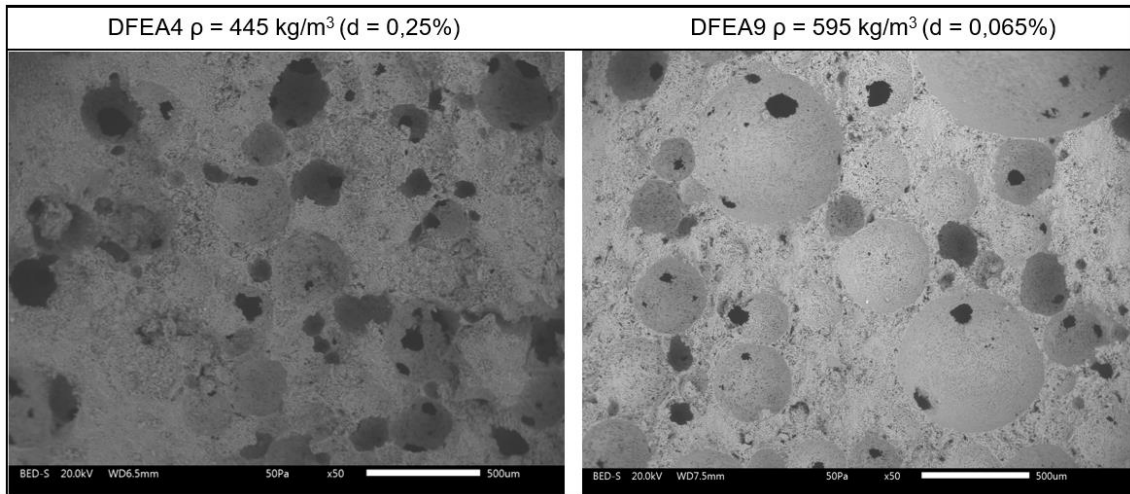


Figure III.22 : Visualisations au MEB (500 µm): Evolution de la structure porale des mousses DFEA (dosage variable), temps de malaxage 5 min.

Pour analyser l'effet de l'excès de tensioactif EA, des visualisations au MEB de la mousse DFEA7 ( $d = 0,5\%$ ,  $E/L = 0,7$ ) sont réalisées à trois grossissements différents (x50, x100 et x1000, Figure III.23). L'augmentation du dosage en EA entraîne un changement dans la structure de la mousse, elle est ouverte et composée de bulles très connectées. La masse volumique de la mousse est très faible et sa texture plus fragile. La forme des aiguilles de gypse est modifiée ; elles semblent plus fines et plus longues. Le recouvrement des aiguilles de gypse situées à la surface des bulles est différent, la matrice est visiblement moins compacte et de petits cristaux sont également observés.

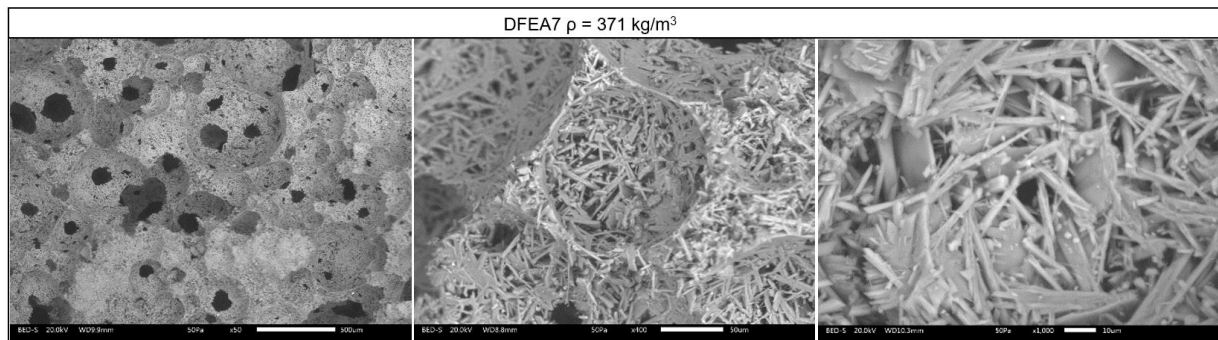


Figure III.23 : Visualisations au MEB (500, 100 et 10 µm) : structure porale de la mousse DFEA7 ( $d = 0,5\%$ ), temps de malaxage 5 min.

La structure de trois mousses DFEA est présentée Figure III.24. Elles présentent un même dosage en tensioactif,  $d = 0,25\%$ , et des taux de gâchage différents :  $E/L$  variant de 0,6 à 0,8. Ces mousses possèdent une structure similaire à celle des mousses d'OSB. La mousse DFEA10 ( $E/L$  de 0,6) a une forte masse volumique de  $714 \text{ kg/m}^3$  ; elle présente une structure plus fermée avec des bulles plus petites mais plutôt polydispense. La structure de la mousse DFEA13 ( $E/L$  de 0,8) de faible masse volumique est plutôt connectée. L'augmentation du rapport  $E/L$  entraîne donc une modification de la structure porale et induit l'apparition de quelques grosses bulles reflétant le phénomène de coalescence. Par ailleurs, les aiguilles de gypse sont moins organisées.



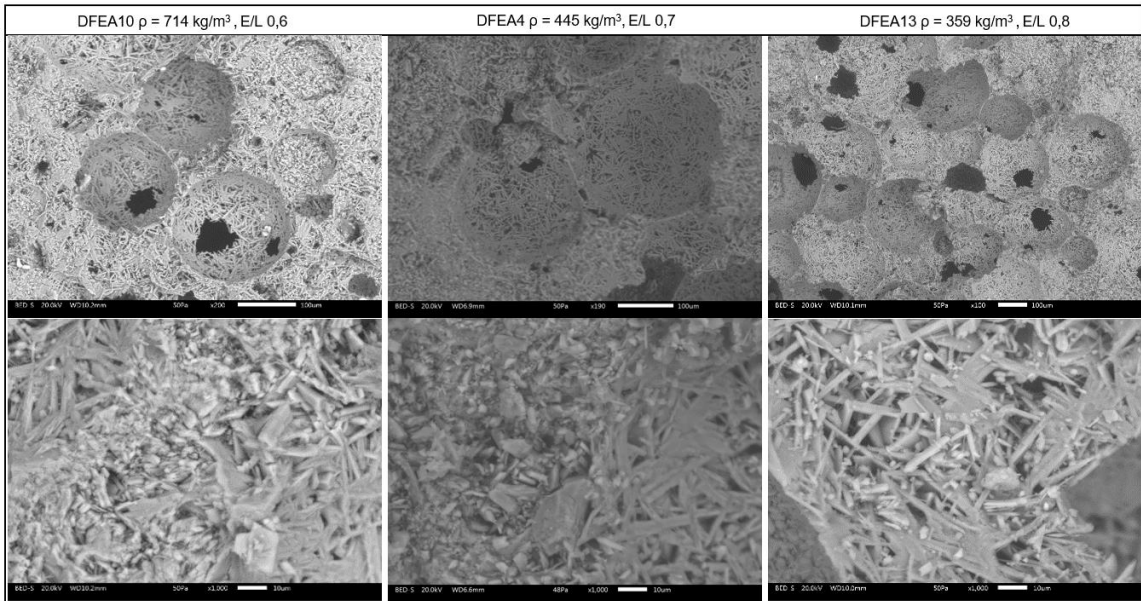


Figure III.24 : Visualisations au MEB : structure porale des mousses DFEA (dosage et E/L variables), temps de malaxage 5 min.

Des visualisations de deux mousses DFAB/OSB sont présentées Figure III.25. Ces mousses sont fabriquées par moussage direct en modifiant le dosage en OSB et AB. Elles présentent des masses volumiques très différentes. La mousse DFAB/OSB5 présente des bulles de taille plus grande, liée au dosage en AB plus élevé, passage de 1 à 2% en AB. Malgré la présence d'OSB dans la composition et une méthode de malaxage différente, la structure des mousses DFAB/OSB ressemble à celle de l'albumine présentée précédemment (Figure III.19). De même, la forme des aiguilles de gypse des deux mousses est assez semblable à celle constatée pour les mousses PFAB : les aiguilles de gypse sont plus épaisses et plus courtes. Les aiguilles de gypse sont, toutefois, plus compactes au fond des pores notamment pour la mousse DFAB/OSB5.

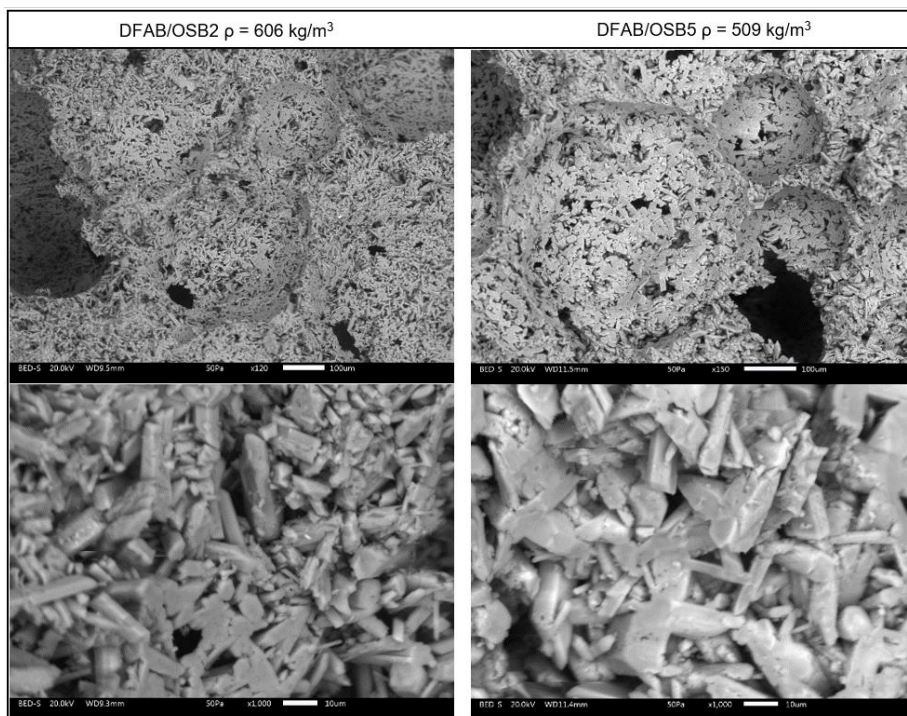


Figure III.25 : Visualisations au MEB : structure porale des mousses DFAB/OSB à 7 min de malaxage, DFAB/OSB2 (0,06% OSB et 1% AB) et DFAB/OSB5 (0,08% OSB et 2% AB).

### III.6.3. Performance thermique

Le Tableau III.4 et le Tableau III.5 donnent la valeur moyenne de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente des mousses à 23°C et 50% HR et à l'état sec. Les valeurs mesurées dans les deux états sont quasiment les mêmes pour les quatre séries de mousse, elles sont comprises entre 0,11 et 0,26 W/(m.K). En parallèle, on peut constater que les masses volumiques au point sec restent très voisines de celles mesurées à 50% HR. Les mousses DFOSB10 et DFEA10, ayant la plus grande masse volumique, présentent une conductivité élevée de 0,248 et 0,262 W/(m.K) respectivement. Notons que ces deux mousses sont produites avec un faible rapport E/L de 0,6.

Tableau III.4 : Conductivité thermique des mousses de gypse en fonction de leur masse volumique à (23°C; 50% HR) et à l'état sec (23°C; 0% HR), pour différents temps de malaxage.

OSB	DFOSB1	DFOSB2	DFOSB3	DFOSB4	DFOSB5	DFOSB6
temps de malaxage (min)	2	3	4	5	7	10
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	573,93	494,64	455,84	448,14	429,98	401,74
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (W/(m.K))	0,22	0,164	0,151	0,146	0,139	0,124
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	573,67	494,44	455,67	447,96	429,81	401,63
$\lambda_{\text{sec}}$ (W/(m.K))	0,208	0,169	0,151	0,145	0,141	0,125

EA	DFAE1	DFAE2	DFAE3	DFAE4	DFAE5	DFAE6
temps de malaxage (min)	2	3	4	5	9	12
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	541,44	471,60	452,67	445,31	423,59	388,97
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (W/(m.K))	0,216	0,159	0,152	0,145	0,126	0,118
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	541,15	471,38	452,46	445,04	423,33	388,73
$\lambda_{\text{sec}}$ (W/(m.K))	0,217	0,159	0,151	0,144	0,125	0,117

AB et AB/OSB	PFAB1	PFAB2	PFAB3	PFAB4
temps de malaxage (min)	7	8	10	20
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	503,71	544,00	562,60	611,27
$\lambda_{50\%\text{HR}}$ (W/(m.K))	0,137	0,148	0,147	0,163
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	503,22	543,44	561,64	610,72
$\lambda_{\text{sec}}$ (W/(m.K))	0,135	0,148	0,146	0,162

Tableau III.5 : Conductivité thermique des mousses de gypse en fonction de leur masse volumique en conditions ambiantes et à l'état sec, pour différents dosage en tensioactif et rapport E/L.

OSB	DFOSB4	DFOSB7	DFOSB8	DFOSB9	DFOSB10	DFOSB13	DFOSB14	DFOSB15
E/L	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,65	0,75	0,8
d (%)	0,08	0,04	0,02	0,01	0,08	0,08	0,08	0,08
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	448,14	503,01	517,56	651,08	697,12	528,75	386,05	352,46
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (W/(m.K))	0,146	0,169	0,176	0,236	0,248	0,172	0,127	0,116
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	447,96	502,75	517,34	650,71	696,78	528,53	385,92	352,24
$\lambda_{\text{sec}}$ (W/(m.K))	0,145	0,169	0,175	0,232	0,247	0,172	0,127	0,116

EA	DFEA4	DFEA7	DFEA8	DFEA9	DFEA10	DFEA11	DFEA12	DFEA13
E/L	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,65	0,75	0,8
d (%)	0,25	0,5	0,125	0,065	0,25	0,25	0,25	0,25
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	445,31	371,01	518,28	595,20	714,14	496,17	391,07	358,58
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{HR}}$ (W/(m.K))	0,145	0,128	0,174	0,210	0,262	0,163	0,131	0,116
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	445,04	370,92	518,01	594,72	713,50	495,80	390,86	358,38
$\lambda_{\text{sec}}$ (W/(m.K))	0,144	0,126	0,169	0,212	0,260	0,161	0,130	0,120

AB/OSB	DFAB/OSB1	DFAB/OSB2	DFAB/OSB3	DFAB/OSB4	DFAB/OSB5
E/L	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
d (%)	1% AB (dilué)	1% AB (dilué)	1% AB (dilué dans l'eau)	1% AB (poudre)	2% AB (poudre)
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	0,08% OSB	0,06% OSB	0,06% OSB	0,08% OSB	0,08% OSB
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{HR}}$ (W/(m.K))	0,169	0,181	0,175	0,159	0,150
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	558,58	606,19	573,06	539,3	508,65
$\lambda_{\text{sec}}$ (W/(m.K))	0,168	0,18	0,174	0,158	0,14

### III.6.3.1 Influence du temps de malaxage

Comme le montre la Figure III.26, la conductivité thermique est une fonction linéaire croissante de la masse volumique apparente des mousses durcies, obtenues avec des temps de malaxage variables. Le coefficient de corrélation est proche de 1 pour les trois séries de mousse étudiées. Les mousses DFOSB et DFEA présentent presque la même tendance, caractérisée par la pente la plus élevée. Ce résultat n'est pas étonnant étant donnée la similarité de la structure porale de ces mousses. La continuité de la matrice minérale au sein de ces mousses, essentiellement liée à des contacts fréquents entre les aiguilles de gypse au sein de la matrice solide, doit justifier une conductivité thermique plus élevée. La courbe de tendance des mousses PFAB correspond à des valeurs de conductivité thermique plus faibles et une pente également plus faible. La structure des pores plus ouverte et connectée peut contribuer à expliquer une conductivité plus faible (cf. Figure III.19). Mis à part les échantillons OSB et EA de masse volumique supérieure à 500 kg/m<sup>3</sup>, toutes les mousses présentent une conductivité inférieure à 0,2 W/(m.K), ce qui répond à l'objectif fixé dans cette étude.

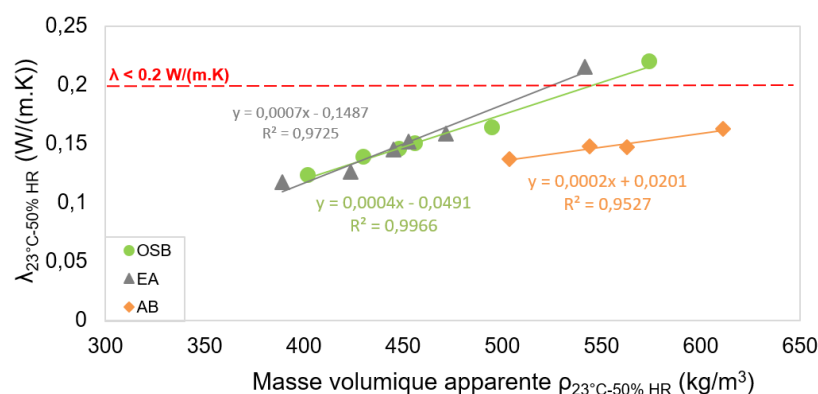


Figure III.26 : Conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente des mousses de gypse à 23°C et 50% HR.

Les valeurs des conductivités thermiques obtenues apparaissent meilleures que celles des pâtes de gypse non moussées, mais les courbes de tendance sont similaires, il en est de même pour le béton cellulaire (Figure III.27).

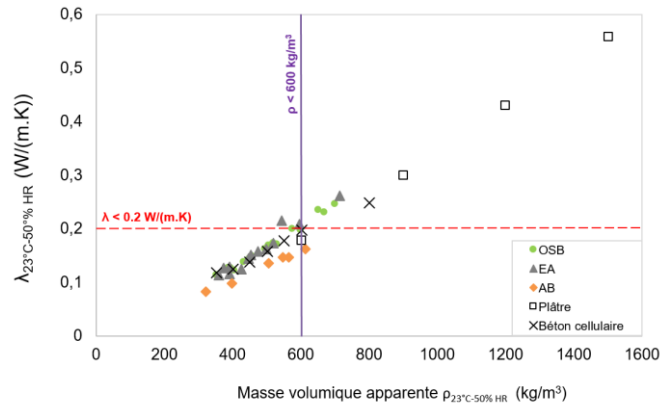


Figure III.27 : Comparaison des conductivités thermiques des mousses de gypse à celles obtenues pour le béton cellulaire [166] et une pâte de plâtre [167].

Les conductivités thermiques sont également présentées en fonction de la porosité totale  $p_T$  des mousses minérales (Figure III.28) et de la porosité de la mousse aqueuse  $p_{MA}$  et de la matrice  $p_M$  (Figure III.29). La lecture en fonction de  $p_T$  reste évidemment symétrique à la lecture des résultats de conductivité en fonction de la masse volumique durcie. On constate que l'évolution des conductivités thermiques est une fonction couplée de  $p_{MA}$  et  $p_M$ . L'évolution des courbes en fonction de  $p_T$  et  $p_{MA}$  est assez similaire, la tendance est inversée avec la porosité de la matrice. La conductivité thermique de la matrice des mousses minérales peut être déterminée à partir de la régression linéaire des courbes obtenues en fonction de  $p_{MA}$  : 0,21 W/(m.K) pour PFAB, largement plus faible que celle des DFOSB (0,37 W/(m.K)) et DFEA (0,51 W/(m.K)). Ce résultat confirme un volume de vides plus important dans la matrice des mousses PFAB.

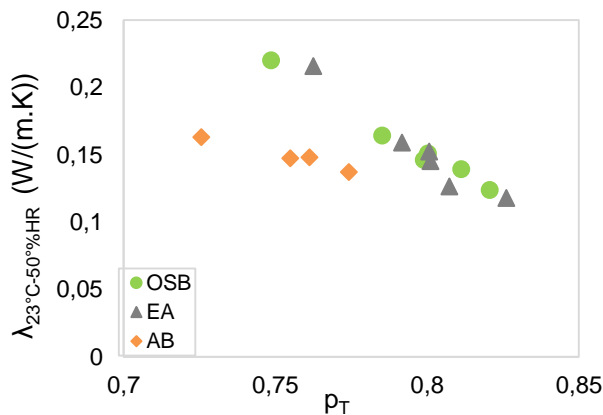


Figure III.28 : Conductivité thermique en fonction de la porosité totale des mousses de gypse à 23°C et 50% HR.

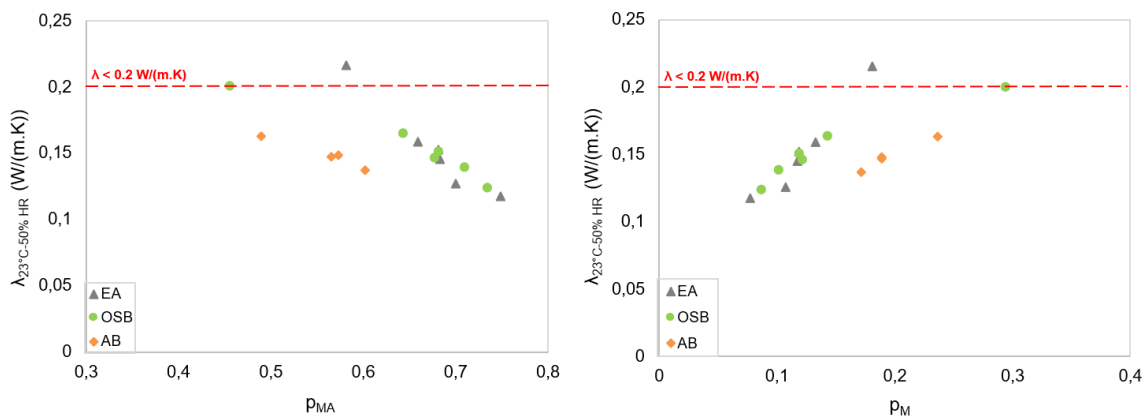


Figure III.29 : Conductivité thermique en fonction de la porosité de la mousse aqueuse (gauche) et la porosité de la matrice (droite) des mousses de gypse à 23°C et 50% HR.

Les objectifs en termes de masse volumique ( $< 600 \text{ kg/m}^3$ ) et de conductivité thermique ( $< 0,2 \text{ W/(m.K)}$ ) sont atteints pour l'ensemble des mousses de cette série. Cette étude a permis également d'identifier une linéarité entre l'évolution de la conductivité thermique et la masse volumique des mousses, il s'avère que la conductivité thermique est affectée essentiellement par la porosité totale de la mousse. Il est possible en modifiant le tensioactif d'atteindre des conductivités thermiques plus faibles pour une même masse volumique, notamment avec la protéine AB.

### III.6.3.2 Influence du dosage en tensioactif et du rapport E/L

La Figure III.30 montre l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente des mousses correspondant à une modification du dosage en tensioactif ou du taux de gâchage E/L. En analysant l'ensemble des résultats, la conductivité thermique des mousses est bien linéaire avec la masse volumique apparente. Les courbes de tendance des mousses DFOSB et DFEA restent superposées et celle des mousses DFAB/OSB légèrement décalée.

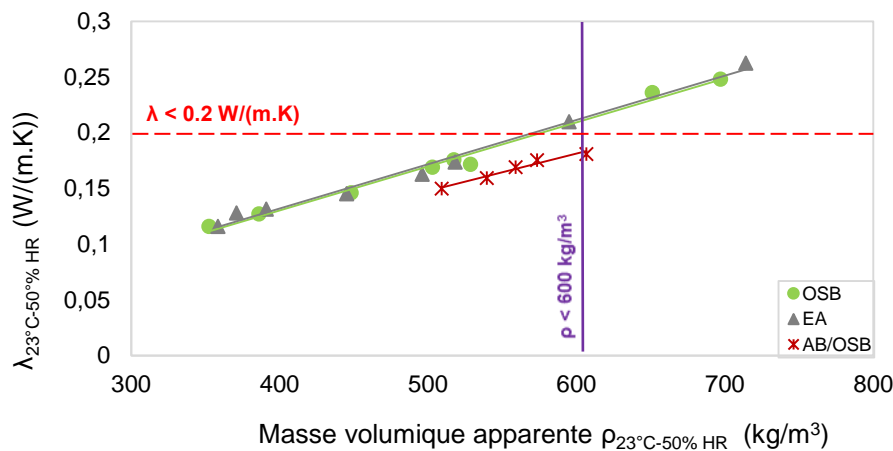


Figure III.30 : Conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente des mousses de gypse à 23°C et 50% HR.

Dans le cas des mousses DFOSB et DFEA pour lesquelles le taux de gâchage ou le dosage en tensioactif varie, le fait d'identifier une tendance unique signifie que la porosité de la matrice (liée au taux de gâchage et au tensioactif) et la porosité induite par le malaxage ont le même rôle vis-à-vis de la conductivité thermique. Il est intéressant de remarquer sur la Figure III.31 que les conductivités thermiques évaluées sur la série correspondant à des temps de malaxage différents (symbole creux) et cette série (symboles pleins) sont quasiment superposées.

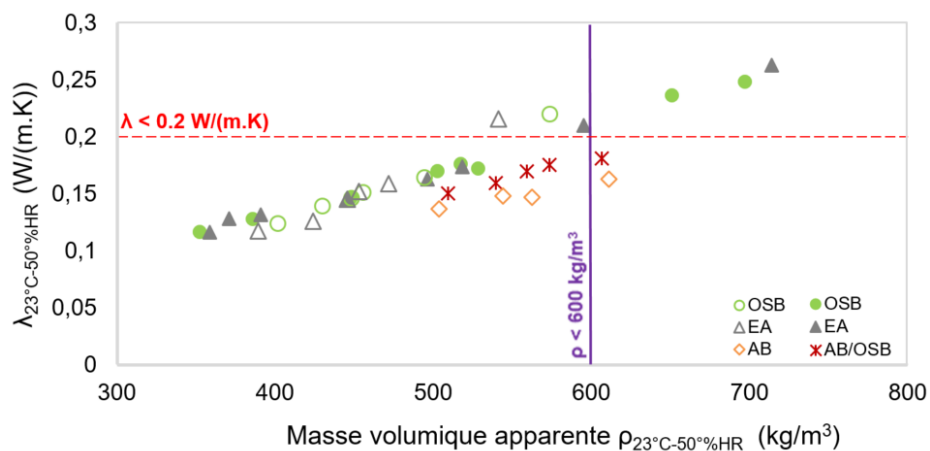


Figure III.31 : Conductivité thermique à 23°C et 50% HR des mousses produites à différents temps de malaxage (symboles creux) et avec différents dosages ou rapports E/L, pour un temps de malaxage de 5 min (DFOSB et DFEA) et 7 min (DFAB/OSB).



Les mousses DFAB/OSB présentant des caractéristiques de structure des pores intermédiaires entre celle des mousses DFAB et DFOSB, en termes de forme et de connexion des cristaux de gypse ; il semble logique que la courbe de tendance de ces mousses soit intermédiaire.

La Figure III.32 montre l'évolution de la conductivité thermique en fonction du dosage en tensioactif et du rapport E/L. Les meilleures conductivités thermiques sont atteintes avec les dosages les plus forts en tensioactifs OSB et EA. Le dosage de 0,5% EA permet d'avoir la plus faible valeur de conductivité, toutefois la structure porale obtenue est plus ouverte et présente des connectivités très importantes ; un dosage de 0,25% EA semble être un maximum raisonnable. Un rapport E/L minimal de 0,65 est nécessaire pour atteindre des conductivités inférieures à 0,2 W/(m.K) ; ce même minimum s'avère également nécessaire pour atteindre des masses volumiques inférieures à 600 kg/m<sup>3</sup> (cf. Figure III.17).

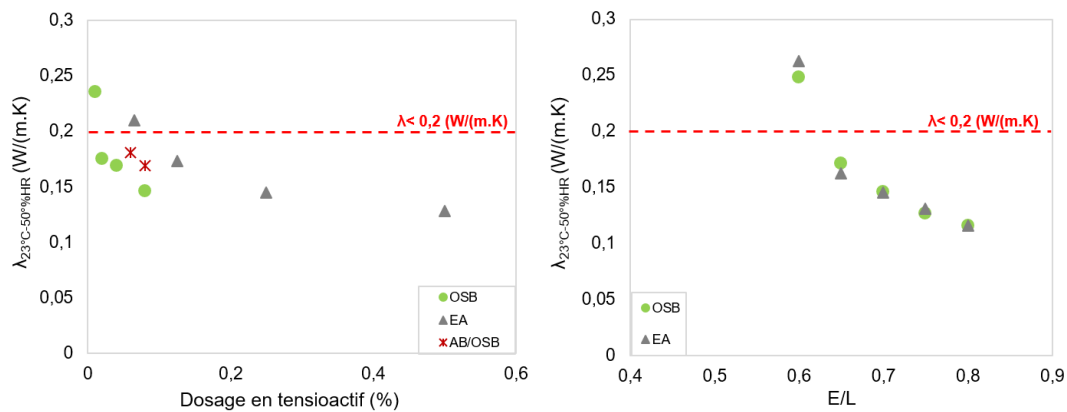


Figure III.32 : Conductivité thermique des mousses en fonction du dosage en tensioactif pour un temps de malaxage de 5 min (gauche) et du rapport E/L, pour 0,08% OSB et 0,25% EA et 5 min de malaxage (droite).

### III.6.4. Performance mécanique

La caractérisation mécanique est réalisée sur un des échantillons prélevé sur chaque mousse minérale. Pour rappel, chacune des formulations conduit à 2, 3 ou 4 échantillons. La référence de l'échantillon étudié mécaniquement est modifiée dans cette partie en faisant toujours référence à la formulation associée et en ajoutant le numéro de l'échantillon. L'échantillon utilisé peut avoir une masse volumique durcie légèrement différente de la moyenne de la formulation utilisée pour les caractérisations précédentes. L'écart de masse volumique reste inférieur à 8 kg/m<sup>3</sup>.

#### III.6.4.1 Influence du temps de malaxage

La Figure III.33 montre quelques exemples de courbes déformation-contrainte identifiées sur des mousses obtenues en modifiant le temps de malaxage. Les quatre exemples présentent un comportement compactant (palier post-pic prononcé), la rupture pouvant être considérée comme ductile au cours de l'essai de compression. Certaines mousses présentent toutefois une rupture fragile.

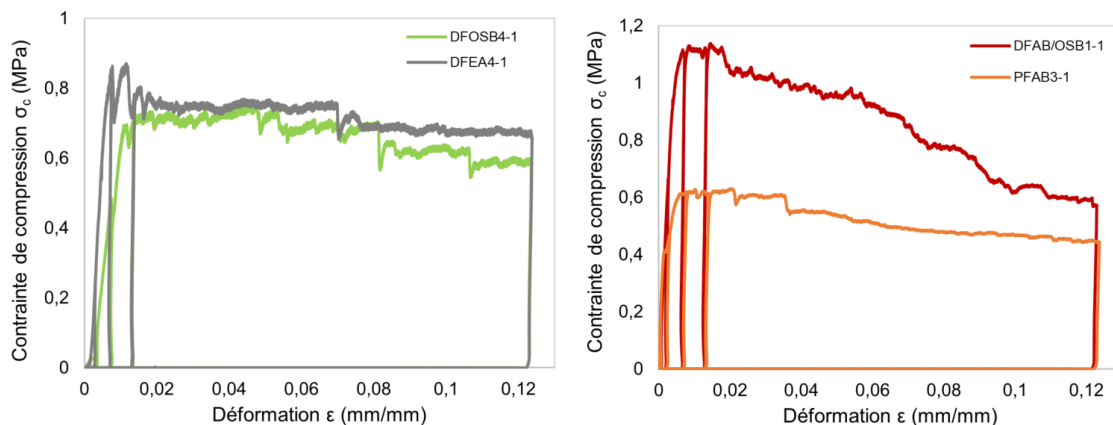


Figure III.33 : Essai de compression : DFOSB4-1  $\rho = 442 \text{ kg/m}^3$  et DFEA4-1  $\rho = 444 \text{ kg/m}^3$  (gauche), DFAB/OSB1-1  $\rho = 554 \text{ kg/m}^3$  et PFAB3-1  $\rho = 570 \text{ kg/m}^3$  (droite).

Les performances mécaniques (résistance en compression, modules mécanique et apparent, déformation à la rupture) obtenues pour les mousses réalisées avec différents temps de moussage sont résumées dans le Tableau III.6. Les résistances en compression obtenues pour les trois séries se situent entre 0,3 et 1,37 MPa (Figure III.34). La mousse DFOSB1-1 présente la résistance la plus grande 1,42 MPa pour une masse volumique de 605 kg/m<sup>3</sup> (produite avec 2 minutes de malaxage). Les résistances les plus faibles, 0,39 MPa et 0,3 MPa, correspondent aux mousses réalisées avec un long temps de malaxage. Les bulles sont alors plus nombreuses et de taille plus variée et la structure est plus fragile (connexion importante entre les bulles) comme montré auparavant par les visualisations au MEB (cf. Figure III.18).

Tableau III.6 : Résistance à la compression, Modules mécanique et apparent et Déformation à la rupture des mousses de gypse étudiées à l'état sec, pour différents temps de malaxage

OSB	DFOSB1-1	DFOSB2-1	DFOSB3-1	DFOSB4-1	DFOSB5-1	DFOSB6-1
temps de malaxage (min)	2	3	4	5	7	10
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	604,66	488,10	451,41	442,20	427,18	403,84
$R_c$ (MPa)	1,42	0,90	0,76	0,70	0,48	0,39
$E_{\text{mécanique}}$ (MPa)	1514,26	1166,07	603,24	710,53	544,20	613,16
$E_{\text{apparent}}$ (MPa)	259,42	240,44	97,73	95,25	159,04	49,93
$\epsilon$ à la rupture (%)	-	-	0,68%	0,97%	0,37%	0,87%

EA	DFEA1-1	DFEA2-1	DFEA3-1	DFEA4-1	DFEA5-1	DFEA6-1
temps de malaxage (min)	2	3	4	5	9	12
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	551,00	475,73	455,11	444,12	412,4	381,01
$R_c$ (MPa)	0,94	0,94	0,85	0,87	0,42	0,30
$E_{\text{mécanique}}$ (MPa)	1063,86	962,58	752,70	837,45	559,59	-
$E_{\text{apparent}}$ (MPa)	293,33	230,90	408,82	175,46	48,50	25,96
$\epsilon$ à la rupture (%)	0,50	0,44	0,22	0,61	0,96%	2,00

AB et AB/OSB	PFAB1-1	PFAB2-1	PFAB3-1	PFAB4-1
temps de malaxage (min)	7	8	10	20
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	494,66	541,13	553,65	609,88
$R_c$ (MPa)	0,63	0,89	0,63	0,99
$E_{\text{mécanique}}$ (MPa)	545,00	661,48	635,18	841,20
$E_{\text{apparent}}$ (MPa)	142,30	540,75	268,22	129,54
$\epsilon$ à la rupture (%)	0,77	0,22	0,20	1,60

Comme le montre la Figure III.34, une relation directe est mise en évidence entre l'évolution de la masse volumique apparente des mousses durcies et la résistance en compression. En fonction du temps de malaxage, toute diminution de la masse volumique engendre une diminution de la résistance à la compression. Un lien direct entre la résistance en compression et la porosité totale semble évident. Seules quelques mousses satisfont l'objectif visé d'une résistance à la compression > 1 MPa pour que le matériau soit autoportant. Pour des masses volumiques inférieures à 600 kg/m<sup>3</sup>, il reste difficile d'atteindre cet objectif.



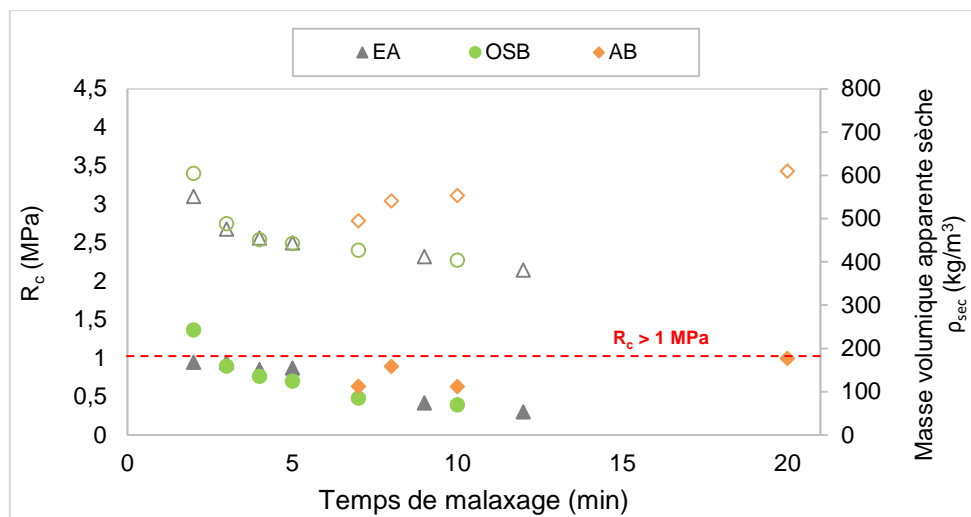


Figure III.34 : Résistance mécanique (symboles pleins) et masse volumique (symboles creux) des mousses de gypse en fonction du temps de malaxage.

### III.6.4.2 Influence du dosage en tensioactif et du rapport E/L

Les performances mécaniques des mousses réalisées en modifiant le dosage en tensioactif ou le taux de gâchage sont rassemblées dans le Tableau III.7. L'ensemble des mousses présente un comportement compactant.

La Figure III.35 présente quelques exemples de courbes déformation-contraintes de mousses DFOSB et DFAB/OSB. Ces exemples montrent encore un comportement essentiellement compactant, même si pour les mousses les plus denses, un maximum de contrainte peut être identifié sur les courbes.

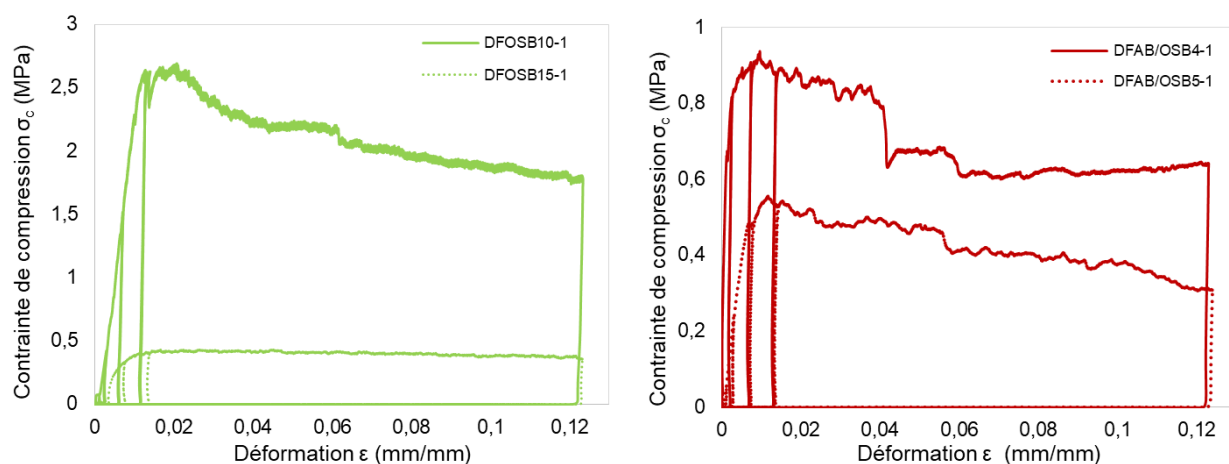


Figure III.35 : Essai de compression : DFOSB10-1  $\rho_{sec} = 719 \text{ kg/m}^3$  et DFOSB15-1  $\rho_{sec} = 350 \text{ kg/m}^3$  à 5 min de malaxage (gauche), DFAB/OSB4-1  $\rho_{sec} = 538 \text{ kg/m}^3$  et DFAB/OSB5-1  $\rho_{sec} = 507 \text{ kg/m}^3$  à 7 min de malaxage (droite).

Tableau III.7 : Résistance à la compression, Modules mécanique et apparent et Déformation à la rupture des mousses de gypse étudiées à l'état sec, pour 5 min de malaxage (OSB et EA) ou 7 min (AB/OSB)

OSB	DFOSB4-1	DFOSB7-1	DFOSB8-1	DFOSB9-1	DFOSB10-1	DFOSB13-1	DFOSB14-1	DFOSB15-1
E/L	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,65	0,75	0,8
d (%)	0,08	0,04	0,02	0,01	0,08	0,08	0,08	0,08
$\rho_{sec}$ (kg/m <sup>3</sup> )	442,20	504,60	516,35	649,47	697,59	531,76	384,44	350,40
$R_c$ (MPa)	0,70	1,33	1,35	2,79	2,68	1,44	0,61	0,43
$E_{mécanique}$ (MPa)	710,53	840,9	1038,01	1756,38	1584,25	1307,64	565,41	636,65
$E_{apparent}$ (MPa)	95,25	166,48	323,89	662,84	291,86	208,16	67,14	73,86
$\epsilon$ à la rupture (%)	0,97%	1,14%	-	1,71%	-	1,00%	2,35%	-

EA	DFEA4-1	DFEA7-1	DFEA8-1	DFEA9-1	DFEA10-1	DFEA11-1	DFEA12-1	DFEA13-1
E/L	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,65	0,75	0,8
d (%)	0,25	0,5	0,125	0,0625	0,25	0,25	0,25	0,25
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	444,12	380,05	515,15	597,77	719,47	502,42	387,77	362,34
R <sub>c</sub> (MPa)	0,87	0,38	1,47	2,26	3,85	1,22	0,53	0,49
E <sub>mécanique</sub> (MPa)	837,45	-	1105,42	1468,90	1964,76	753,79	624,82	591,26
E <sub>apparent</sub> (MPa)	175,46	77,19	150,50	309,66	1042,92	326,36	117,32	118,06
$\epsilon$ à la rupture (%)	0,61%	0,47%	0,90%	0,65%	1,60%	0,39%	0,29%	0,36%

AB/OSB	DFAB/OSB1-1	DFAB/OSB2-1	DFAB/OSB3-1	DFAB/OSB4-1	DFAB/OSB5-1
E/L	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
d (%)	1% AB (dilué avec Turax)	1% AB (dilué avec Turax)	1% AB (dilué manuellement)	1% AB (poudre)	2% AB (poudre)
$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	569,88	611,71	575,08	537,99	507,59
R <sub>c</sub> (MPa)	1,13	1,40	1,23	0,92	0,56
E <sub>mécanique</sub> (MPa)	695,29	810,5	681,41	772,38	544,09
E <sub>apparent</sub> (MPa)	282,14	300,50	231,17	414,28	99,96
$\epsilon$ à la rupture (%)	0,42%	0,60%	0,52%	0,17%	0,62%

L'évolution de la résistance en compression en fonction de la masse volumique est présentée sur la Figure III.36. Les mousses DFOSB et DFEA présentent un comportement similaire, comme observé vis-à-vis de la conductivité thermique. La tendance correspondant aux mousses DFAB/OSB est décalée par rapport aux séries DFOSB et DFEA. Finalement les mousses qui satisfont le critère de la résistance mécanique minimale (1 MPa) ainsi que le critère de masse volumique maximale (600 kg/m<sup>3</sup>) sont peu nombreuses.

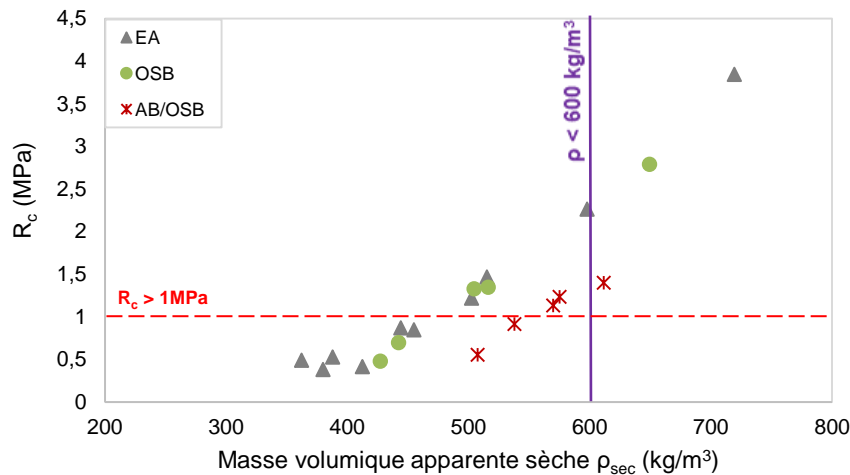


Figure III.36 : Résistance à la compression en fonction de la masse volumique apparente des mousses de gypse.

Les résistances en compression obtenues se situent entre 0,38 et 3,85 MPa. Ces deux valeurs extrêmes sont obtenues respectivement pour DFEA7-1 à cause d'un dosage en EA trop élevé, et pour DFEA10-1 grâce à un rapport eau sur liant faible. La résistance en compression la plus élevée de la mousse OSB correspond à la masse volumique la plus élevée. Les mousses DFAB/OSB présente une résistance supérieure à 1 MPa sauf la mousse DFAB/OSB5-1, réalisée avec 2% d'AB, où la résistance est réduite par deux ; Rappelons que l'augmentation du dosage en AB induit la formation de bulles plus grandes et affecte la cristallisation du gypse.

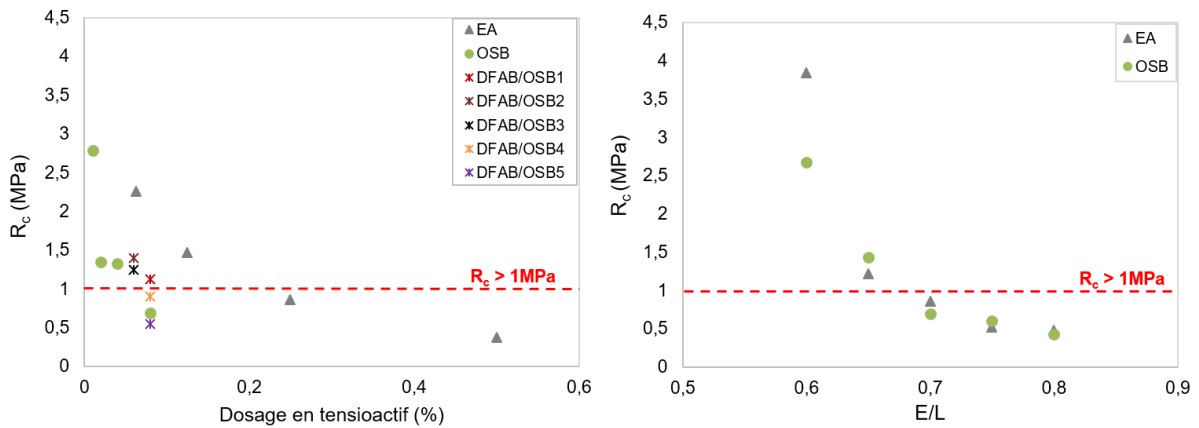


Figure III.37 : Résistance à la compression des mousses en fonction du dosage en tensioactif (gauche) et du rapport E/L (droite).

Le dosage en tensioactif et le rapport E/L affectent remarquablement la résistance en compression des mousses (Figure III.37). La mousse DFOSB15-1, dont la masse volumique est la plus faible pour un rapport E/L le plus grand, présente une structure très poreuse avec une forte connectivité entre bulles. La forme des cristaux est également modifiée et mal organisée ; cette structure porale engendre une faible résistance mécanique.

Il apparaît que, pour un dosage de 0.08% d'OSB, le rapport E/L maximum pour garantir la résistance cible de 1 MPa doit être inférieur à 0,65. Pour un taux de gâchage de 0,7, le dosage en OSB maximum serait de 0,06%. Vis-à-vis de EA, un dosage inférieur à 0,20% est nécessaire. Pour les mousses DFAB/OSB, limiter le dosage en AB à 1% permet de satisfaire le critère de résistance.

Le dosage en tensioactif joue sur la porosité des vides, le rapport E/L joue sur la porosité de la matrice, or ils ont le même effet sur la résistance. La résistance en compression s'avère donc directement influencée par la porosité totale des mousses (Figure III.38).

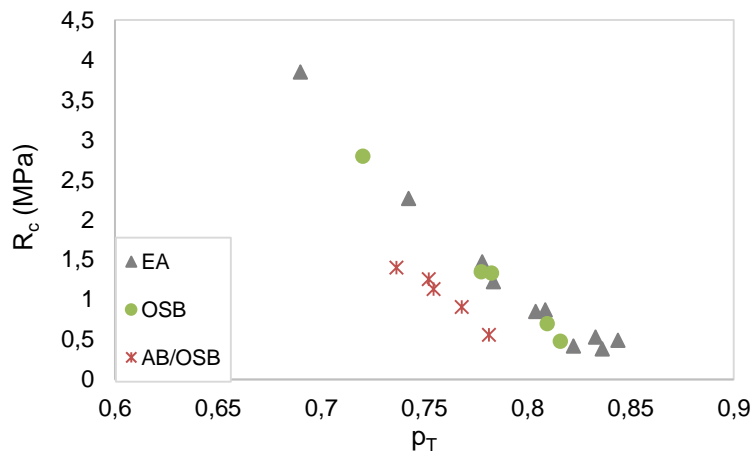


Figure III.38 : Résistance à la compression en fonction de la masse volumique apparente des mousses de gypse.

### III.6.4.3 Modules acoustique et mécanique

Les modules acoustique et mécaniques peuvent permettre de compléter l'analyse et confirmer le lien établi entre la structure porale des mousses étudiées et leurs performances thermiques et mécaniques.

L'intégralité des mousses produites est testée. Le module acoustique ( $E_{\text{acoustique}}$ ) est calculé en se basant sur les données de l'essai Pundit® et est comparé au module mécanique ( $E_{\text{mécanique}}$ ). Les valeurs sont résumées dans le Tableau III.8. L'évolution du module acoustique  $E_{\text{acoustique}}$  en fonction de la masse volumique présente une certaine analogie à celle des résistances à la compression. La Figure III.39 (gauche) montre l'évolution du module acoustique  $E_{\text{acoustique}}$  et de la résistance à la compression (droite) en fonction de la masse volumique avec des courbes enveloppes ayant les équations suivantes :

$$E_{acoustique} = 0,0012 \times \rho_{sec}^{2,2} \quad \text{Eq (3.9)}$$

$$R_c = 10^{-8} \times \rho_{sec}^3 \quad \text{Eq (3.10)}$$

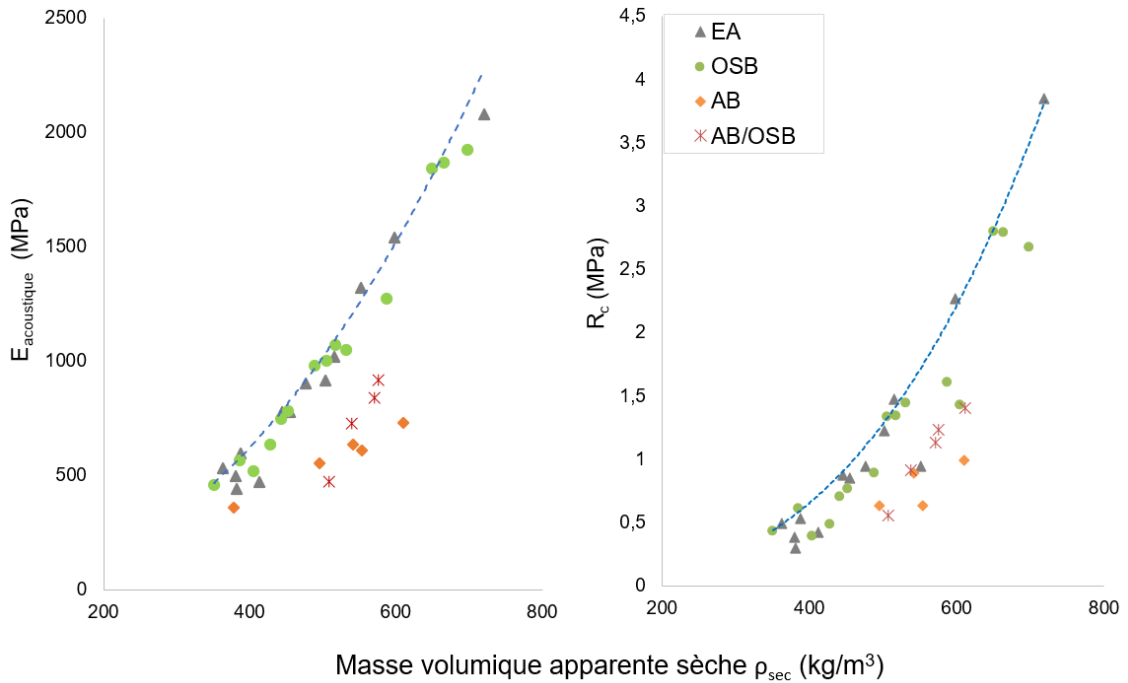


Figure III.39 : Module acoustique (gauche) et Résistance à la compression (droite) en fonction de la masse volumique à l'état sec.

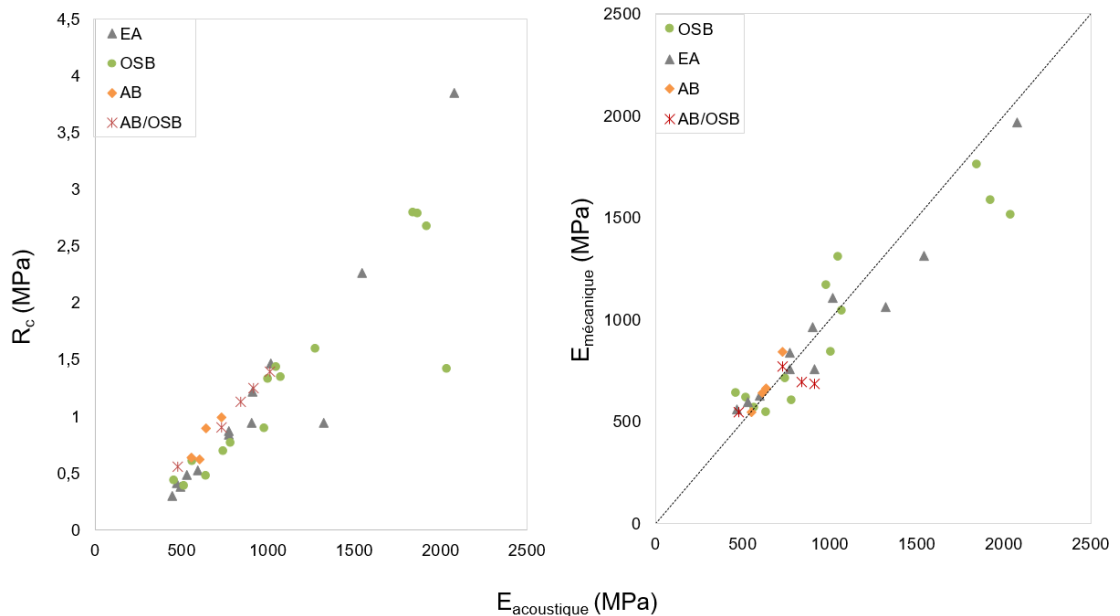


Figure III.40 : Résistance à la compression (gauche) et Module mécanique (droite) en fonction du Module acoustique.

Le tracé de la résistance à la compression en fonction du module acoustique montre que l'ensemble des mousses étudiées présente la même tendance (Figure III.40 gauche). Une cohérence est également obtenue entre les modules acoustique et mécanique (Figure III.40 droite). On peut constater

que le module acoustique mesuré avec le Pundit® qui reste une technique de mesure non destructive peut caractériser la performance mécanique des mousses.

La Figure III.41 compare les valeurs du module apparent aux valeurs du module mécanique. L'écart entre les deux modules reste très important, aucune corrélation n'est obtenue, indiquant un comportement vraisemblablement compactant dès le début des essais de compression, plus ou moins visible sur les courbes d'essai de compression. Au regard de la complexité à obtenir une juste correction pour tenir compte de la déformation du bâti de la presse à vide, il convient d'exploiter de préférence le module acoustique qui fournit des valeurs très vraisemblables du module élastique. Le couplage d'une composante élastique réversible du comportement à l'effondrement progressif de la matrice solide qui se traduit par un comportement compactant complique l'interprétation du module apparent.

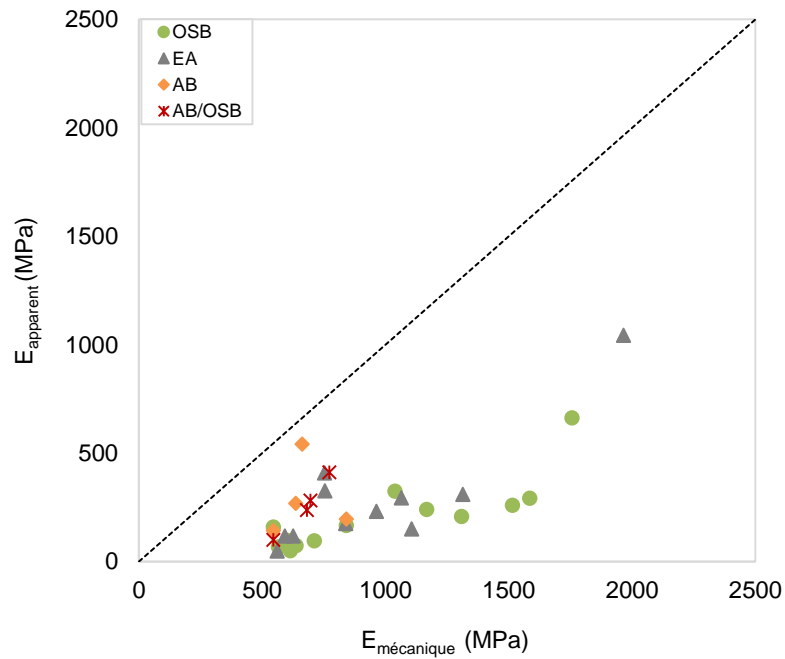


Figure III.41 : Module apparent en fonction du Module mécanique des mousses de gypse.

Tableau III.8 : Modules acoustiques des mousses de gypse.

	Temps de malaxage (min)	E/L	d (%)	$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	E <sub>acoustique</sub> (MPa)
DFEA1	2	0,7	0,25	541,15	1320,00
DFEA2	3	0,7	0,25	471,38	902,59
DFEA3	4	0,7	0,25	452,46	773,71
DFEA4	5	0,7	0,25	445,04	773,12
DFEA5	9	0,7	0,25	423,33	467,83
DFEA6	12	0,7	0,25	388,73	444,56
DFEA7	5	0,7	0,5	370,92	498,22
DFEA8	5	0,7	0,125	518,01	1016,31
DFEA9	5	0,7	0,0625	594,72	1541,25
DFEA10	5	0,6	0,25	713,50	2078,63
DFEA11	5	0,65	0,25	495,80	912,77
DFEA12	5	0,75	0,25	390,86	596,06
DFEA13	5	0,8	0,25	358,38	528,64
DFOSB1	2	0,7	0,08	573,67	2037,06
DFOSB2	3	0,7	0,08	494,44	977,87
DFOSB3	4	0,7	0,08	455,67	781,44
DFOSB4	5	0,7	0,08	447,96	745,47
DFOSB5	7	0,7	0,08	429,81	637,25
DFOSB6	10	0,7	0,08	401,63	517,17
DFOSB7	5	0,7	0,04	502,75	1001,78
DFOSB8	5	0,7	0,02	517,34	1071,51
DFOSB9	5	0,7	0,01	650,71	1840,75
DFOSB10	5	0,6	0,08	696,78	1920,50
DFOSB13	5	0,65	0,08	528,53	1047,28
DFOSB14	5	0,75	0,08	385,92	562,19
DFOSB15	5	0,8	0,08	352,24	459,43
DFOSB11	7	0,6	0,08	391,26	1865,33
DFOSB12	10	0,6	0,08	665,86	1275,54
PFAB1	7	0,7	2	503,22	551,03
PFAB2	8	0,7	2	543,44	637,73
PFAB3	10	0,7	2	561,64	607,75
PFAB4	20	0,7	2	610,72	728,39
DFAB/OSB1	7	0,7	0,08% OSB (dilué avec Turax) 1%AB	558,58	838,42
DFAB/OSB2	7	0,7	0,06% OSB (dilué avec Turax) 1%AB	606,19	1011,37
DFAB/OSB3	7	0,7	0,06 % OSB 1% AB (dilué manuellement)	573,06	916,81
DFAB/OSB4	7	0,7	0,08% OSB, 1% AB (poudre)	539,30	727,61
DFAB/OSB5	7	0,7	0,08% OSB, 2% AB (poudre)	508,65	474,73

### III.6.5. Performance hygrique des mousses de gypse

L'étude du comportement hygrique des mousses produites permet d'analyser la capacité de ce matériau à réguler l'humidité de son environnement et d'évaluer la contribution de chaque type de porosité sur la performance hygrique. Un lien entre la structure porale des mousses et leur performance hygrique est ainsi recherché.

Les échantillons sont soumis à des variations de cycles quotidiens d'humidité : 8 h à 75% HR et 16 h à 33% RH. La Figure III.42 montre un exemple de la cinétique d'absorption et désorption pour la mousse DFEA2. Les valeurs d'humidité relative et de température à l'intérieur de la chambre climatique sont enregistrées au cours de chaque essai. Les perturbations observées sur la courbe d'humidité correspondent à l'ouverture de la porte de la chambre pendant la pesée des échantillons.

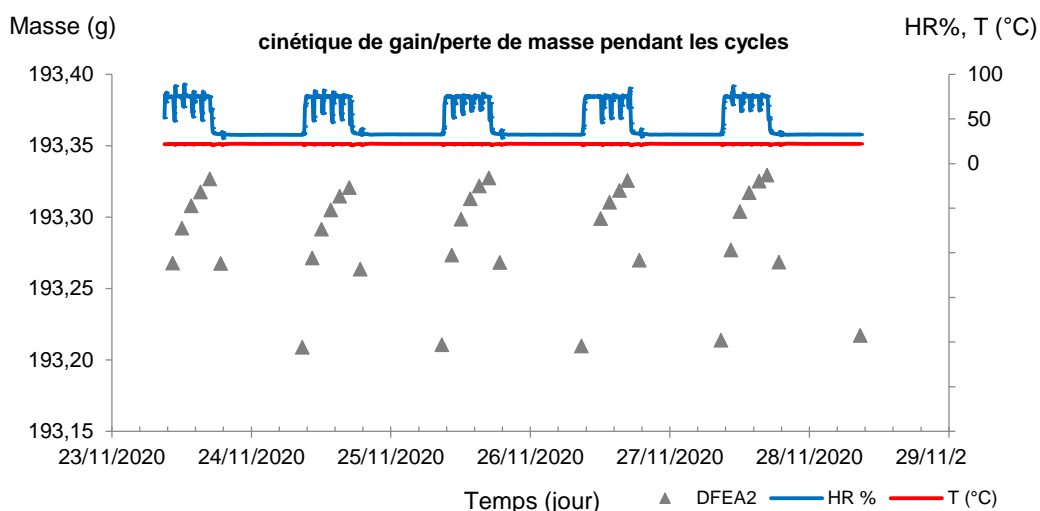


Figure III.42 : Masse de la mousse DFEA2, Humidité relative et Température dans la chambre climatique pendant l'essai MBV.

Pour les mousses DFOSB et DFEA, cinq cycles ont été suffisants pour atteindre la stabilité, la valeur MBV a donc été calculée en prenant en compte les trois derniers cycles. Ce n'est pas le cas pour les mousses PFAB et DFAB/OSB, où l'essai a duré jusqu'à 8 cycles pour atteindre la stabilité des valeurs de MBV. La Figure III.43 montre un exemple des valeurs de MBV calculées lors des cycles d'absorption et désorption ainsi que la valeur moyenne pour trois types de mousses ayant des masses volumiques proches.

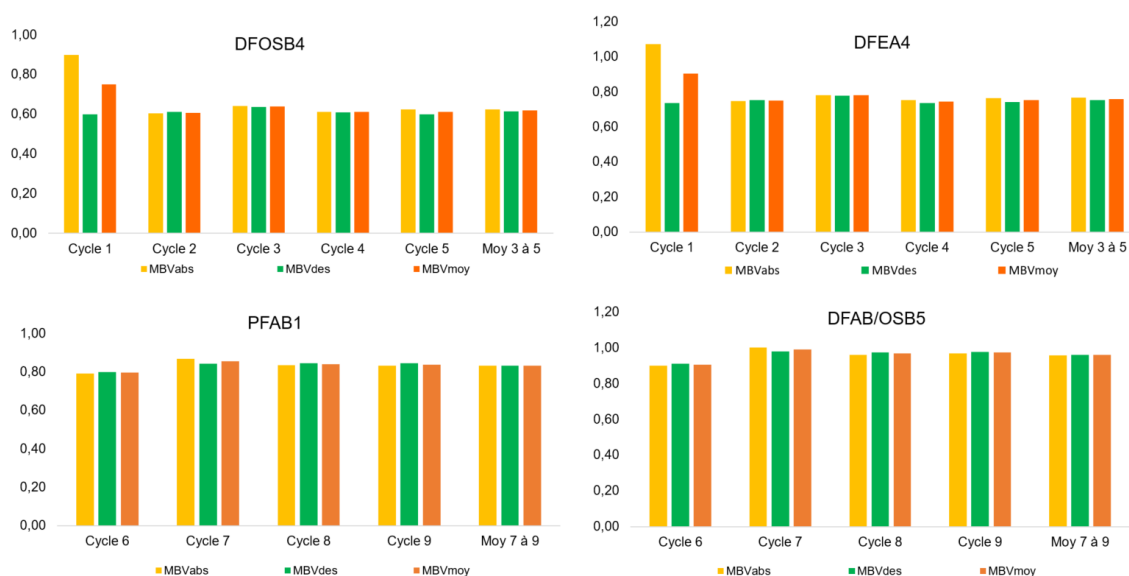


Figure III.43 : MBV pendant la phase d'absorption et désorption et valeur moyenne pour des mousses de gypse. DFOSB4  $\rho_{app} = 448 \text{ kg/m}^3$ , DFEA4  $\rho_{app} = 445 \text{ kg/m}^3$ , PFAB1  $\rho_{app} = 503 \text{ kg/m}^3$  et DFAB/OSB5  $\rho_{app} = 509 \text{ kg/m}^3$ .



Les valeurs de MBV déterminées pour toutes les mousses sont présentées dans le Tableau III.9 avec les propriétés physiques des mousses. Les valeurs obtenues varient entre 0,5 et 1 g/(m<sup>2</sup>.% HR). Selon la classification du projet NORDTEST [162], ces mousses sont considérées comme des régulateurs d'humidité modérés. La valeur moyenne obtenue pour le gypse durant ce projet était de 0,6 g/(m<sup>2</sup>.% HR). Le moussage du gypse apparaît donc comme un moyen de conserver, voire d'améliorer la capacité tampon hygrique du matériau.

Pour les mousses DFOSB, DFEA et PFAB, l'évolution du MBV en fonction de la masse volumique apparente est linéaire croissante (Figure III.44). Pour les mousses DFAB/OSB les valeurs de MBV sont presque identiques pour des masses volumiques différentes.

Comme constaté vis-à-vis des performances thermiques et mécaniques, les mousses DFOSB et DFEA présentent encore une fois un comportement semblable. La valeur MBV de ces mousses se situe entre 0,51 et 0,77 g/(m<sup>2</sup>.% HR)). Seules les mousses AB produites avec des temps de malaxage longs (10 et 20 min) présentent des valeurs de MBV plus élevées 0,98 et 1,02 g/(m<sup>2</sup>.% HR). Ces deux mousses (PFAB3 et PFAB4) peuvent être classées comme de bons régulateurs d'humidité.

Le comportement des mousses DFAB/OSB est différent. La mousse produite avec 2% AB ( $\rho_{app} = 509 \text{ kg/m}^3$ ) a une valeur MBV similaire à celle obtenue pour la mousse produite avec 1% AB et 0,06% OSB ( $\rho_{app} = 606 \text{ kg/m}^3$ ). L'ajout de l'albumine en poudre au mélange lors d'un moussage direct entraîne une diminution des valeurs MBV. L'albumine en poudre étant difficile à dissoudre dans l'eau, cela peut modifier la cristallisation de la matrice.

Rechercher un lien entre la microstructure et la MBV paraît opportun puisque les mousses plus denses et donc présentant une structure plus fermée semblent mieux capter l'humidité.

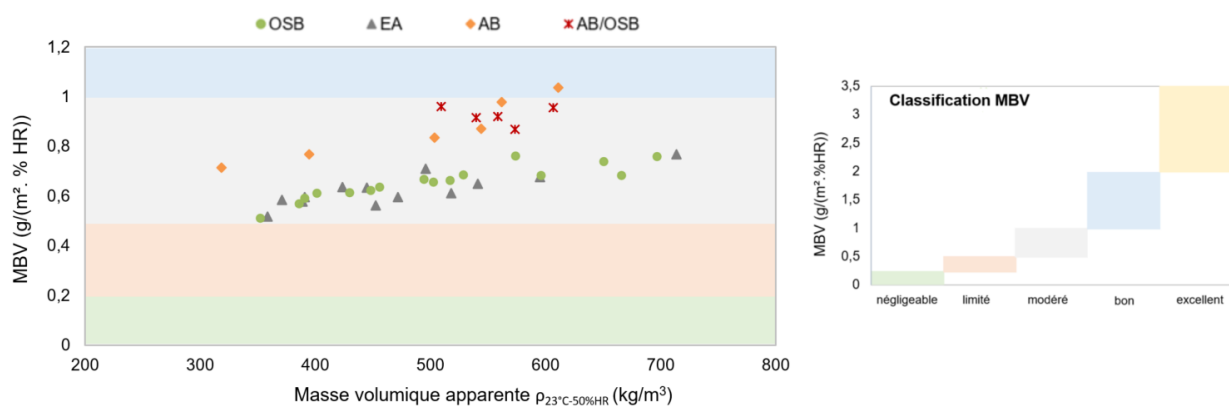


Figure III.44 : MBV en fonction de la masse volumique des mousses de gypse ; classification MBV

Tableau III.9 : Propriétés physiques ( $\rho_{23^{\circ}\text{C}-5\% \text{ HR}}$ ,  $p_T$ ,  $p_M$  et  $p_{MA}$ ) et hygrique (MBV) des mousses de gypse.

Mousses	$\rho_{23^{\circ}\text{C}-5\% \text{ HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$p_T$ (%)	$p_M$ (%)	$p_{MA}$ (%)	MBV (g/(m <sup>2</sup> .% HR))
DFEA1	541,44	76,25	18,14	58,11	0,65
DFEA2	471,60	79,17	13,27	65,90	0,60
DFEA3	452,67	80,07	11,94	68,13	0,56
DFEA4	445,31	80,11	11,85	68,26	0,64
DFEA5	423,59	80,74	10,81	69,93	0,64
DFEA6	388,97	82,61	7,76	74,86	0,58
DFEA7	371,01	83,38	6,78	76,60	0,58
DFEA8	518,28	77,52	15,91	61,61	0,61
DFEA9	595,20	74,34	11,85	62,49	0,69
DFEA10	714,14	68,37	23,03	45,34	0,77
DFEA11	496,17	78,39	12,61	65,78	0,71
DFEA12	391,07	82,73	9,66	73,07	0,60
DFEA13	358,58	84,38	8,67	75,72	0,52
DFOSB1	573,93	74,87	29,43	45,44	0,76
DFOSB2	494,64	78,52	14,29	64,23	0,67
DFOSB3	455,84	80,03	11,92	68,11	0,64
DFOSB4	448,14	79,89	12,21	67,68	0,62
DFOSB5	429,98	81,12	10,19	70,93	0,61
DFOSB6	401,74	82,07	8,72	73,34	0,61
DFOSB7	503,01	77,73	15,54	62,20	0,66
DFOSB8	517,56	77,35	16,14	61,20	0,66
DFOSB9	651,08	71,44	25,75	45,69	0,74
DFOSB10	697,12	70,96	19,44	51,52	0,76
DFOSB13	528,75	76,71	14,50	62,21	0,69
DFOSB14	386,05	83,08	1,36	81,73	0,57
DFOSB15	352,46	84,18	9,07	75,10	0,51
DFOSB11	666,34	69,43	21,55	47,88	0,68
DFOSB12	596,56	72,83	17,00	55,82	0,68
PFAB1	503,71	77,42	17,21	60,21	0,83
PFAB2	544,00	76,13	18,93	57,20	0,87
PFAB3	562,60	75,49	18,95	56,54	0,98
PFAB4	611,27	72,56	23,63	48,93	1,04
DFAB/OSB1	559,05	74,85	20,19	54,66	0,92
DFAB/OSB2	606,67	74,50	21,18	53,32	0,96
DFAB/OSB3	573,54	74,49	20,06	54,44	0,87
DFAB/OSB4	539,75	76,23	17,95	58,28	0,92
DFAB/OSB5	509,25	77,62	15,97	61,64	0,96

### III.6.5.1 Contribution des porosités

L'étude de l'impact de la porosité des mousses sur la performance hygrique permet de distinguer l'effet de la porosité liée à la mousse aqueuse de celui de la porosité de matrice. La Figure III.45 montre la variation de MBV en fonction de la porosité totale, la tendance est logiquement symétrique à celle constatée en fonction de la masse volumique (Figure III.45).

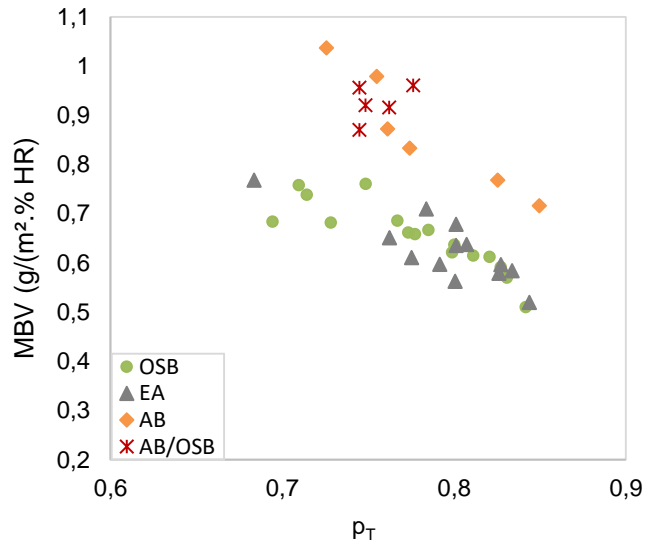


Figure III.45 : MBV en fonction de la porosité totale des mousses de gypse.

Les évolutions de MBV en fonction de la porosité de la mousse aqueuse (vides associés aux bulles lors du moussage) et de la matrice sont montrées dans la Figure III.46. Une tendance croissante est notée entre MBV et la porosité de la matrice. Une tendance opposée est notée avec la porosité de la mousse aqueuse. Ainsi dans une première lecture, la valeur MBV peut être améliorée en augmentant la porosité de la matrice et en diminuant la porosité de la mousse aqueuse. Cependant ces porosités sont physiquement liées à la porosité totale (et donc à la masse volumique apparente durcie).

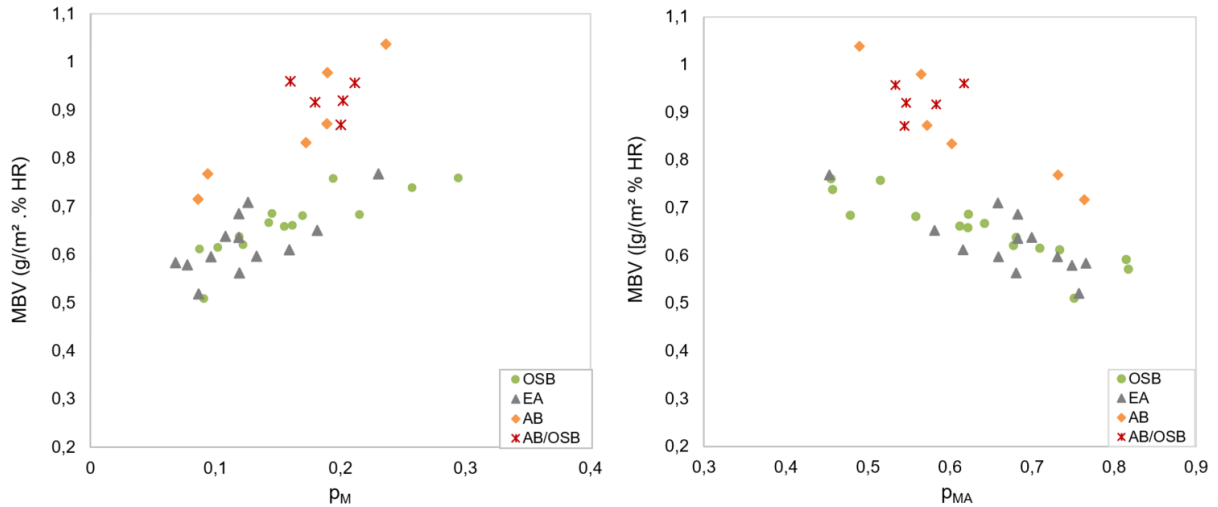


Figure III.46 : MBV en fonction de la porosité de la matrice  $p_M$  (gauche) et de la porosité de la mousse aqueuse  $p_{MA}$  (droite) des mousses de gypse.

Un modèle linéaire est proposé, Eq (3.11) et Eq (3.12), pour distinguer la contribution de la porosité de la matrice,  $p_M$ , et de la porosité de la mousse aqueuse,  $p_{MA}$ , sur la valeur MBV.

$$MBV = A \cdot p_M + B \cdot p_{MA} \quad \text{Eq (3.11)}$$

$$\frac{MBV}{p_M} = B \cdot \frac{p_T}{p_M} + A - B \quad \text{Eq (3.12)}$$

Le modèle proposé est validé en traçant, à partir des données expérimentales, l'évolution de  $MBV/p_M$  en fonction de  $p_T/p_M$  (Figure III.47). Les points expérimentaux s'ajustent remarquablement sur ce modèle.

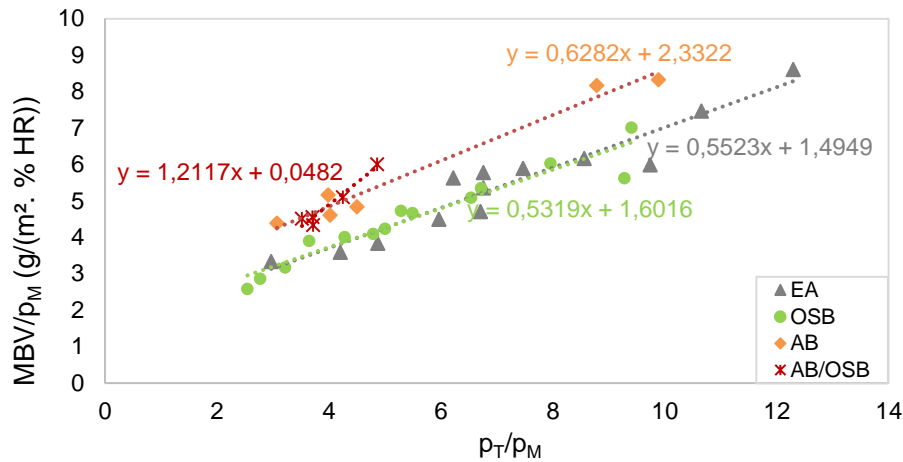


Figure III.47 :  $MBV/p_M$  en fonction de  $p_T/p_M$  des mousses de gypse.

Les mousses DFOSB et DFEA présentent des tendances presque identiques. La relation obtenue pour les mousses PFAB est parallèle à celle des précédentes mousses. Les données expérimentales des mousses DFAB/OSB permettent de tracer une courbe de tendance linéaire avec une pente plus forte, à prendre toutefois avec prudence étant donné le peu de résultats.

A partir des droites d'ajustement, les paramètres du modèle A et B sont calculés (Tableau III.10).

Il est constaté que pour toutes les mousses, la contribution de la microporosité dans la matrice de gypse ( $p_M$ ) est plus grande que celle de la porosité de la mousse aqueuse ( $p_{MA}$ ). La tendance similaire des mousses DFOSB et DFEA est retraduite dans les valeurs des paramètres A et B obtenus. L'influence de la porosité de la matrice est quatre fois plus grande que la porosité de la mousse aqueuse pour ces mousses dont les microstructures sont très semblables. La contribution la plus élevée de la porosité de matrice est soulignée pour les mousses AB ( $A = 2,96$ ) sachant que cette protéine affecte la prise (effet retardateur de prise), la phase d'hydratation et la cristallisation du gypse. Pour les mousses réalisées avec un mélange d'OSB et AB, la contribution des deux types de porosité est presque la même ( $A = 1,26$  et  $B = 1,21$ ). L'effet de la porosité de la mousse aqueuse, associé au paramètre B, pour les mousses AB/OSB est deux fois plus important que pour les autres mousses.

La microporosité au sein de matrice, associée au paramètre A, présente donc une contribution sur les valeurs de MBV plus grande pour toutes les mousses sauf les mousses AB/OSB. Le paramètre A semble être lié directement à la nature du liant.

Tableau III.10 : Paramètres A et B du modèle linéaire du MBV.

	A	B	A/B
OSB	2,1335	0,5319	4,01
EA	2,0472	0,5523	3,71
AB	2,9604	0,6282	4,71
AB/OSB	1,2599	1,2117	1,04
Mousse de chaux	4,06	2,87	1,4
Mazhoud et al. [10]	3,66	2,62	0,8

	A	B	A/B
Mousse de chaux	4,06	2,87	1,4
Mazhoud et al. [10]	3,66	2,62	0,8

La Figure III.48 permet d'interpréter l'évolution de la valeur MBV pour des dosages en tensioactifs variables ou un rapport E/L variable. La valeur MBV des mousses OSB et EA est peu affectée par la variation du dosage en tensioactif sauf pour un très faible dosage (0.01% OSB et 0.0625% EA). Ces mousses, ayant une masse volumique plus élevée, présentent une porosité totale moins importante couplée à une porosité  $p_{MA}$  très faible. L'augmentation du dosage en EA (passant de 0,25% à 0.5%) semble pénaliser les performances hygriques, cette mousse présente une structure fragile avec des pores très connectés (porosité  $p_{MA}$  importante).

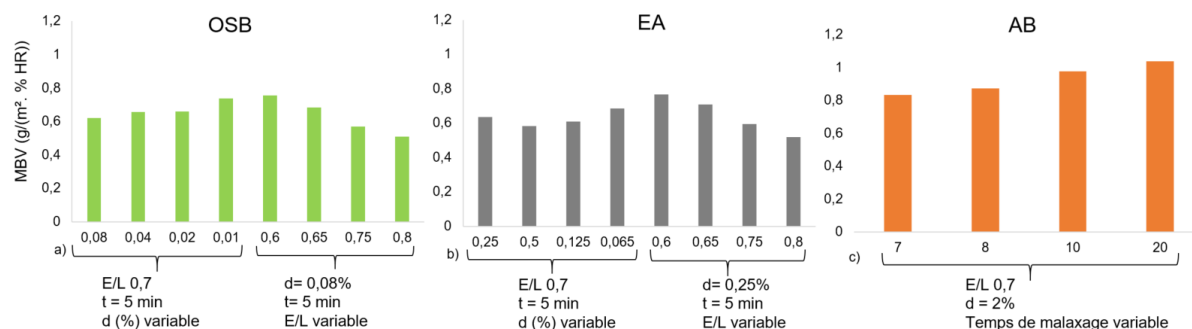


Figure III.48 : MBV obtenues pour des mousses de gypse ( $t$  = temps de malaxage,  $d$  = dosage en tensioactif).

L'augmentation du rapport E/L permet d'avoir des mousses légères en raison de l'augmentation du volume de la mousse aqueuse créée dans la suspension minérale. La porosité due à la mousse aqueuse est ainsi plus importante pénalisant la performance hygrique des mousses (MBV plus faible). La valeur optimale du MBV est donc obtenue avec un rapport E/L de 0,6, cependant, ces mousses trop denses sont moins performantes thermiquement.

Les mousses PFAB ont les meilleures valeurs de MBV. Les mousses produites après 10 et 20 min présentent les valeurs optimales. Bien que ces mousses soient produites pour un temps long de malaxage, elles ont des masses volumiques plus élevées en raison de la perte d'homogénéité constatée pendant la fabrication. Ces mousses sont considérées comme techniquement difficiles à produire.

### III.6.6. Perméabilité à la vapeur d'eau par simulation numérique

Une étude numérique préliminaire est réalisée sur une sélection de mousses de gypse. Cette étude permet d'exploiter les résultats expérimentaux obtenus lors des essais de la capacité tampon hygrique et d'estimer la valeur de la perméabilité à la vapeur d'eau dans le matériau ( $\delta_p$ ) par ajustement. Les propriétés des mousses sélectionnées sont présentées dans le Tableau III.11.

Tableau III.11 : Propriétés des mousses sélectionnées pour l'étude numérique.

Echantillon	$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\text{HR}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho_{\text{sec}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\lambda_{\text{sec}}$ (W/(m.K))	Surface d'échange (m <sup>2</sup> )	Masse $_{23^{\circ}\text{C}-50\text{HR}}$ (g)	Masse sèche (à 40°C) (g)	w massique $_{23^{\circ}\text{C}-50\text{HR}}$ (kg/kg)	$\rho_T$	MBV g/(m <sup>2</sup> .% HR)
DFOS1	573,93	573,67	0,203	0,0050547	232,81	232,71	0,000443	0,753	0,76
DFOSB4	448,14	447,96	0,145	0,0050780	181,32	181,25	0,000401	0,807	0,62
DFOSB9	651,08	650,71	0,230	0,0050906	264,98	264,83	0,000558	0,720	0,74
DFOSB10	697,12	696,78	0,247	0,0050658	282,53	282,39	0,000486	0,700	0,76
DFA1	541,44	541,15	0,217	0,0050677	219,08	218,96	0,000528	0,767	0,65
PFAB4	611,27	610,72	0,162	0,0050437	244,98	244,76	0,000908	0,737	1,04

Pour ce faire, le logiciel Wufipro 6.5 a été utilisé. Ce logiciel est un outil standard pour l'évaluation des performances hygrothermiques des matériaux de construction. Il a été développé par le département hygrothermique du Fraunhofer IBP. Il permet de calculer les transferts hygrothermiques selon l'approche classique de Kunzel [168]. Dans cette étude, on suppose que le transfert d'eau au sein du

matériau reste dans le domaine hygroscopique. Le transfert de liquide est donc considéré négligeable. Les équations décrivant le transfert de chaleur et de masse sont les suivantes :

$$(\rho C) \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( \lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) + h_{iv} \frac{\partial}{\partial x} \left( \delta_p \frac{\partial (HR P_{sat})}{\partial x} \right) \quad \text{Eq (3.13)}$$

$$\frac{\partial W}{\partial HR} \frac{\partial HR}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( \delta_p \frac{\partial (HR \cdot P_{sat})}{\partial x} \right) \quad \text{Eq (3.14)}$$

avec  $C$  la capacité thermique spécifique (J/(kg.K)),  $H$  l'enthalpie totale (J/m<sup>3</sup>),  $\lambda$  la conductivité thermique (W/(m.K)),  $T$  la température (K),  $h_{iv}$  la chaleur latente de l'évaporation (J/kg),  $\delta_p$  la perméabilité à la vapeur d'eau (kg/(m.s.Pa)),  $P_{sat}$  la pression de vapeur à la saturation (Pa), cette pression est fonction de la température,  $W$  la teneur en eau volumique (kg/m<sup>3</sup>), et  $t$  le temps (s).

Il est important, pour mettre en œuvre la simulation, de disposer des propriétés du matériau étudié, de fixer les conditions initiales et aux limites qui peuvent avoir un impact significatif sur les résultats numériques. Il est à noter que le logiciel Wufipro considère une courbe de sorption unique (adsorption ou désorption). Le phénomène d'hystérésis sur les propriétés de sorption n'est ainsi pas pris en compte.

Pour les simulations numériques, le pas de temps est fixé à une heure durant cinq jours, ce qui correspond aux cinq cycles d'humidité réalisés lors de l'essai MBV.

Le transfert est étudié ici en 1D et en condition isotherme. Le maillage utilisé est automatique et permet de distinguer 100 mailles fines resserrées au voisinage des surfaces d'échange. L'échantillon modélisé correspond à une épaisseur de matériau de 16 cm. Une telle géométrie, soumise à un même chargement hygrique sur ses deux faces, modélise bien un échantillon de 8 cm de haut étanché sur sa base, comme testé lors des essais MBV. Sur les deux surfaces d'échange, les conditions en humidité relative correspondent aux données expérimentales des essais MBV et les coefficients de transfert thermique de surface sont considérés comme égaux à 0,125 W/(m<sup>2</sup>.K).

La sollicitation hygrique consiste en des cycles de variation d'humidité (8 h en adsorption suivies de 16 h de désorption), avec des valeurs moyennes d'humidité relative calculées de 72 %HR pendant les phases d'adsorption et de 32 %HR pendant les phases de désorption, à une température moyenne de 22,7°C. La condition initiale appliquée à tout l'échantillon correspond à une stabilisation à 50%HR.

Les connaissances complètes des isothermes de sorption des mousses sont manquantes, seule la teneur en eau à deux niveaux d'humidité (0 %HR et 50 %HR) est obtenue expérimentalement (cf. Tableau III.11). Pourtant ces données sont nécessaires pour les simulations. Le modèle de GAB [169] utilisé dans l'outil numérique, basé sur le mécanisme de sorption physique, est utilisé pour ajuster la courbe d'adsorption. Ce modèle relie la teneur en eau à l'humidité relative ambiante par la formule suivante :

$$w_{GAB} = w_m \cdot \rho_{sec} \cdot \frac{C_1 C_2 HR}{(1 - C_2 HR)(1 - C_2 HR + C_1 C_2 HR)} \quad \text{Eq (3.15)}$$

avec,  $w_m$  la teneur en eau monomoléculaire (kg/kg),  $\rho_{sec}$  la masse volumique apparente sèche (kg/m<sup>3</sup>), et  $C_1$  et  $C_2$  des paramètres d'ajustements.

La Figure III.49 montre l'ajustement du modèle GAB avec les deux points expérimentaux (correspondant à la teneur en eau à 0 %HR et 50 %HR), un bon accord est obtenu. Les différentes valeurs des paramètres du modèle de GAB utilisées pour tracer l'isotherme de sorption sont présentées dans le Tableau III.12.



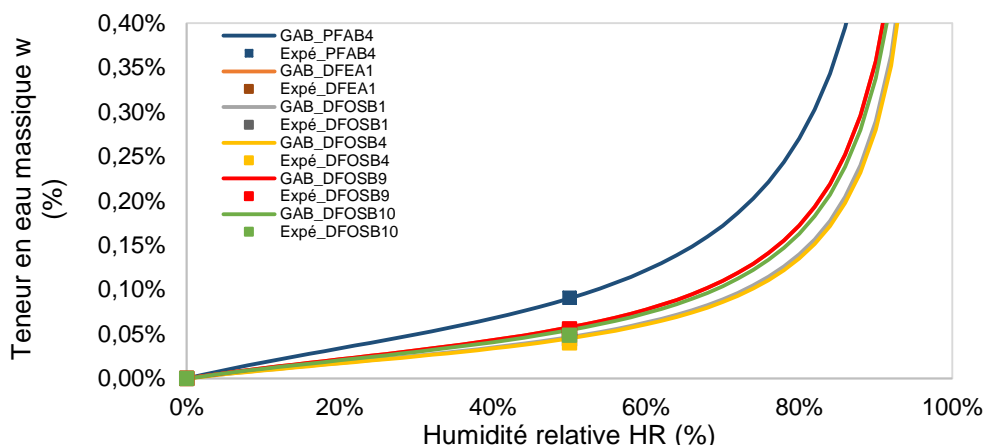


Figure III.49 : Les courbes d'adsorption des mousses de gypse déterminées expérimentalement (avec deux points) et en utilisant le modèle GAB.

Tableau III.12 : Les paramètres du modèle de GAB

Echantillon	$w_m$ (%)	$C_1$	$C_2$
DFOSB1	0,030	3,5179	0,9996
DFOSB4	0,029	3,5179	0,9996
DFOSB9	0,037	3,5179	0,9996
DFOSB10	0,035	3,5179	0,9996
DFEA1	0,04	3,5179	0,9996
PFAB4	0,06	3,5179	0,9996

L'inertie hygrique des mousses est traduite par la pente de la courbe d'adsorption ; une pente plus forte signifie une capacité de stockage plus importante. La Figure III.50 montre les courbes d'adsorption sur une gamme d'humidité relative comprise entre 33% et 75% (correspondant aux humidités des cycles durant les essais MBV). On peut constater que la mousse PFAB4 possède la plus grande capacité de stockage en raison de sa pente plus importante, contrairement aux mousses DFOSB4 et DFOSB1 qui ont une faible valeur d'inertie hygrique et donc une faible capacité de stockage.

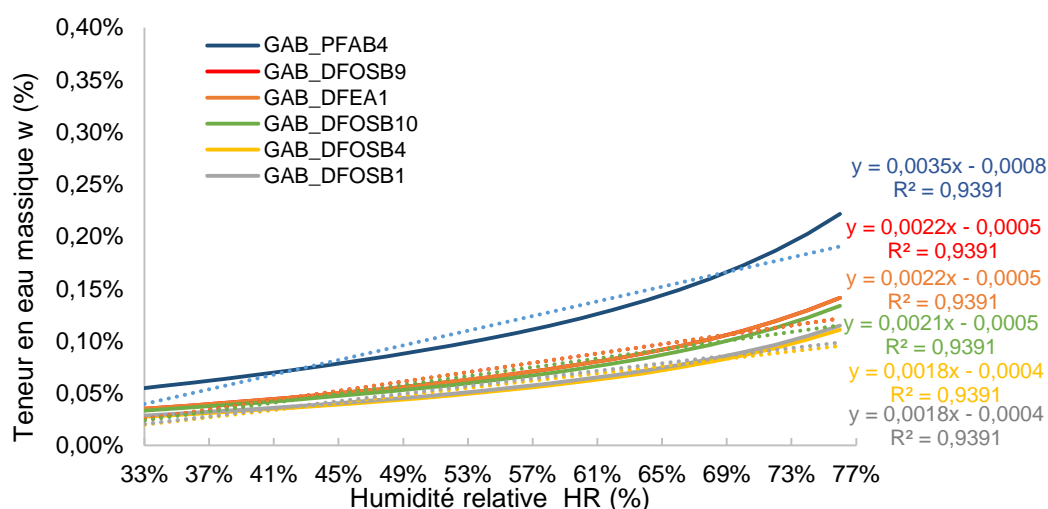


Figure III.50 : Courbes d'adsorption modélisées pour une humidité relative comprise entre 33% et 75%.

L'objectif étant d'estimer la perméabilité à la vapeur d'eau des mousses de gypse, en ajustant la réponse numérique sur les données expérimentales, plusieurs simulations ont été effectuées en variant le facteur de résistance liée à la perméabilité à la vapeur d'eau dans le logiciel. Le critère d'ajustement est

d'atteindre, au moment de la première inversion de l'humidité relative, la teneur en eau totale calculée dans l'échantillon, identique à la valeur mesurée expérimentalement.

Le travail est répété pour chaque mousse en adaptant les paramètres de sorption. Les résultats des simulations correspondant aux six mousses étudiées sont présentés Figure III.51.

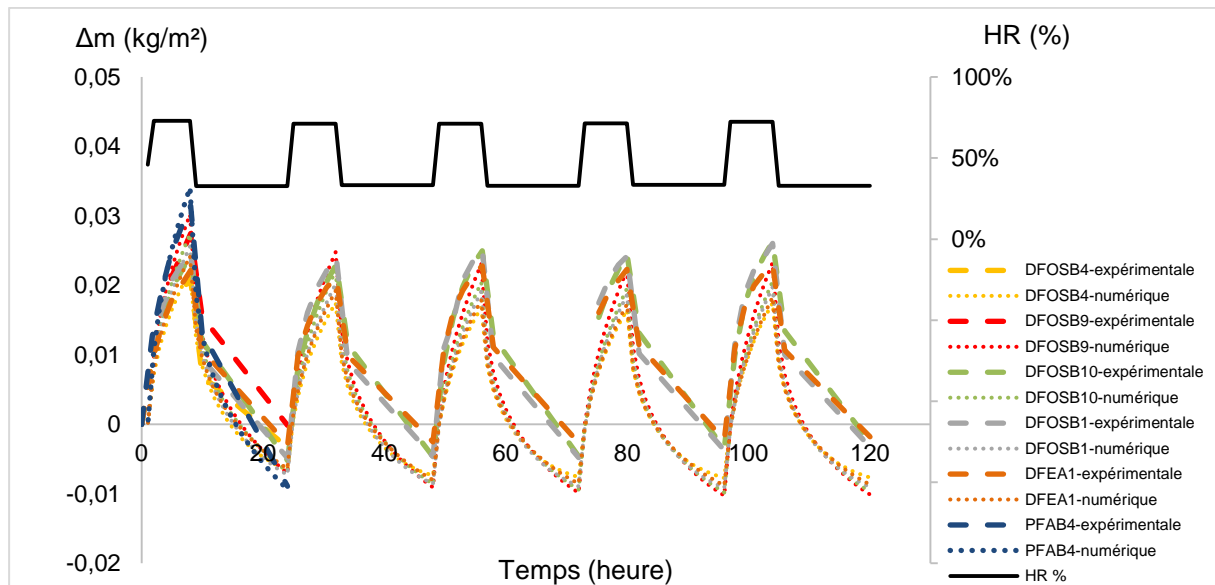


Figure III.51 : Humidité relative ambiante et, absorption et relargage de masse par surface d'échange pendant les cinq cycles : Résultats expérimentaux et numériques.

Les valeurs de la perméabilité vapeur  $\delta_p$  estimées pour les mousses de gypse étudiées sont présentées dans le Tableau III.13 ainsi que la différence entre les amplitudes de  $\Delta m$  expérimentale et numérique. Les valeurs de perméabilité obtenues sont en accord avec les valeurs mesurées sur des pâtes de gypse mesurées par Ronzino et Corrado [170]: entre  $1,4 \times 10^{-11}$  et  $2,4 \times 10^{-11}$  kg/(m.s.Pa). Bien que les essais d'isotherme de sorption soient manquants, les valeurs de la perméabilité à la vapeur obtenue par ajustement de simulations numériques sur des données provenant d'essais MBV semblent très acceptables. Par contre, l'ajustement des résultats des simulations sur les cycles successifs du test MBV n'est pas très satisfaisant, montrant les limites de l'outil de modélisation.

Tableau III.13 : Teneur en eau, les amplitudes maximales expérimentales, la différence des amplitudes et les valeurs de la perméabilité à la vapeur estimée des mousses étudiées.

Paramètre	DFOSB1	DFOSB4	DFOSB9	DFOSB10	DFEA1	PFAB4
$\Delta m_{\text{expérimentale}}$ (kg/m <sup>2</sup> )	0,02481	0,02082	0,02746	0,02444	0,02216	0,03146
$\frac{\Delta m_{\text{numérique}} - \Delta m_{\text{expérimentale}}}{\Delta m_{\text{expérimentale}}}$	0,02	0,01	0,05	0,06	0,04	0,03
$\delta_p$ (kg/(m.s.Pa)) $\times 10^{-11}$	1,95	1,85	1,77	1,56	1,5	1,95

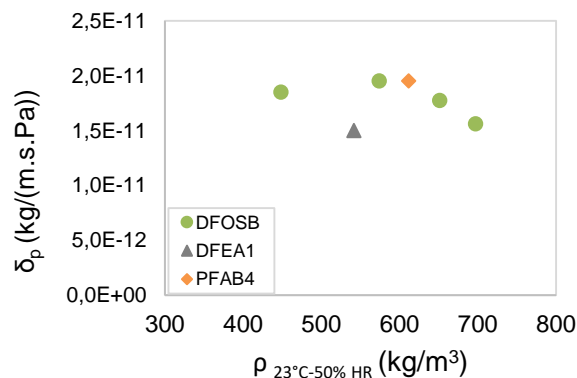


Figure III.52 : Relation entre  $\delta_p$  et la masse volumique apparente des mousses de gypse.

L'évaluation de la perméabilité à la vapeur est réalisée pour un nombre limité de mousses. Cependant, il est possible d'analyser l'évolution de ce paramètre en fonction de la masse volumique apparente des mousses minérales (Figure III.52). On constate que la perméabilité à la vapeur semble être une fonction décroissante de la masse volumique apparente, ce qui paraît logique. La perméabilité à la vapeur baisse lorsque la porosité totale de la mousse diminue.

### III.6.7. Perméabilité à l'air

La Figure III.53 présente l'évolution de la perméabilité intrinsèque,  $k_{int}$ , des mousses de gypse en fonction de la masse volumique apparente à l'état sec (gauche) et la porosité totale (droite). Globalement, la perméabilité intrinsèque mesurée à l'état sec diminue avec la masse volumique durcie et croît avec la porosité totale, et ce, pour les mousses DFOSB, DFEA, et PFAB mais pas pour les mousses DFAB/OSB qui présentent des valeurs de perméabilité presque constantes pour les différentes masses volumiques.

Pour une même masse volumique, les mousses DFAB/OSB présentent une perméabilité plus élevée que les autres mousses. Or la structure de ces mousses AB/OSB est plus ouverte et leur réseau cristallin plus altéré. La perméabilité à l'air d'un matériau est bien liée à sa structure porale.

Les valeurs de perméabilité intrinsèque varient de  $0,106 \times 10^{-11}$  à  $1,26 \times 10^{-11}$  m<sup>2</sup> pour toutes les mousses de gypse étudiées. En général, les mousses de gypse présentent des valeurs de perméabilité à l'air plus élevées que la pâte de ciment et le mortier [171]–[173] ( $10^3$  fois plus perméable qu'un béton de perméabilité de l'ordre de  $10^{-14}$  m<sup>2</sup>). Elles sont également plus perméables que le béton mousse à base de sédiments étudié par Zambon [174] ( $10^2$  fois plus perméables). Ceci peut s'expliquer par des différences de connexion de la porosité et de taille des pores connectés.

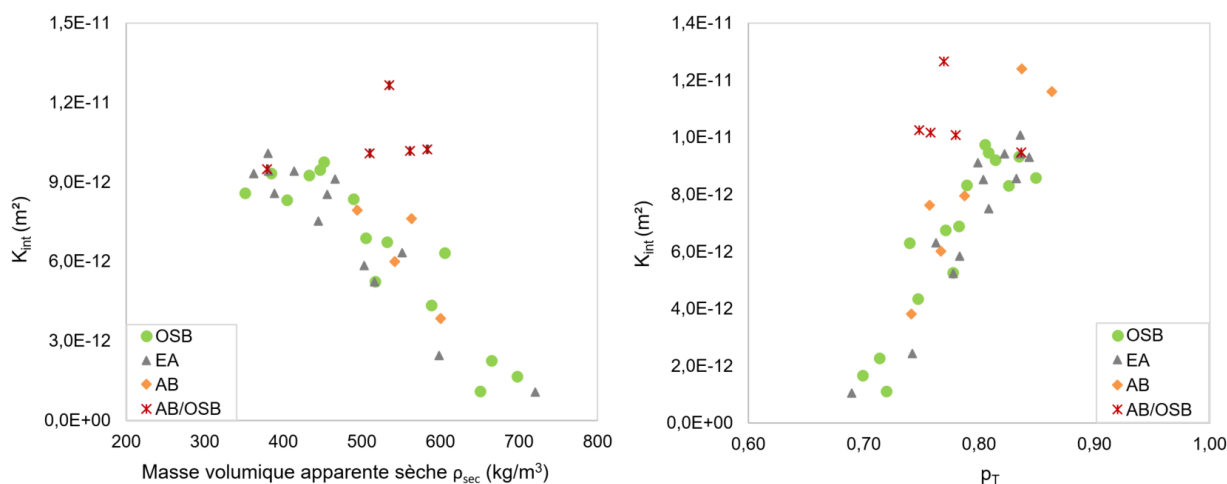


Figure III.53 : Perméabilité intrinsèque en fonction de la masse volumique (gauche) et la porosité totale (droite) des mousses de gypse.

## III.7 - Analyse des résultats : Mousse de Chaux

Les mousses de chaux ont été produites pour moitié durant cette thèse selon la formulation donnée dans le Tableau II.11, et pour moitié lors d'une étude antérieure menée par notre laboratoire, en utilisant la méthode par moussage direct, DF (§II.3.3.1). Cette étude antérieure est partiellement présentée par [10] ; les mousses de chaux sont produites avec différents E/L (0,55, 0,6 et 0,65) et un dosage massique en Hostapur OSB de 0,15%, 0,18% et 0,33% de la masse de liant (présentés en points noir sur les figures).

Dans cette partie, les performances thermomécaniques et hygriques des mousses de chaux produites avec l'Hostapur OSB sont présentées. Cette série d'échantillons de mousses de chaux est réalisée avec une même composition, pour différents temps de malaxage.

### III.7.1. Performance thermique

La Figure III.54 montre les valeurs de la conductivité thermique des mousses de chaux obtenues comparées à celle de [10], par la méthode du fil chaud, pour une gamme de masse volumique allant de 500 jusqu'à 950 kg/m<sup>3</sup>. Les mousses de chaux présentent le même comportement que celui des mousses de gypse. L'évolution de la conductivité thermique est une fonction plutôt linéaire de la masse volumique apparente. L'ensemble des mousses présente une conductivité thermique inférieure à 0,2 W/(m.K), une valeur qui répond à l'objectif fixé dans notre étude.

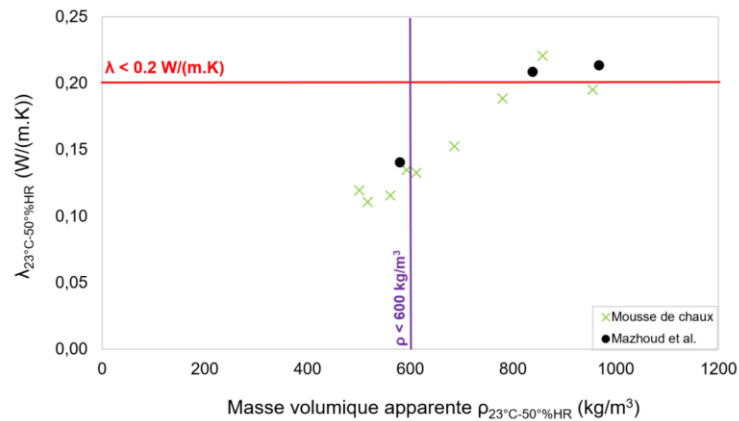


Figure III.54 : Conductivité thermique des mousses de chaux en fonction de la masse volumique apparente.

### III.7.2. Performance mécanique

La résistance à la compression des mousses de chaux a été également évaluée. La Figure III.55 montre que la résistance à la compression évolue d'une manière significative avec la masse volumique des mousses de chaux. Pour la gamme des masses volumiques étudiées, les résistances mécaniques varient entre 0,1 et 4,7 MPa. Les mousses ayant des masses volumiques inférieures à 600 kg/m<sup>3</sup> présentent une faible résistance à la compression < 1 MPa, ce qui ne satisfait pas le critère d'un matériau autoportant. Par contre des mousses ayant une plus grande masse volumique possèdent une résistance supérieure à 2 MPa. Ces mousses sont réalisées avec la même formulation mais un temps de moussage plus court (le volume de la mousse créée est moins important).

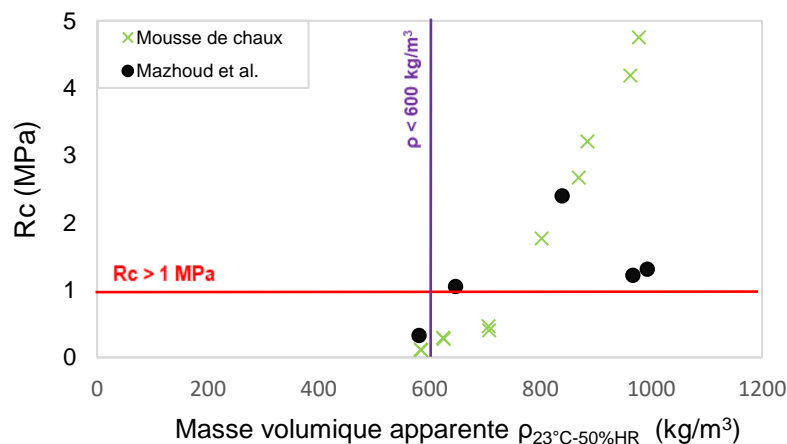


Figure III.55 : Résistances à la compression des mousses de chaux en fonction de la masse volumique.

### III.7.3. Performance hygrique

La Figure III.56 récapitule les valeurs MBV moyennes obtenues pour les mousses de chaux. La valeur du MBV se situent entre 1,99 et 2,4 g/(m<sup>2</sup>.%HR). Selon la classification du projet NORDTEST [162], les mousses de chaux sont d'excellents régulateurs d'humidité (MBV > 2 g/(m<sup>2</sup>.%HR)). Elles sont plus performantes que les mousses de gypse qui sont considérées comme des régulateurs modérés.

Cependant, elles présentent un comportement différent ; la valeur MBV diminue avec la masse volumique. Les plus faibles masses volumiques conduisent à des valeurs de MBV plus élevées, montrant l'intérêt d'une grande porosité totale. La légère dispersion des données des mousses minérales semble due aux différentes structures porales des mousses. Le lien entre les différents types de porosité du matériau et le MBV est étudié à l'aide du modèle proposé à l'occasion de la caractérisation des mousses de gypse.

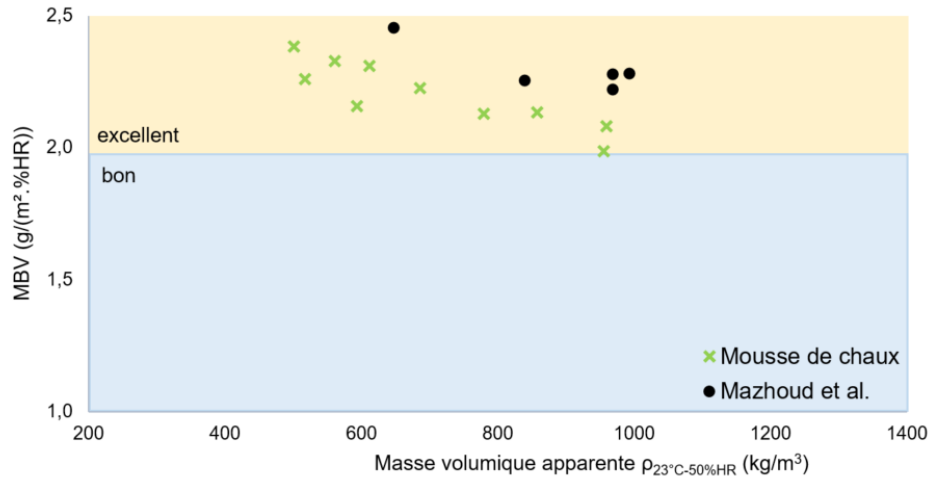


Figure III.56 : MBV des mousses de chaux en fonction de la masse volumique apparente.

Les porosités sont calculées de la même façon que pour les mousses de gypse. La Figure III.57 (a) montre que la variation du MBV en fonction de la porosité totale est logiquement symétrique à celle en fonction de la masse volumique apparente (Figure III.56). Les valeurs de MBV croissent avec la porosité de la mousse aqueuse et diminuent avec la porosité de la matrice (Figure III.57 (b & c)).

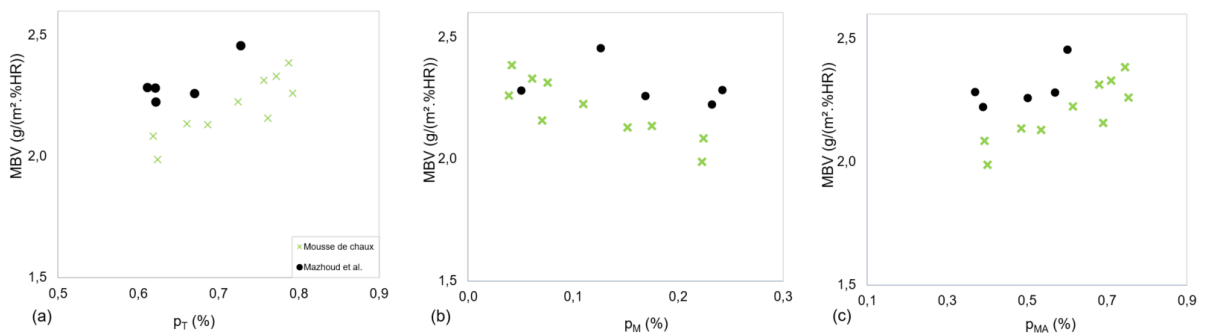


Figure III.57 : MBV versus la porosité totale  $p_T$  (a), porosité de la mousse aqueuse  $p_{MA}$  (b) et la porosité de la matrice  $p_M$  (c) des mousses de chaux

Pour les mousses de chaux, une augmentation de la porosité de la mousse aqueuse correspond à de meilleures performances hygriques des mousses de chaux, alors que les mousses de gypse ont de meilleures performances hygriques lorsque la porosité de la matrice augmente. Les visualisations au MEB réalisées sur les mousses permettent d'expliquer le comportement différent entre les deux types de mousses. La structure des mousses de chaux est plutôt polydisperse avec des bulles connectées, la porosité de la matrice est également importante avec des fissures observées sur la surface (Figure III.58).

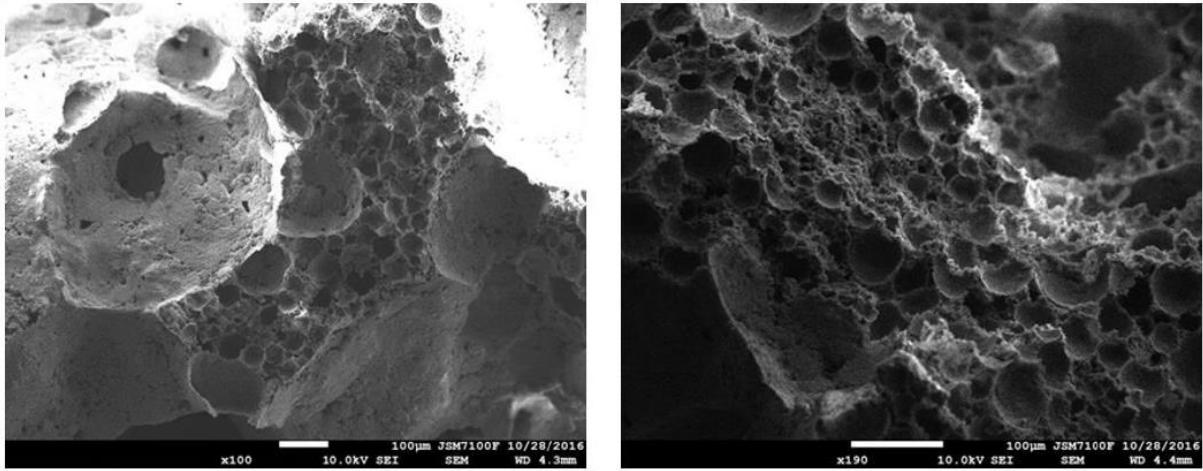


Figure III.58 : Visualisations au MEB sur des mousses de chaux – 100 µm

Comme montré pour les mousses de gypse, la structure porale des mousses conditionne la capacité du matériau à réguler l'humidité. Le modèle linéaire proposé pour les mousses de gypse est alors appliqué aux valeurs de MBV obtenues pour les mousses de chaux (Figure III.59). La courbe noire correspond à des porosités déterminées en considérant le modèle de la mousse minérale proposé dans cette étude. Les points expérimentaux s'ajustent remarquablement sur ce modèle. Les deux paramètres A et B associés à la porosité de la matrice (A) et à la porosité de la mousse aqueuse (B) sont ainsi calculés. Dans les deux cas, la contribution de la porosité de la matrice sur la capacité tampon hygrique est plus marquée (Tableau III.14). On peut donc constater qu'une variation du temps de malaxage, du dosage en tensioactif ou du taux de gâchage n'affecte pas de manière significative la performance hygrique (MBV) des mousses de chaux. Le même constat a été fait pour les mousses de gypse.

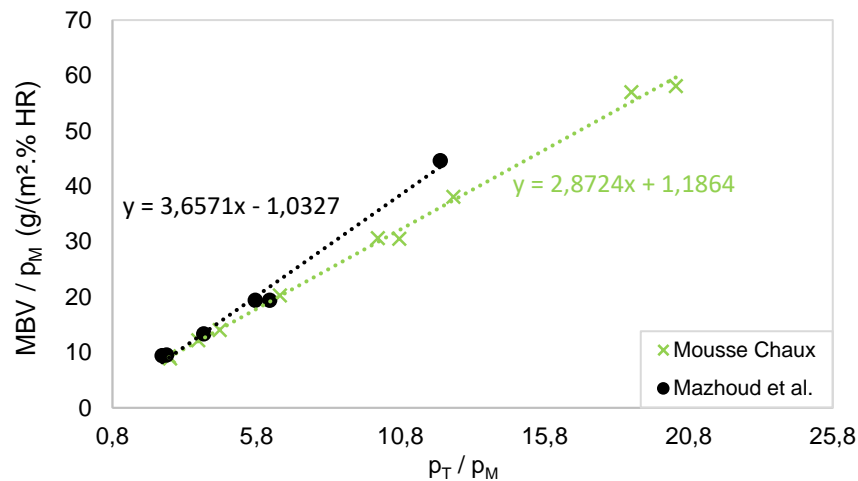


Figure III.59 : Relation entre MBV/p<sub>M</sub> en fonction de p<sub>T</sub>/p<sub>M</sub> des mousses de chaux.

Tableau III.14 : Les valeurs des paramètres A et B du modèle linéaire du MBV pour les mousses de chaux.

	A	B	A/B
Mousse de chaux	4,06	2,87	1,4
Mazhoud et al. [10]	3,66	2,62	0,8



### III.8 - Discussion et synthèse

La caractérisation de différentes propriétés d'usage des mousses de gypse et des mousses de chaux a été présentée dans ce chapitre. Les résultats obtenus en termes de conductivité thermique et de résistance mécanique sont regroupés et comparés avec les données de la littérature. Toutes les mousses obtenues avec des temps de moussage différents présentent une masse volumique durcie inférieure à  $600 \text{ kg/m}^3$ , valeur maximale ciblée. Les masses volumiques vont de 257 à  $611 \text{ kg/m}^3$ .

Dans le cas des mousses de gypse, la mise en relation de masse volumique des mousses fraîches avec la masse volumique des mêmes mousses durcies permet de constater que la quantité d'eau de gâchage captée par la matrice minérale correspond à la quantité d'eau nécessaire à l'hydratation du plâtre. La teneur en eau du gypse stabilisé à  $23^\circ\text{C}$  et 50%HR reste donc très basse, ce qui est confirmé lors de la comparaison des conductivités thermiques évaluées dans les mêmes conditions de conservation avec les conductivités mesurées au point sec, et à l'occasion de la mise en place de courbes de sorption de telles matrices.

En termes de respect des objectifs fixés pour cette étude, on note que, pour les mousses DFOSB et DFEA, un taux de gâchage minimum de 0,65 associé à un dosage supérieur à 0,02% OSB ou à 0,0625% EA sont nécessaires pour générer des mousses ayant une masse volumique apparente inférieure à  $600 \text{ kg/m}^3$ . La diminution du dosage en tensioactif se traduit systématiquement par une augmentation de la masse volumique apparente de la mousse durcie, le volume de mousse formée étant moins important.

Les visualisations MEB permettent de constater que les mousses DFOSB et DFEA présentent une structure porale similaire : homogène avec une connexion limitée entre les bulles, dont le diamètre maximal est de  $350 \mu\text{m}$ . La matrice solide est constituée d'aiguilles de gypse bien visibles et bien définies. Lorsque la masse volumique diminue (du fait d'un temps de malaxage long, d'un dosage en tensioactif plus grand ou d'un taux de gâchage plus élevé), la structure porale apparaît polydispersée avec des bulles plus connectées. La forme des cristaux de gypse dans la mousse EA est légèrement moins organisée ; des aiguilles plus fines sont observées comparativement à la mousse OSB.

La structure des mousses AB est différente : les connexions entre les bulles sont plus fréquentes et plus grandes et les aiguilles de gypse formées sont notablement plus courtes et épaisses.

Finalement, entre la méthode de pré-moussage et la méthode de moussage direct, la structure des pores semble peut-être modifiée. Les modifications principales portent sur la forme des cristaux et leur organisation, paramètres essentiellement liés à la nature du tensioactif qui visiblement affecte la cristallisation. On peut rappeler que AB présente un effet retardateur de prise notable.

Les résultats relatifs à l'évolution de la conductivité thermique des mousses de gypse (OSB, EA, AB et AB/OSB) et des mousses de chaux (croix verte) en fonction de la masse volumique durcie sont regroupés sur la Figure III.60. L'ensemble des mousses ayant une masse volumique inférieure à  $600 \text{ kg/m}^3$  présente une conductivité thermique inférieure à  $0,2 \text{ W/(m.K)}$ . Les mousses de chaux sont d'ailleurs caractérisées par une meilleure performance thermique que les mousses de gypse.

Lors de l'analyse des résultats nous avons pu constater que la porosité totale de ce type de mousses minérales est le facteur principalement influant vis-à-vis de la conductivité thermique. Il n'est pas possible de distinguer, à partir des données disponibles, une contribution différente de la porosité liée à la mousse aqueuse et de la porosité de la matrice. Cependant, la microstructure, et en particulier la forme des cristaux, améliore visiblement la conductivité thermique. Ainsi les cristaux moins élancés formés en présence de AB conduisent à une conductivité thermique réduite. Cet effet est certainement à associer à la part de conductivité thermique liée à la conduction solide au sein du matériau. Dans le cas de la chaux, produite avec un taux de gâchage voisin de celui du gypse, la microstructure des produits d'hydratation et de carbonatation conduit de la même façon à de meilleures conductivités thermiques.

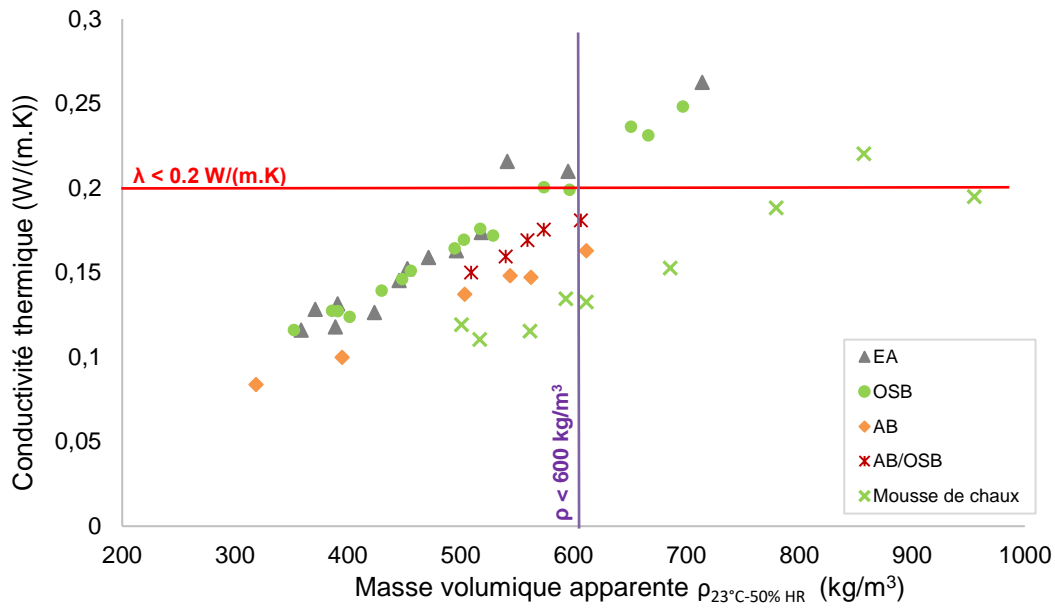
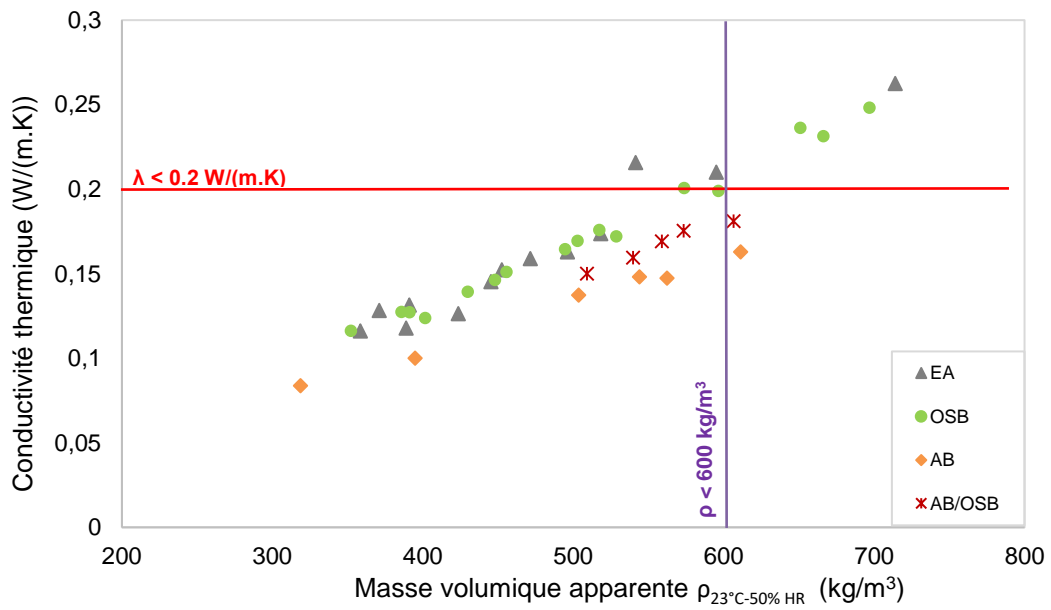


Figure III.60 : Les conductivités thermiques des mousses de gypse et chaux en fonction de la masse volumique apparente.



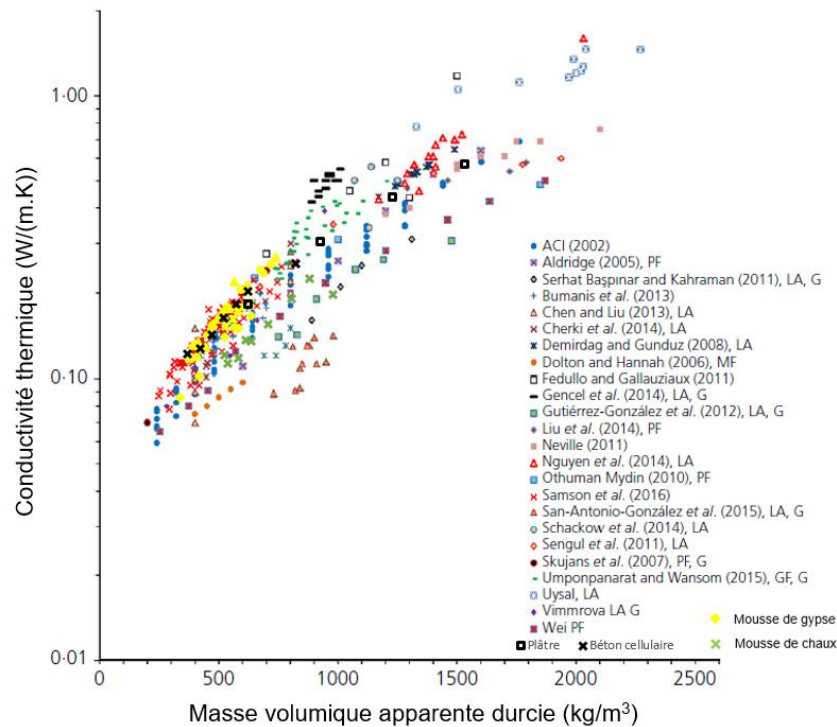


Figure III.61 : Comparaison des conductivités thermiques des mousses de gypse et chaux aux valeurs de la littérature-image modifié de [73] : symbole de forme carrée creux (couleur noir) □ correspond au plâtre [167] ; symbole de forme x (couleur noir) correspond au béton cellulaire [166].

Les conductivités thermiques obtenues pour les mousses de chaux et de gypse sont comparées aux valeurs trouvées dans la littérature pour différentes matrices minérales allégées (Figure III.61). Un très bon accord est obtenu entre nos résultats et les conductivités thermiques issues de la littérature. La tendance des mousses de gypse est similaire à celle du béton cellulaire et des mousses de kerysten [31] pour des masses volumiques similaires. Les valeurs obtenues sont satisfaisantes au regard des objectifs de notre étude.

Les performances mécaniques des mousses étudiées sont présentées Figure III.62. Les résistances mécaniques des mousses de gypse se situent entre 0,28 et 4 MPa et celles des mousses de chaux varient entre 0,11 et 4,75 MPa. A une masse volumique donnée, les mousses de chaux sont moins performantes mécaniquement alors que les masses volumiques des produits d'hydratation de ces deux matrices minérales sont assez semblables.

Les mousses de gypse produites avec l'OSB et l'EA présentent le meilleur comportement mécanique. Les mousses de chaux présentent le pire des comportements mécaniques. Les mousses PFAB et DFAB/OSB s'interposent entre ces deux réponses.

Vis-à-vis des performances mécaniques recherchées, on note que, pour les mousses de gypse DFOSB et DFEA, un taux de gâchage inférieur à 0,65 associé à un dosage inférieur à 0,06% OSB ou inférieur à 0,20% EA sont nécessaires pour atteindre des résistances à la compression supérieures à 1 MPa. Un dosage en AB inférieur à 1% semble être un critère aussi satisfaisant. Par contre aucune mousse de chaux ne satisfait le critère de résistance associé à celui de la masse volumique.

Finalement seules quelques mousses de gypse avec des masses volumiques inférieures à 600 kg/m<sup>3</sup> présentent une résistance à la compression supérieure à 1 MPa.

Pour une masse volumique ciblée, les mousses DFOSB et DFEA qui sont caractérisées par des microstructures assez semblables présentent le même comportement : une résistance en compression élevée mais également une conductivité thermique élevée. Bien que les mousses PFAB et DFAB/OSB présentent une conductivité thermique optimale, elles sont moins performantes mécaniquement, l'albumine affectant la cristallisation.

Les différents paramètres de caractérisation du comportement mécanique évalués sur les différentes mousses minérales conduisent aux constats suivants :

- Les modules acoustiques suivent la même évolution que les résistances mécaniques et présentent une parfaite corrélation avec les modules mécaniques identifiés dans le domaine élastique réversible du comportement. Les tests acoustiques sont donc suffisants pour évaluer les performances mécaniques des mousses minérales, l'avantage étant qu'il s'agit de tests non destructifs.
- Le module apparent mesuré lors des essais de compression reste difficile à exploiter en raison d'un comportement compactant, systématiquement constaté pour les mousses minérales.

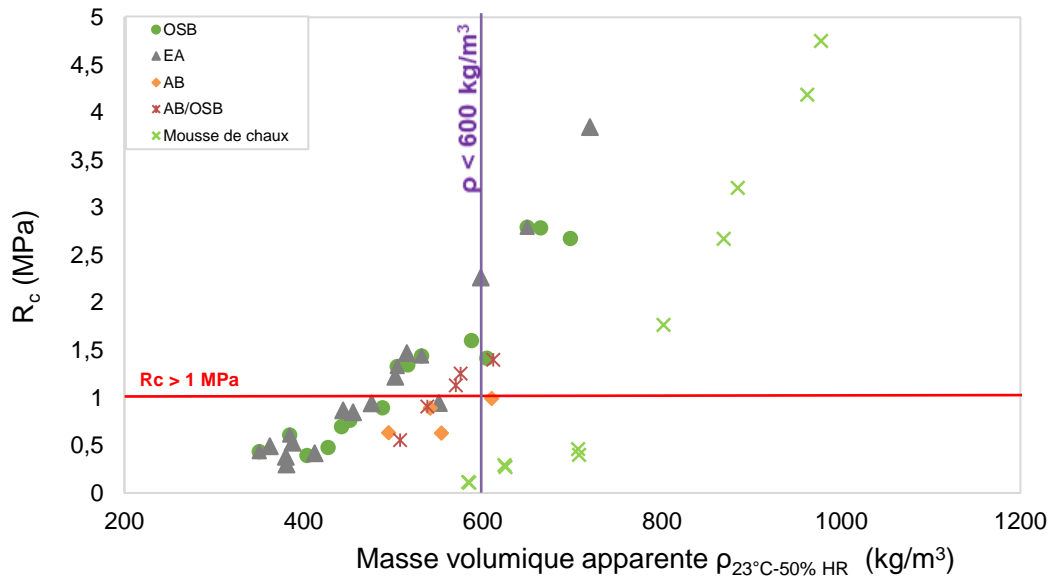
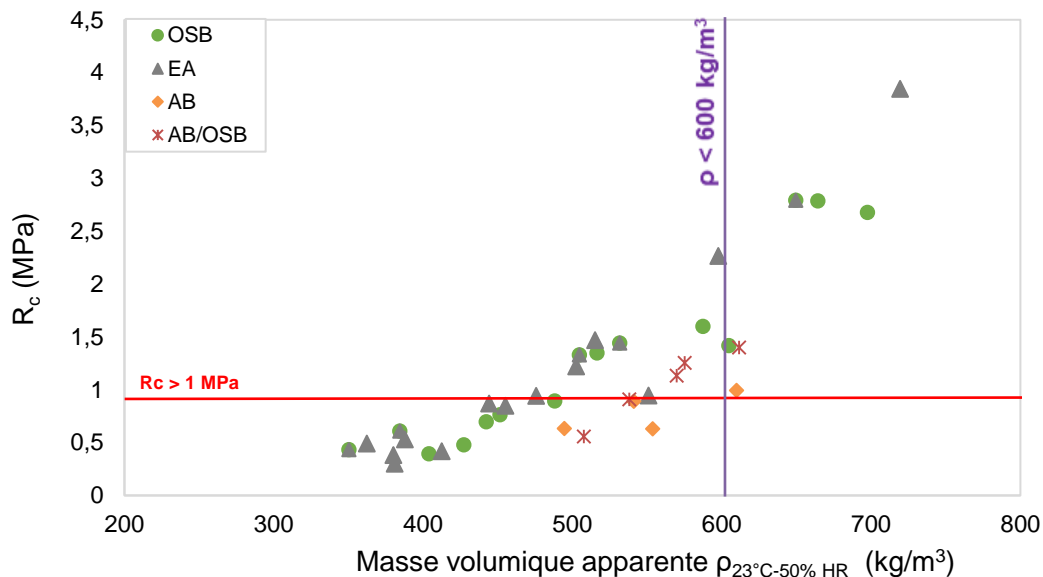


Figure III.62: Résistances mécaniques des mousses de gypse et de chaux en fonction de la masse volumique apparente.



Les résultats mécaniques obtenus sont également comparés à ceux identifiés dans la littérature pour différentes matrices minérales allégées. La Figure III.63 montre une cohérence entre les résistances identifiées pour les mousses de gypse et les valeurs obtenues pour différents bétons légers dans la littérature. En particulier, on peut constater que nos résultats s'interposent entre ceux de Samson et al. [31] correspondant à des mousses de Kerysten (même matrice minérale moussée selon une technique différente) et ceux de Çolak [52] (mousses de gypse obtenues par moussage direct). Les mousses de chaux présentent les performances mécaniques parmi les moins bonnes.

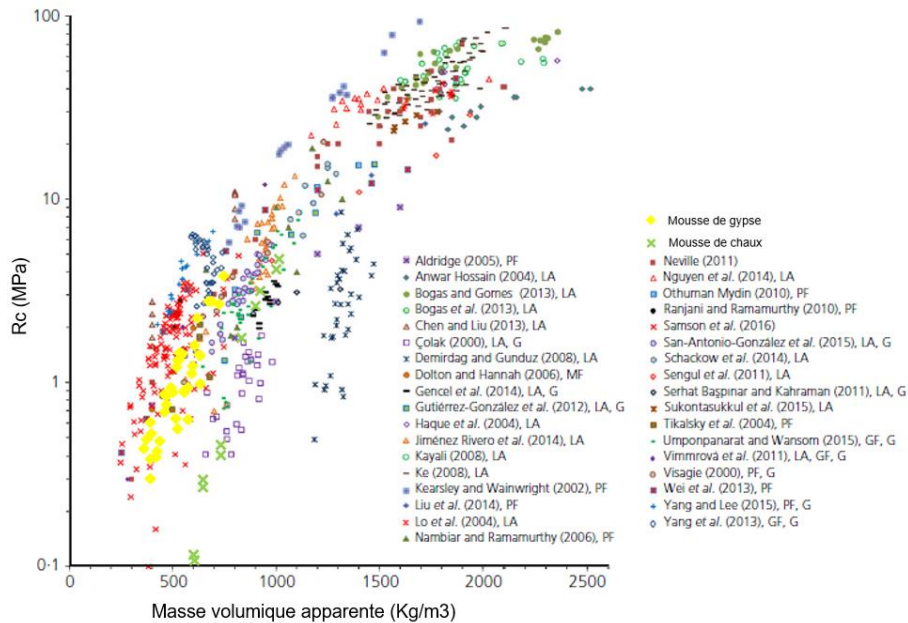


Figure III.63: Comparaison des résistances mécaniques des mousses de gypse (croix jaune) et de chaux (croix verte) aux valeurs de la littérature-(image modifiée de [73]).

Les études caractérisant les performances hygriques des mousses minérales sont peu nombreuses. Certaines montrent que le gypse non moussé est classé comme un régulateur d'humidité limité ( $MBV < 0,5$ ), ce qui est également le cas pour le ciment et la céramique (brique). Les valeurs de MBV obtenues sur l'ensemble des mousses de gypse testées varie entre 0,5 et 1  $g/(m^2.\%HR)$ . Selon la classification du projet NORDTEST [162], ces mousses sont considérées comme des régulateurs d'humidité modérés. L'évolution du MBV est plutôt croissante avec la masse volumique apparente pour les mousses OSB, EA et AB. Pour les mousses AB/OSB, les valeurs de MBV sont presque identiques alors que les masses volumiques diffèrent.

Les mousses de chaux présentent une meilleure performance hygrique que les mousses de gypse avec une valeur moyenne de 2,2  $g/(m^2.HR\%)$  qui, selon la classification du projet NORDTEST [162], permet de les considérer comme d'excellents régulateurs d'humidité. Cette valeur est proche de la valeur obtenue par [175] pour la chaux mélangée avec des granulats de chanvre (chènevotte) et pour le béton de paille de colza. L'évolution du MBV des mousses de chaux est plutôt décroissante avec la masse volumique apparente.

La Figure III.64 compare les valeurs de MBV des mousses étudiées, aux valeurs présentées dans la littérature pour des matériaux utilisés fréquemment en construction.

La meilleure performance hygrique est obtenue avec les matériaux biosourcés en raison de leur forte porosité et perméabilité ainsi que la forte hygroscopicité des matières cellulosiques les composant. Un comportement intermédiaire est obtenu avec le béton biosourcé, généralement mélange de chaux et de matériaux biosourcés. Les résultats très satisfaisants obtenus sur les mousses de chaux permettent de montrer que ce type de liant reste un contributeur non négligeable dans la valeur de MBV de bétons biosourcés, généralement dosés à 2 parts pondérales de chaux pour une part de granulats biosourcés (chènevotte par exemple).

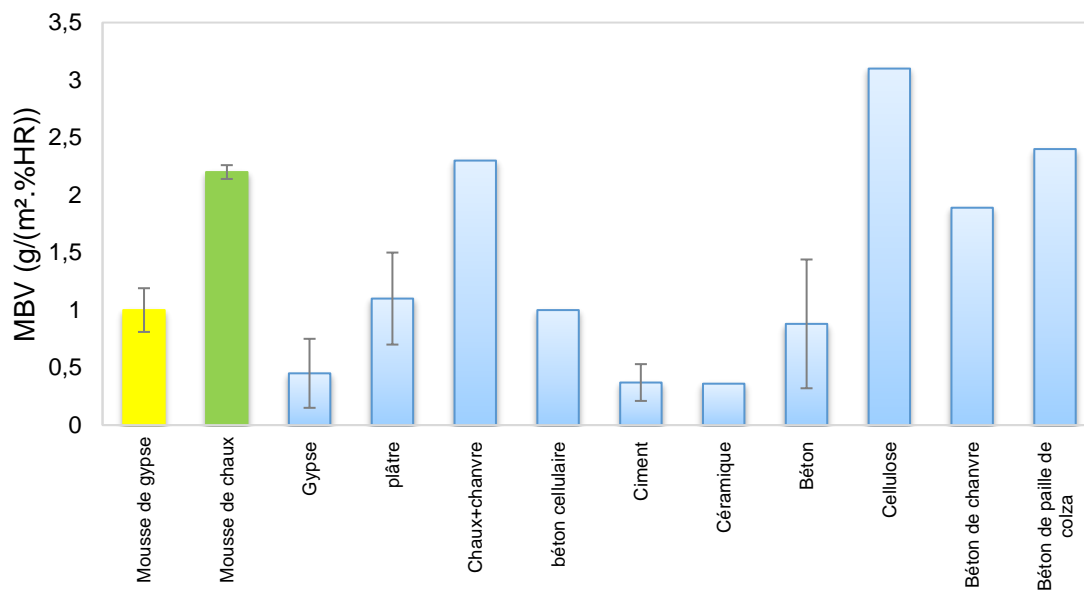


Figure III.64: Comparaison de la capacité tampon hygrique (MBV) des mousses de gypse et chaux aux valeurs de la littérature pour différents matériaux: Gypse [162], [176], [177] ; Plâtre [178], [179] ; Chaux-Chanvre [175] ; Béton cellulaire [162] ; Ciment [180] ; Céramique [181] ; Béton [162], [182] ; Cellulose [81] ; Béton Chanvre [182]–[184] ; Béton Colza [182].

Afin de mieux comprendre comment le MBV peut être modifié par la structure porale des mousses minérales, un modèle linéaire reliant le MBV à la porosité de la mousse aqueuse et à la porosité de la matrice est utilisé. Il apparaît que la porosité de la matrice est pratiquement deux fois plus impactante sur le MBV que la porosité liée à la mousse aqueuse pour les deux liants étudiés.

Physiquement la valeur MBV est liée à la capacité du matériau à adsorber et désorber de l'eau ainsi qu'à la capacité de la vapeur d'eau à s'insinuer dans la porosité connectée et atteindre un maximum de surface. L'adsorption d'eau sur la matrice solide est caractérisée par la courbe de sorption du matériau et la pénétration de la vapeur d'eau par la perméabilité à la vapeur. Relier la valeur MBV à la porosité de la matrice et à la porosité liée à la mousse aqueuse est donc une façon indirecte de retraduire ces phénomènes. La porosité de la matrice représente indirectement la quantité de surface de particules solides accessible aux molécules d'eau, alors que la porosité liée à la mousse aqueuse retraduit la porosité communicante induite par les connexions entre bulles, favorable à l'augmentation de la perméabilité à la vapeur.

Paradoxalement, la valeur du MBV peut être améliorée en privilégiant l'augmentation de la porosité de la matrice à une augmentation de la porosité de la mousse aqueuse. Un moussage important n'est donc pas un gage d'une bonne capacité hygrique.

La mesure de la perméabilité à la vapeur de différentes mousses n'a pas été réalisée directement. Par contre, l'utilisation d'un outil numérique de simulation des transferts hygrothermiques dans un matériau poreux a été utilisé pour exploiter les données expérimentales du début de l'essai MBV afin d'identifier par ajustement la valeur de la perméabilité à la vapeur d'eau. Une sélection de mousses de gypse a été caractérisée. Les valeurs obtenues évoluent entre  $1,5$  et  $2 \cdot 10^{-11}$  ( $\text{kg}/(\text{m} \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ ) ce qui correspond à des facteurs de résistance à la diffusion de vapeur d'eau  $\mu$  (rapport entre la perméabilité à la vapeur d'eau  $\delta a$  de l'air et la perméabilité à la vapeur d'eau  $\delta p$  du matériau) compris entre 10 et 13. Ces valeurs sont légèrement plus élevées que ce qui est proposé en bibliothèque de matériaux pour le gypse ( $\mu$  entre 5 et 10) mais cohérente avec les mesures de [170].

Pour la mesure de la perméabilité à l'air des mousses minérales, un montage astucieux reposant sur la mesure d'un gradient de pression plaçant l'échantillon en dépression a pu être utilisé. L'avantage de ce montage est de ne pas confiner les échantillons, ce qui les aurait dégradés. Pour le dépouillement des mesures sur mousses de gypse, l'écoulement de l'air à travers les mousses minérales est considéré, après validation, laminaire visqueux sans effet de glissement contre les parois. La perméabilité intrinsèque, mesurée à l'état sec, varie de  $0,106 \cdot 10^{-11}$  à  $1,26 \cdot 10^{-11}$   $\text{m}^2$  pour toutes les mousses de gypse étudiées. Globalement, elle diminue avec la masse volumique durcie et donc croît avec la porosité totale.



L'ensemble des résultats obtenus nous a permis d'évaluer l'effet du temps de moussage, du dosage en tensioactif et du taux de gâchage sur les propriétés thermiques, mécaniques et hygriques des mousses minérales. Un lien a pu être identifié entre ces propriétés et la structure des pores et de la matrice minérale. Afin de compléter cette étude et de confirmer les effets de structure, il est important de mieux caractériser la structure des pores des mousses minérales comme on l'a fait pour les mousses aqueuses. L'objectif est d'estimer les rayons moyens et de Sauter des pores au sein des mousses minérales durcies et de suivre l'évolution de ces paramètres géométriques en fonction des conditions de moussage (temps de moussage, dosage en tensioactif, taux de gâchage).

### III.9 - Références

- [10] B. Mazhoud, M. Viel, F. Collet, A. Phelipot-Mardelé, C. Lanos, et S. Prétot, « Is hemp lime concrete a mix of hemp and lime? », *Academic Journal of Civil Engineering*, p. 422-431, juin 2017, doi: 10.26168/ICBBM2017.64.
- [31] G. Samson, A. Phelipot-Mardelé, et C. Lanos, « Thermal and mechanical properties of gypsum–cement foam concrete: effects of surfactant », *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, p. 1502-1521, avr. 2016, doi: 10.1080/19648189.2016.1177601.
- [52] A. Çolak, « Density and strength characteristics of foamed gypsum », *Cement and Concrete Composites*, vol. 22, n° 3, p. 193–200, juin 2000, doi: 10.1016/S0958-9465(00)00008-1.
- [73] G. Samson, A. Phelipot-Mardelé, et C. Lanos, « A review of thermomechanical properties of lightweight concrete », *Magazine of Concrete Research*, vol. 69, n° 4, p. 201–216, févr. 2017, doi: 10.1680/jmacr.16.00324.
- [162] C. Rode *et al.*, « Moisture Buffering of Building Materials, Technical report », Technical University of Denmark, BYG Report, No. R-127, 2005.
- [163] C. Auvray, F. Homand, D. Hoxha, et C. Didier, « Influence du temps sur le comportement du gypse », *Colloque International Après-mine*, Nancy, France, Fev 2003.
- [164] P. M. Dranchuk et S. Sadiq, « The Interpretation of Permeability Measurements », *Journal of Canadian Petroleum Technology*, vol. 4, n° 03, p. 130-133, juill. 1965, doi: 10.2118/65-03-03.
- [165] L. J. Klinkenberg, « The Permeability Of Porous Media To Liquids And Gases », présenté à Drilling and Production Practice, janv. 1941.
- [166] N. Fatré, « Construction et travaux publics | Les superstructures du bâtiment-Béton cellulaire autoclavé dans la construction », *Techniques de l'ingénieur*, nov. 10, 2013.
- [167] D. Dalignad, « Construction et travaux publics | Les superstructures du bâtiment-Plâtre », *Techniques de l'ingénieur*, mai 10, 2002.
- [168] H. M. Künzle, « Simultaneous heat and moisture transport in building components », *One-and two-dimensional calculation using simple parameters. IRB-Verlag Stuttgart*, vol. 65, 1995.
- [169] S. Brunauer, P. H. Emmett, et E. Teller, « Adsorption of gases in multimolecular layers », *Journal of the American chemical society*, vol. 60, n° 2, p. 309-319, 1938.
- [170] A. Ronzino et V. Corrado, « Measuring the Hygroscopic Properties of Porous Media in Transient Regime. From the Material Level to the Whole Building HAM Simulation of a Coated Room », *Energy Procedia*, vol. 78, p. 1501-1506, nov. 2015, doi: 10.1016/j.egypro.2015.11.177.
- [171] H. Loosveldt, Z. Lafhaj, et F. Skoczylas, « Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar », *Cement and Concrete Research*, vol. 32, n° 9, p. 1357-1363, sept. 2002, doi: 10.1016/S0008-8846(02)00793-7.
- [172] H. Shi, B. Xu, et X. Zhou, « Influence of mineral admixtures on compressive strength, gas permeability and carbonation of high performance concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 23, n° 5, p. 1980-1985, mai 2009, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2008.08.021.
- [173] A. A. Hamami, Ph. Turcry, et A. Aït-Mokhtar, « Influence of mix proportions on microstructure and gas permeability of cement pastes and mortars », *Cement and Concrete Research*, vol. 42, n° 2, p. 490-498, févr. 2012, doi: 10.1016/j.cemconres.2011.11.019.
- [174] A. Zambon, « Formulation et caractérisation physique d'un béton léger de mousse et à base d'argile: valorisation des sédiments fins de dragage », Thèse, Université de Bordeaux, 2018.
- [175] M. Palumbo, A. M. Lacasta, N. Holcroft, A. Shea, et P. Walker, « Determination of hygrothermal parameters of experimental and commercial bio-based insulation materials », *Construction and Building Materials*, vol. 124, p. 269-275, oct. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.07.106.
- [176] N. M. M. Ramos, J. M. P. Q. Delgado, et V. P. de Freitas, « Influence of finishing coatings on hygroscopic moisture buffering in building elements », *Construction and Building Materials*, vol. 24, n° 12, p. 2590-2597, déc. 2010, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2010.05.017.
- [177] S. Cerolini, M. D'Orazio, C. Di Perna, et A. Stazi, « Moisture buffering capacity of highly absorbing materials », *Energy and Buildings*, vol. 41, n° 2, p. 164-168, févr. 2009, doi: 10.1016/j.enbuild.2008.08.006.
- [178] E. Latif, M. Lawrence, A. Shea, et P. Walker, « Moisture buffer potential of experimental wall assemblies incorporating formulated hemp-lime », *Building and Environment*, vol. 93, p. 199-209, nov. 2015, doi: 10.1016/j.buildenv.2015.07.011.
- [179] F. McGregor, A. Heath, A. Shea, et M. Lawrence, « The moisture buffering capacity of unfired clay masonry », *Building and Environment*, vol. 82, p. 599-607, déc. 2014, doi: 10.1016/j.buildenv.2014.09.027.

- [180] Y. Wu, G. Gong, C. W. Yu, et Z. Huang, « Proposing ultimate moisture buffering value (UMBV) for characterization of composite porous mortars », *Construction and Building Materials*, vol. 82, p. 81-88, mai 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.02.058.
- [181] H. Zhang, H. Yoshino, A. Iwamae, et K. Hasegawa, « Investigating simultaneous transport of heat and moisture in hygroscopic materials by a semi-conjugate CFD-coupled approach », *Building and Environment*, vol. 90, p. 125-135, août 2015, doi: 10.1016/j.buildenv.2015.03.028.
- [182] M. Rahim *et al.*, « Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity », *Energy and Buildings*, vol. 88, p. 91-99, févr. 2015, doi: 10.1016/j.enbuild.2014.11.043.
- [183] T. Colinart, D. Lelievre, et P. Glouannec, « Experimental and numerical analysis of the transient hygrothermal behavior of multilayered hemp concrete wall », *Energy and Buildings*, vol. 112, p. 1-11, janv. 2016, doi: 10.1016/j.enbuild.2015.11.027.
- [184] F. Collet, J. Chamoin, S. Pretot, et C. Lanos, « Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes », *Energy and Buildings*, vol. 62, p. 294-303, juill. 2013, doi: 10.1016/j.enbuild.2013.03.010.



## Chapitre IV : Structure porale

---

### Sommaire

---

IV.1 -	Introduction .....	150
IV.2 -	Structure des pores analysée par visualisation MEB .....	151
IV.3 -	Analyse de la structure des pores des mousses de gypse .....	152
IV.4 -	Ajustement d'un modèle de perméabilité .....	164
IV.5 -	Comparaison des structures porales des mousses aqueuses et minérales .....	167
IV.6 -	Conclusions .....	171
IV.7 -	Références .....	172

---





## IV.1 - Introduction

L'évaluation des propriétés d'usage des mousses minérales à l'état durci a été présentée dans le chapitre III. Les résultats ont montré que les propriétés thermiques, hygriques et mécaniques sont affectées par plusieurs paramètres : le temps de malaxage, le rapport E/L et, la nature et le dosage en tensioactif. L'évolution des performances des mousses minérales est essentiellement associée à la porosité totale. Toutefois, l'évolution de la structure des pores (taille et connexion des pores) peut modifier certaines propriétés telles que la valeur MBV ou encore la perméabilité à l'air. Mieux caractériser la structure des pores à l'état durci et identifier précisément la distribution des bulles et de leur taille est donc nécessaire. Ce travail est présenté dans ce chapitre.

Dans un premier temps, les caractéristiques géométriques de la structure porale, identifiée à l'occasion de l'analyse des visualisations au MEB, sont rassemblées.

Dans un second temps, la surface de coupe des mousses minérales est étudiée à l'aide d'un scanner 3D. Le protocole de numérisation mis en place permet d'analyser la structure des pores présents au cœur des échantillons de mousses minérales. Les images obtenues sont traitées avec une résolution choisie afin d'identifier la distribution en taille des bulles.

En appliquant par la suite une analyse de la structure porale semblable à celle réalisée sur les mousses aqueuses, il est possible de calculer le rayon moyen ( $r_{\text{moyen}}$ ), le rayon de sauter ( $r_{32}$ ) et l'indice de polydispersité PI des mousses minérales étudiées.

Les paramètres caractéristiques de la distribution alvéolaire ainsi identifiées permettent d'évaluer l'incidence du temps de malaxage, du rapport E/L et du dosage en tensioactif. Ces données permettent aussi de confronter un modèle de perméabilité à l'air, aux mesures expérimentales présentées dans le chapitre précédent.

Cette analyse de la structure porale des mousses minérales durcie permet finalement d'étayer le lien entre la structure des mousses aqueuses étudiée dans le chapitre II et la structure des mousses minérales étudiée dans ce chapitre.

## IV.2 - Structure des pores analysée par visualisation MEB

La structure porale étudiée sur une coupe d'une sélection de mousses de gypse à l'état durci a été présentée dans le chapitre III. Les tailles de pores et leur connectivité ont été systématiquement évaluées. Ces constats sont rassemblés dans le Tableau IV.1, structuré de façon à mieux comprendre l'effet du temps de malaxage, des dosages en adjuvant et du taux de gâchage.

Le nombre de connexion moyen constaté par bulle, noté  $N_0$  ainsi que le diamètre de ces connexions, le diamètre des bulles sont renseignés.

Tableau IV.1 : Paramètres liés à la structure des pores déduits des observations au MEB de la structure de certaines mousses de gypse à l'état durci.

Echantillons de référence	Effet du temps de malaxage		Effet du dosage en tensioactif	Effet du rapport E/L	
	Augmentation			Augmentation	Diminution
DFOSB4 0,08% OSB 5 min E/L = 0,7	Structure homogène	Masse volumique diminue Structure polydisperse	<u>Diminution du dosage :</u> Masse volumique augmente Structure polydisperse, moins poreuse et plus fermée	Masse volumique diminue Structure polydisperse	Masse volumique augmente Structure moins poreuse et plus fermée
	Connexions entre les bulles limitées $N_0 = 2$ à $3$ , diamètre $20$ à $60 \mu\text{m}$ Taille de bulle max $350 \mu\text{m}$	Bulles plus connectées $N_0 = 3$ à $5$ , de diamètre $20$ à $100 \mu\text{m}$ Taille de bulle max $500 \mu\text{m}$ .	Connexions très limitées $N_0 = 1$ à $2$ de diamètre $20$ à $50 \mu\text{m}$ Taille de bulle $200 \mu\text{m}$	Connexions importantes entre les bulles $N_0 = 2$ à $5$ de diamètre $25$ à $100 \mu\text{m}$ Taille des bulles plus grande $500 \mu\text{m}$ La forme des cristaux est peu altérée	Connexions très limitées $N_0 \text{ max} = 1$ à $2$ de diamètre $15$ à $45 \mu\text{m}$ Taille des bulles plus petite $330 \mu\text{m}$ La forme des cristaux est peu altérée
DFEA4 0,25% EA 5 min E/L = 0,7	Structure homogène	Structure polydisperse	<u>Diminution du dosage :</u> Masse volumique diminue Structure polydisperse	Masse volumique diminue Structure polydisperse	Masse volumique augmente Structure polydisperse et plus fermée
	Connexions limitées $N_0 = 2$ à $3$ , de diamètre $20$ à $70 \mu\text{m}$ Taille de bulle max $300 \mu\text{m}$	Plus de connexions $N_0 = 3$ à $5$ , de diamètre $37$ à $100 \mu\text{m}$ Taille de bulle $500 \mu\text{m}$ .	Connexions limitées $N_0 = 2$ à $3$ , de diamètre $30$ à $50 \mu\text{m}$ Taille de bulle $500 \mu\text{m}$  <u>Augmentation du dosage :</u> mousse plus ouverte (taille de bulle $550 \mu\text{m}$ ) avec $N_0$ min = $2$ à $5$ (diamètre de $40$ à $105 \mu\text{m}$ )	Connexions importante $N_0 = 2$ à $5$ , de diamètre $30$ à $100 \mu\text{m}$ Taille des bulles plus grande $500 \mu\text{m}$ Forme des cristaux peu altérée	Connexions très limitées $N_0 = 1$ à $2$ , de diamètre $15$ à $45 \mu\text{m}$ Taille des bulles plus petite $350 \mu\text{m}$ Forme des cristaux peu altérée
PFAB1 2% AB 7 min E/L = 0,7	Structure homogène Connexion importante et plus grande que celle des mousses DFOSB et DFEA	Structure homogène Connexion moins significative mais plus grande que celle des mousses DFOSB et DFEA	-	-	-
	$N_0 = 3$ à $5$ , de diamètre $40$ à $110 \mu\text{m}$ Taille de bulle $200 \mu\text{m}$ Aiguilles de gypse plus courtes et plus épaisses Couchage des aiguilles à la surface des bulles moins net	$N_0 = 2$ à $3$ , de diamètre $50$ à $110 \mu\text{m}$ Taille de bulle $300 \mu\text{m}$ Aiguilles de gypse plus courtes et plus épaisses			
DFAB/OSB 0,06% OSB + 1% AB 7 min E/L = 0,7	Structure homogène Connexion limitée $N_0 = 1$ à $3$ , de diamètre $70$ à $100 \mu\text{m}$ Taille de bulle max $300 \mu\text{m}$ Aiguilles de gypse plus courtes et plus épaisses	-	<u>Augmentation du dosage en AB :</u> Masse volumique diminue Structure plutôt polydisperse Connexion plus grande $N_0 = 2$ à $3$ , de diamètre $50$ à $110 \mu\text{m}$ Taille de bulle $300 \mu\text{m}$ Matrice est plus compacte	-	-

### IV.3 - Analyse de la structure des pores des mousses de gypse

#### IV.3.1. Echantillons étudiés

La section supérieure des échantillons cylindriques des mousses minérales est sélectionnée pour l'étude de façon à identifier la structure des pores sur une coupe qui soit représentative de la structure porale au cœur des échantillons. Ces sections ont été utilisées pour les mesures de conductivité thermique (cf. Figure III.1).

Tableau IV.2: Caractéristiques des mousses de gypse étudiées.

Mousse	Temps de malaxage (min)	d (%)	E/L	$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho_T$ (%)	$\lambda$ (W/(m.K))	$R_c$ (MPa)	$E_{m\acute{e}canique}$ (MPa)
DFOSB1	2	0,08	0,7	583,11	74,87%	0,22	1,42	1514,26
DFOSB4	5	0,08	0,7	448,14	80,68%	0,146	0,70	710,53
DFOSB5	7	0,08	0,7	439,33	81,06%	0,139	0,48	544,20
DFOSB7	5	0,04	0,7	504,63	78,25%	0,169	1,33	840,9
DFOSB8	5	0,02	0,7	521,76	77,51%	0,176	1,35	1038,01
DFOSB9	5	0,01	0,7	718,41	69,03%	0,236	2,79	1756,38
DFOSB10	5	0,08	0,6	725,11	68,75%	0,248	2,68	1584,25
DFOSB14	5	0,08	0,75	372,93	83,93%	0,127	0,61	565,41
DFOSB15	5	0,08	0,8	366,44	84,21%	0,116	0,43	636,65
DFEA1	2	0,25	0,7	541,44	76,66%	0,216	0,94	1063,86
DFEA4	5	0,25	0,7	461,37	80,11%	0,145	0,87	837,45
DFEA5	9	0,25	0,7	413,72	82,17%	0,126	0,42	559,59
DFEA7	5	0,5	0,7	385,54	83,38%	0,128	0,38	-
DFEA8	5	0,125	0,7	526,89	77,29%	0,174	1,47	1105,42
DFEA9	5	0,0625	0,7	609,20	73,74%	0,210	2,26	1468,90
DFEA10	5	0,25	0,6	718,29	69,04%	0,262	3,85	1964,76
DFEA13	5	0,25	0,8	374,68	83,85%	0,116	0,49	591,26
PFAB1	7	2	0,7	527,85	77,25%	0,137	0,63	545,00
PFAB4	20	2	0,7	636,52	72,56%	0,163	0,99	841,20
DFAB/OSB2	7	0,06% OSB et 1% AB	0,7	606,67	73,85%	0,181	1,40	810,50
DFAB/OSB5	7	0,08% OSB et 2% AB	0,7	509,25	78,05%	0,150	0,56	544,09

#### IV.3.2. Technique d'analyse

L'analyse de la structure porale des mousses minérales de gypse est réalisée à l'aide d'un scanner HandyScan 3D de chez CREAFORM® (Figure IV.1). Ce scanner permet la création automatique d'un champ de points à partir d'une mesure reposant sur l'interférométrie lasers. La caméra est reliée à un ordinateur qui enregistre la numérisation. Le nuage de points permet de générer un maillage qui permet de caractériser ensuite la géométrie de l'objet étudié. Le logiciel associé au scanner permet différents traitements du maillage tels que des mesures de volumes, des mesures de surface sur des coupes...



Figure IV.1 : Appareil HandyScan 3D : Les deux caméras du scanner (gauche); Scan d'un échantillon lors d'un essai mécanique (droite).

Avant de démarrer le scan, un étalonnage est fait avec une plaque d'étalonnage fournie avec l'appareil. La plaque d'étalonnage doit être placée sur une surface plane, le scanner est ensuite placé à différentes positions au-dessus de cette plaque. 10 mesures sont nécessaires pour l'étalonnage, afin de garantir la précision de la mesure.

La distance nominale de travail du scanner est de 30 cm. Son champ de vision s'étend de 30 à 55 cm. Un indicateur de distance est représenté par une évolution des couleurs de lumières LED situées sur la partie supérieure du scanner (Figure IV.2). Une perte de repérage est observée si le scanner est trop éloigné (couleur bleue) ou trop près de la surface scannée (couleur rouge/jaune). Il est également possible de changer le mode de scan : le mode croix laser et le mode ligne laser simple. Ce dernier permet d'acquérir des données plus précises, ce qui est avantageux dans notre étude, pour l'étude des tailles de pores.



Figure IV.2 : Les indicateurs de distance entre le scanner et l'échantillon durant le scan.

### IV.3.3. Numérisation et traitement de maillage

Une fois que l'appareil est étalonné, la numérisation peut commencer (Figure IV.3). L'échantillon doit toujours être scanné par rapport à une référence. C'est pourquoi nous avons utilisé une plaque de bois de couleur blanc mat, sur laquelle des cibles de positionnement (disque noir/blanc) sont fixées. Les distances entre les cibles varient entre 5 et 10 cm. Ces cibles permettent de générer un repère dans lequel le scanner se positionne dans l'espace par rapport à la surface numérisée. Elles sont scannées avant le démarrage de la numérisation de la surface afin de générer ce repère de positionnement. Afin de réaliser des mesures très précises, une zone circulaire de 18 mm de diamètre est scannée, elle est matérialisée par une plaque métallique très fine percée en son centre et placée sur l'échantillon. La numérisation se fait en répétant les passages du laser sur la surface de l'échantillon et après vérification à l'écran que la surface de tous les pores soit bien scannée. La résolution du scan est imposée à 0,025 mm pour la mesure et à 0,1 mm pour le maillage pour toutes les numérisations. Les deux images correspondant à la même zone scannée sont fusionnées.

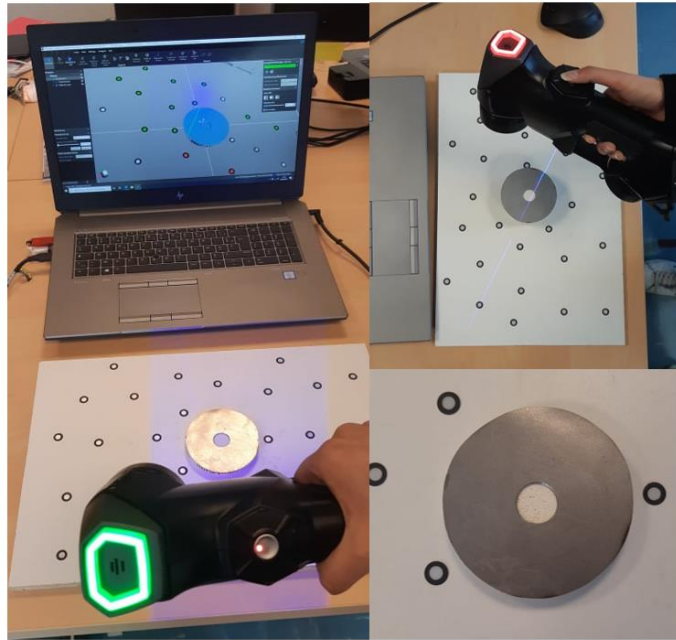


Figure IV.3 : La numérisation d'une zone définie de la surface de la mousse minérale.

Une fois que la numérisation est finalisée avec le logiciel VXscan, les données acquises sont utilisées pour créer un maillage de triangles (Figure IV.4 gauche). Ce maillage peut être traité avec le logiciel VXModel qui permet d'éliminer les éléments scannés non désirés, appelés parcelles isolées. Il permet aussi de combler des trous impossibles à scanner du fait de leur position par rapport au rayon du laser. Le maillage obtenu permet d'avoir une visualisation primaire de la structure porale. Il est parfois difficile de distinguer les pores, en particulier lorsque les connexions entre pores sont très développées. Sur la Figure IV.4 (centre), un plan référence (en jaune) est créé en sélectionnant plusieurs points de la surface scannée (en gris les points situés au-dessus du plan et en jaune foncé les points situés en-dessous). Nous avons ensuite généré plusieurs plans de section, parallèles au plan de référence. Situés sous ce plan, ils permettent de bien distinguer les pores et leurs connexions.

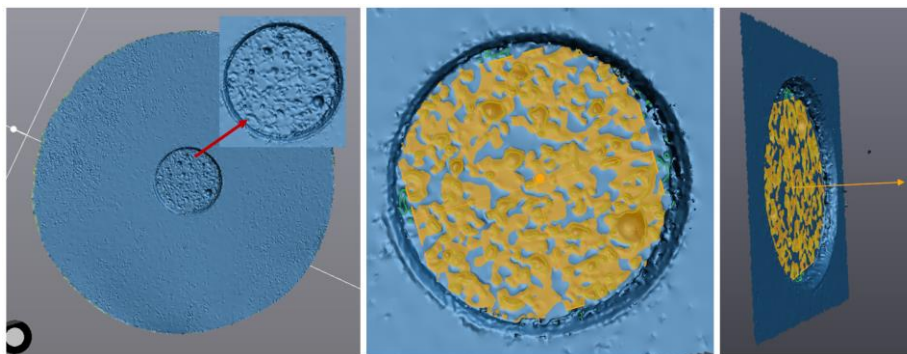


Figure IV.4 : Surface scannée de la mousse DFOSB8 (gauche) ; Création d'un plan de référence (droite).

#### IV.3.4. Distribution alvéolaire

Après avoir créé le plan de référence et les plans de section, un traitement d'image est réalisé afin d'identifier le diamètre de chaque pore. Les différents plans de section permettent de mieux repérer le diamètre des pores lorsque le plan de coupe ne correspond pas à leur rayon maximal. L'outil de création de cercles du logiciel permet de tracer des cercles correspondant aux contours des bulles. Il calcule le meilleur ajustement, à partir d'au moins trois points sélectionnés manuellement (Figure IV.5). Ce protocole est appliqué sur la totalité de la surface étudiée afin d'avoir un maximum de cercles représentant les alvéoles (les pores). 80 cercles de différents diamètres sont au moins créés dans la zone circulaire disponible de  $2,54 \text{ cm}^2$ . Le logiciel permet de récupérer la valeur de la surface de chacun

des cercles identifiés. Toutefois, la résolution du scan permet difficilement d'identifier les pores de rayon inférieur à 0,1 mm, ce qui ne correspond pas à une proportion significative des pores visualisés au MEB.

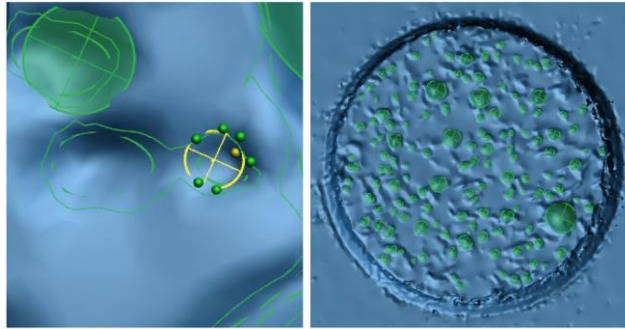


Figure IV.5 : Exemple de création des cercles au niveau des pores de la mousse DFEA8.

Les cercles créés font l'objet d'un classement en fonction du rayon moyen correspondant. Ce classement permet d'avoir, dans un premier temps, une distribution du nombre de bulles en fonction du rayon moyen, et de calculer les proportions surfaciques de chaque classe identifiée. Des paramètres tels que le rayon moyen ( $r_{\text{moyen}}$ ), le rayon de sauter ( $r_{32}$ ) et le coefficient de polydispersité (PI) sont par la suite calculés sur la base de la distribution surfacique alvéolaire obtenue. La définition de ces paramètres a été expliquée dans le chapitre II.4.4.1.

L'évolution des paramètres géométriques est étudiée pour chaque série de mousse en fonction du temps de malaxage, du dosage en tensioactif et du taux de gâchage.

#### IV.3.4.1 Influence du temps de malaxage

L'évolution du nombre de bulles et de la structure des trois séries de mousses OSB, EA et AB produites à différent temps de malaxage est présentée dans cette première partie.

La Figure IV.6 présente l'analyse en nombre de bulles identifiées sur les mousses DFOSB en faisant varier le temps de malaxage. La formulation est identique :  $d = 0,08\%$  et  $E/L = 0,7$ . La mousse DFOSB1, produite après 2 min de malaxage, présente une structure fine et polydisperse. Néanmoins, une dissymétrie de sa distribution est notable vers les petits rayons de pores. Pour cette mousse, le moussage est peu important ce qui se traduit par une masse volumique apparente élevée, la plus importante des mousses DFOSB étudiées.

L'augmentation du temps de malaxage permet de produire plus de mousse aqueuse, avec une taille de bulle légèrement plus grande. C'est le cas pour DFOSB4 et DFOSB5 produites avec des temps de malaxage proche : 5 et 7 min respectivement. Bien que ces deux mousses aient des masses volumiques proches, elles présentent une structure porale différente. La mousse DFOSB4 possède une structure plutôt monodisperse avec une taille de bulle moyenne autour de  $350\mu\text{m}$  (comme présenté Tableau IV.1), légèrement plus grande que DFOSB1 (autour de  $300\mu\text{m}$ ), sa porosité totale est de 79% alors que celle de DFOSB1 est de 74,87%. La mousse DFOSB5 présente une porosité totale légèrement plus grande que DFOSB4, mais elle est caractérisée par une structure contenant à la fois des bulles très fines et quelques bulles de plus grand diamètre ( $600\mu\text{m}$ ).



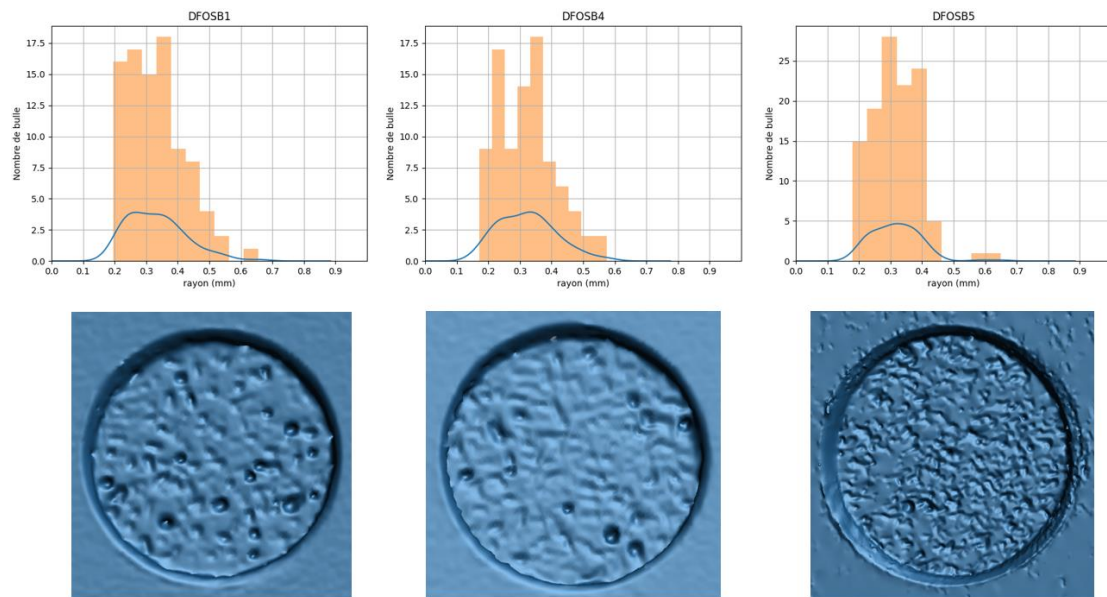


Figure IV.6 : Distribution du nombre de bulles en fonction de leur rayon (haut) ; Images des surfaces scannées (bas) des mousses DFOSB1 (2 min)  $\rho = 583,11 \text{ kg/m}^3$ , DFOSB4 (5 min)  $\rho = 448,14 \text{ kg/m}^3$  et DFOSB5 (7 min)  $\rho = 439,33 \text{ kg/m}^3$ .

L'analyse de la structure des mousses DFOSB produites à des temps de malaxage plus longs ( $\geq 10$  min) est difficile. Elles sont caractérisées par une structure des pores très connectée. Le maillage obtenu à l'aide du scanner ne permet pas d'identifier correctement les contours des pores.

Les mousses DFEA1, DFEA4 et DFEA5 ont le même dosage en tensioactif (0,25%) et le même rapport E/L (0,7). Elles sont produites après un malaxage de 2, 5 et 9 min respectivement. La mousse DFEA1 présente une masse volumique légèrement plus élevée en accord avec sa structure porale plus fine (Figure IV.7). Le rayon moyen des bulles est autour de 250  $\mu\text{m}$  et quelques bulles de plus grands rayons sont également identifiées. Un temps de malaxage de 5 min induit une augmentation du rayon moyen des bulles. La dispersion est plus large alors que les visualisations au MEB ont montré une structure homogène. Pour 9 min de malaxage, la distribution paraît plus équilibrée et plus étendue vers de plus grosses bulles, indiquant bien une structure plus polydispense et une structure de pores plus connectées, confirmée par les visualisations MEB. On peut rappeler que pour ces mousses, le début du phénomène de démixion est constaté à partir d'environ 12 min de malaxage.

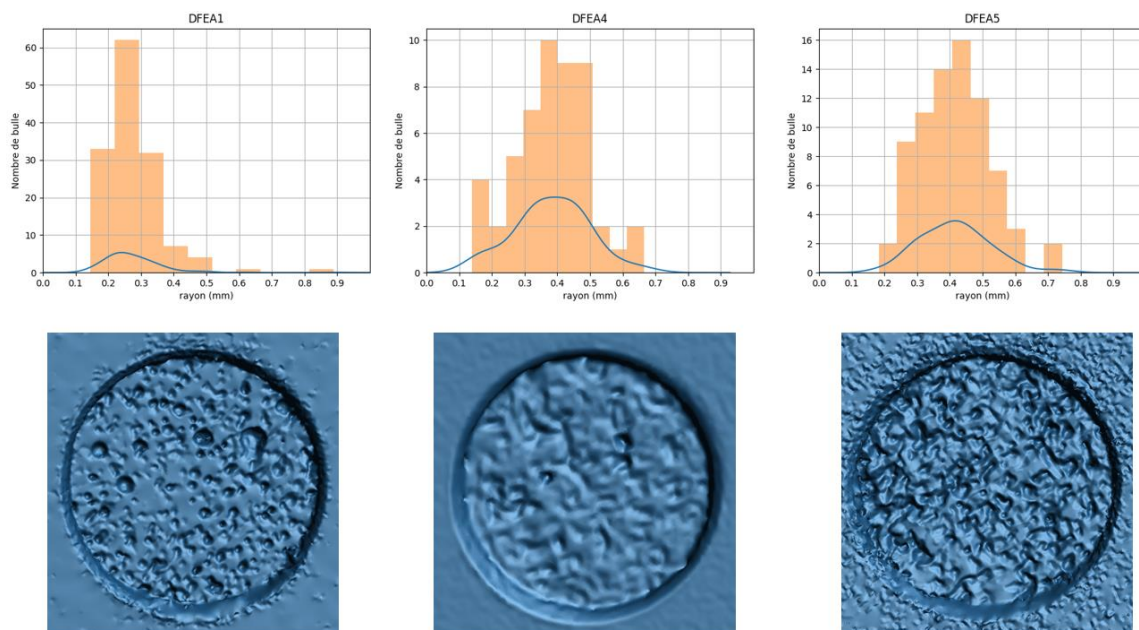


Figure IV.7 : Les distributions du nombre de bulles (haut) ; Images des surfaces scannées (bas) des mousses DFEA1 (2 min), DFEA4 (5 min) et DFEA5 (9 min).



Les distributions des rayons de bulles présentées sur les deux graphiques de la Figure IV.8 correspondent aux mousses PFAB1 et PFAB4 réalisées après 7 et 20 min de malaxage, les images scannées et observées au MEB sont montrées Figure IV.9. Pour la mousse PFAB1, les connexions entre bulles sont importantes, et la distribution du nombre de bulles est symétrique. Le rayon moyen est d'environ 350  $\mu\text{m}$ , supérieur à celui observé au MEB. La mousse PFAB4 présente une structure moins connectée et une matrice plus dense, du fait de la perte d'homogénéité lors du malaxage ; cette perte se caractérise par un plus grand nombre de très petites bulles et quelques plus grosses bulles visibles. La mousse PFAB1 est moins dense.

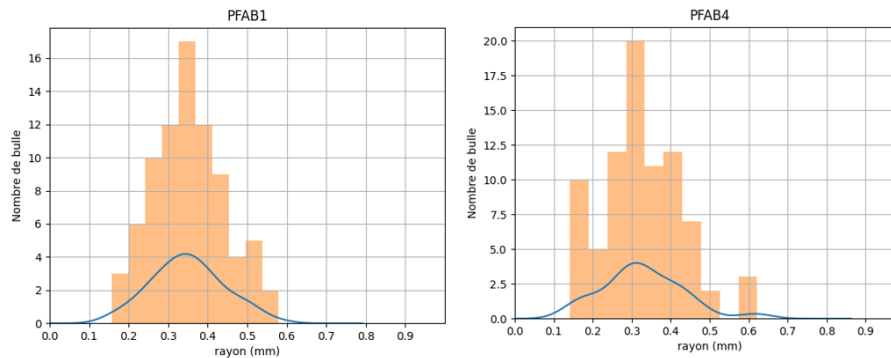


Figure IV.8: Les distributions du nombre de bulles des mousses PFAB1 et PFAB4

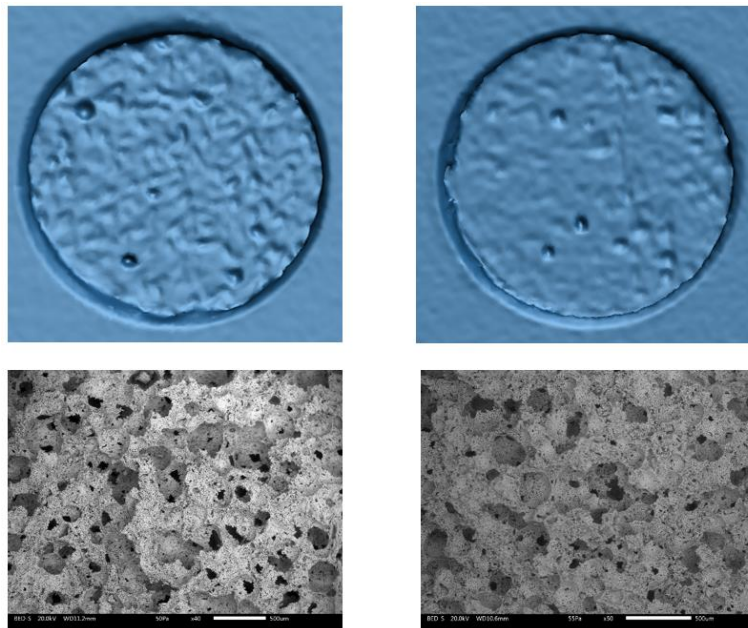


Figure IV.9 : Images des surfaces scannées (haut) ; Visualisations au MEB-x40 et x50 (500  $\mu\text{m}$  ; bas) des mousses PFAB1 (7 min) et PFAB4 (20 min)

Les observations faites sur les distributions en nombre de pores peuvent être complétées en construisant les distributions alvéolaires calculées en termes de surface cumulée et en fréquence (Figure IV.10). Les paramètres  $r_{\text{moyen}}$ ,  $r_{32}$  et PI caractérisant la structure peuvent alors être calculés en fonction du temps de malaxage pour les 12 mousses étudiées (Figure IV.11). Les évolutions des rayons moyens et de Sauter des différentes mousses restent remarquablement coordonnées. Les mousses DFOSB et DFEA voient leurs rayons moyens et rayons de Sauter augmenter avec le temps de malaxage ; contrairement aux mousses PFAB. Cette tendance est logiquement inversée pour l'indice de polydispersité PI. Les mousses DFOSB sont caractérisées par une structure légèrement plus fine que les mousses DFEA, sauf pour le temps de malaxage de 2 min.

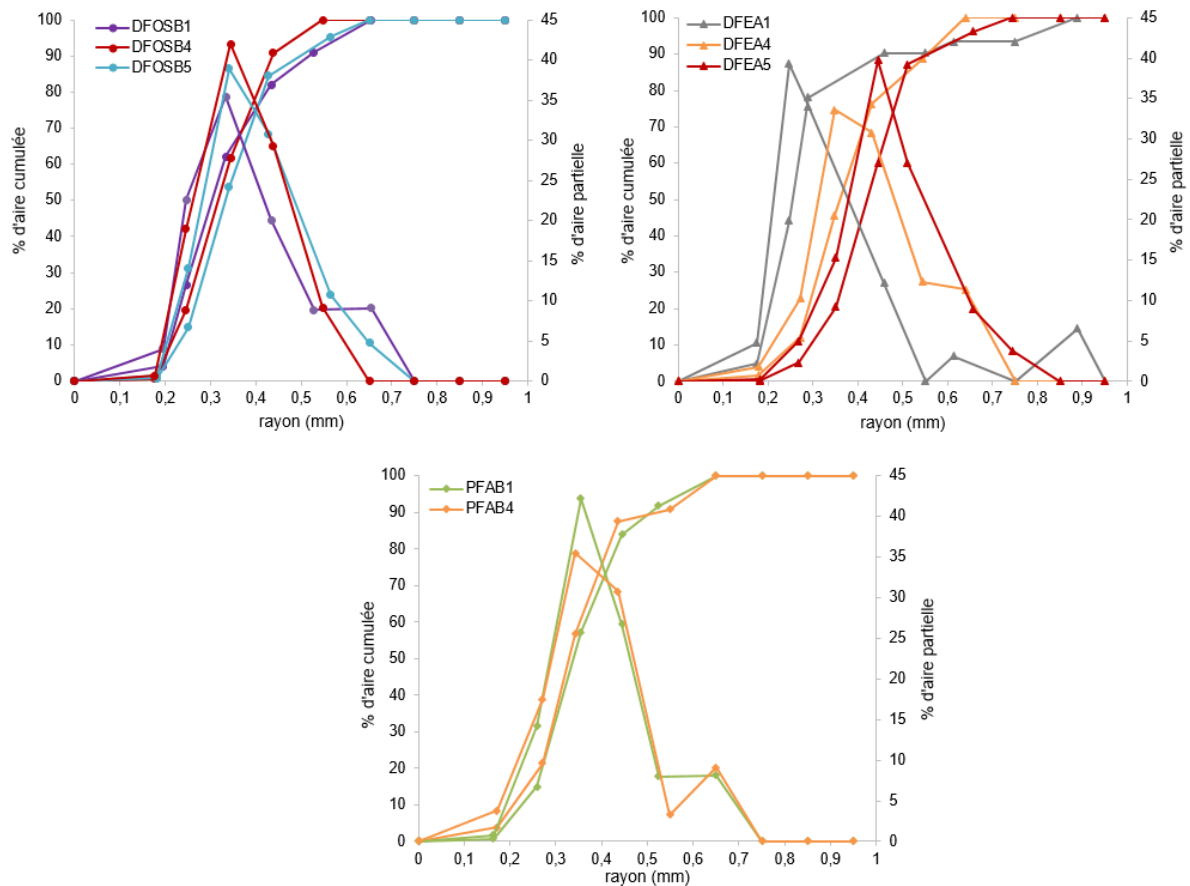


Figure IV.10 : Influence du temps de malaxage : Distributions alvéolaires surfaciques des mousses OSB, EA et AB.

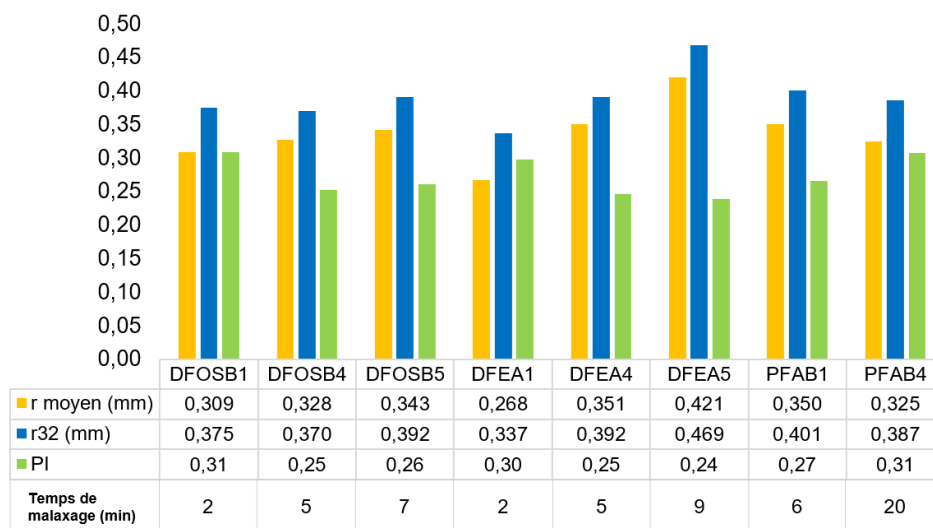


Figure IV.11 : Influence du temps de malaxage : Paramètres géométriques ( $r_{moyen}$ ,  $r_{32}$  et PI) des mousses étudiées

### IV.3.4.2 Influence du dosage en tensioactif

L'étude de l'effet du dosage en tensioactif sur la structure porale est également réalisée sur les mousses de gypse.

Les distributions alvéolaires des mousses DFOSB sont présentées Figure IV.12. Les mousses DFOSB7 ( $d = 0,04\%$ ) et DFOSB8 ( $d = 0,02\%$ ) ont une structure assez similaire, plus fine et polydisperse que celle de la mousse DFOSB4 ( $d = 0,08\%$ ). La mousse DFOSB9 est fortement sous dosée en OSB

( $d = 0,01\%$ ), elle présente une distribution alvéolaire encore plus polydispense avec de nombreuses grosses alvéoles. Néanmoins, ce manque de tensioactif a limité la formation des bulles et généré une mousse plus dense (Figure IV.13).

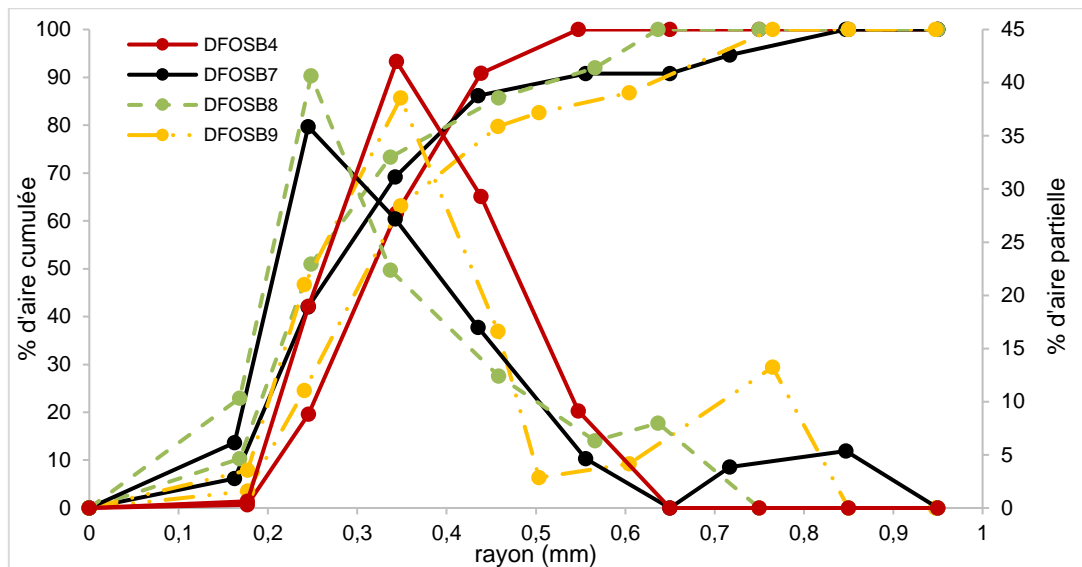


Figure IV.12 : Influence du dosage en tensioactif : Distributions alvéolaires surfaciques des mousses OSB.

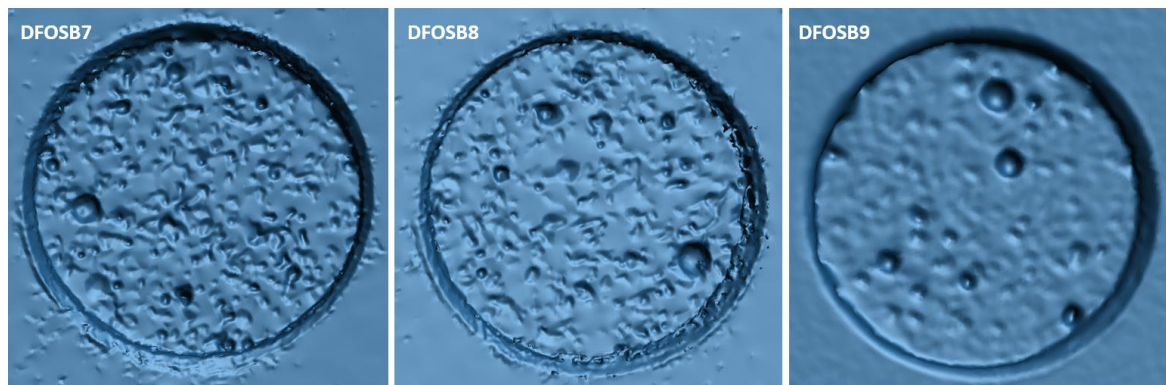


Figure IV.13 : Influence du dosage en tensioactif : Images des surfaces scannées des mousses OSB.

La Figure IV.14 montre les distributions alvéolaires surfaciques des mousses EA pour des dosages en EA de 0,0625% à 0,5%, déterminées à partir des scans Figure IV.15. Les deux mousses DFEA8 (0,125%) et DFEA9 (0,0625%) sont caractérisées par une structure plus fine que celle de DFEA4 (0,25%), les distributions alvéolaires de ces deux mousses sont serrées et donc monodisperses autour d'un rayon moyen de 0,250 mm. Ce résultat est différent des visualisations MEB qui ne sont faites que sur un seul échantillon de petite surface. Elles ont une structure moins poreuse coordonnée à de meilleures résistances mécaniques). La structure de la mousse DFEA7 (0,5%, le plus grand dosage testé) est plus étendue et présente un caractère polydispense ; les alvéoles semblent être plus connectée avec des bulles plus grosses, en moyenne 550  $\mu\text{m}$ . Elle présente également la plus faible masse volumique et la plus faible résistance mécanique.

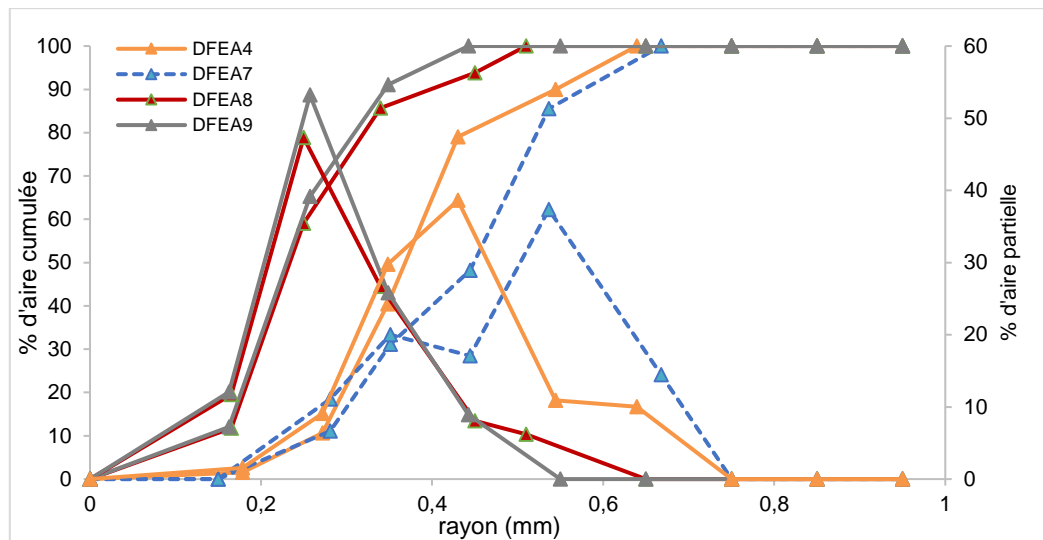


Figure IV.14 : Influence du dosage en tensioactif : Distributions alvéolaires surfaciques des mousses EA.

Une modification du dosage en EA entraîne une évolution significative de la distribution alvéolaire. Le sous dosage en EA permet d'obtenir une taille de bulle plus petite, mais limite à la fois leur création. Un fort dosage en EA entraîne une augmentation de la taille des bulles. Rappelons que ceci a été également observé pour les mousses aqueuses.

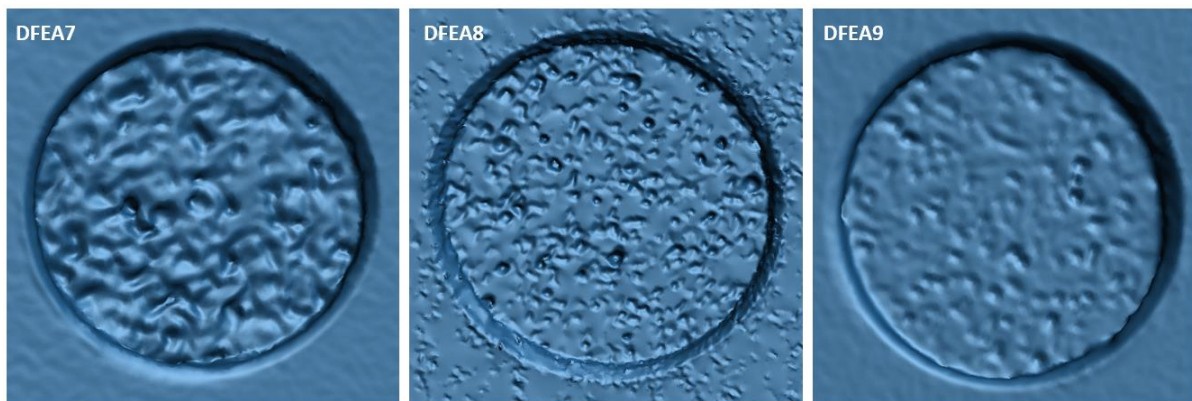


Figure IV.15 : Influence du dosage en tensioactif : Images des surfaces scannées des mousses EA.

Les valeurs des paramètres géométriques ( $r_{\text{moyen}}$ ,  $r_{32}$  et PI) sont rassemblées Figure IV.16. La diminution du dosage génère une augmentation du coefficient de polydispersité, PI, et une diminution du rayon, soit une taille de bulles plus fine. Ainsi lorsque la distribution alvéolaire tend vers des rayons plus faibles, ce qui correspond à une augmentation de la masse volumique, la polydispersité augmente. Ainsi le plus grand dosage en OSB (0,08%) permet d'avoir à la fois une taille moyenne de bulle acceptable ( $r_{32} = 0,37$  mm) associée à une structure homogène (PI = 0,25). De même le dosage en EA de 0,25% permet d'atteindre une taille moyenne de bulles ( $r_{32} = 0,391$  mm) et une structure homogène (PI = 0,25).



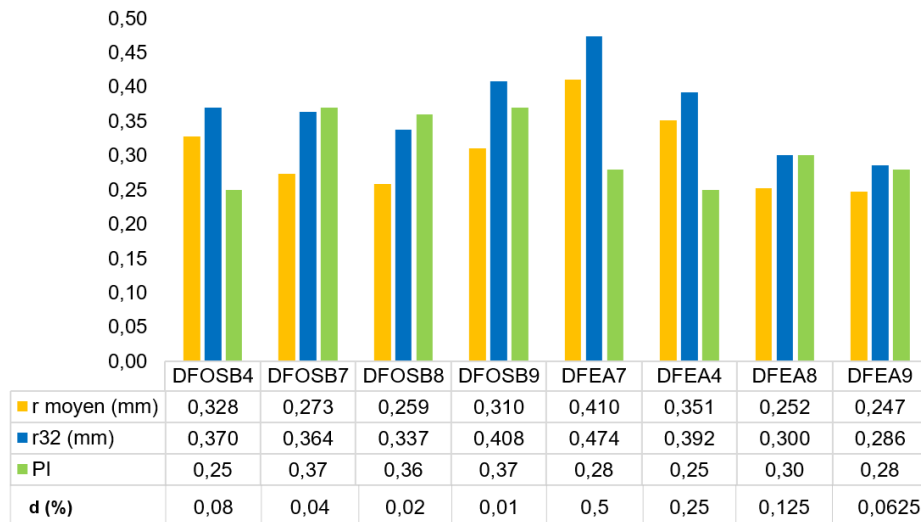


Figure IV.16 : Influence du dosage en tensioactif : Paramètres géométriques ( $r_{moyen}$ ,  $r_{32}$  et PI) des mousses étudiées.

L'étude de l'influence du dosage en tensioactif sur la structure porale est complétée par la distribution alvéolaire des mousses DFAB/OSB (Figure IV.17). Les deux mousses étudiées sont DFAB/OSB2 (0,06% OSB et 1% AB) et DFAB/OSB5 (0,08% OSB et 2% AB). Il apparaît que la mousse DFAB/OSB2 a une structure plus fine que celle de DFAB/OSB5. La mousse DFAB/OSB5 est caractérisée par une structure plus connectée avec une taille de bulle plus grande, ce qui a été déjà observée avec les visualisations au MEB.

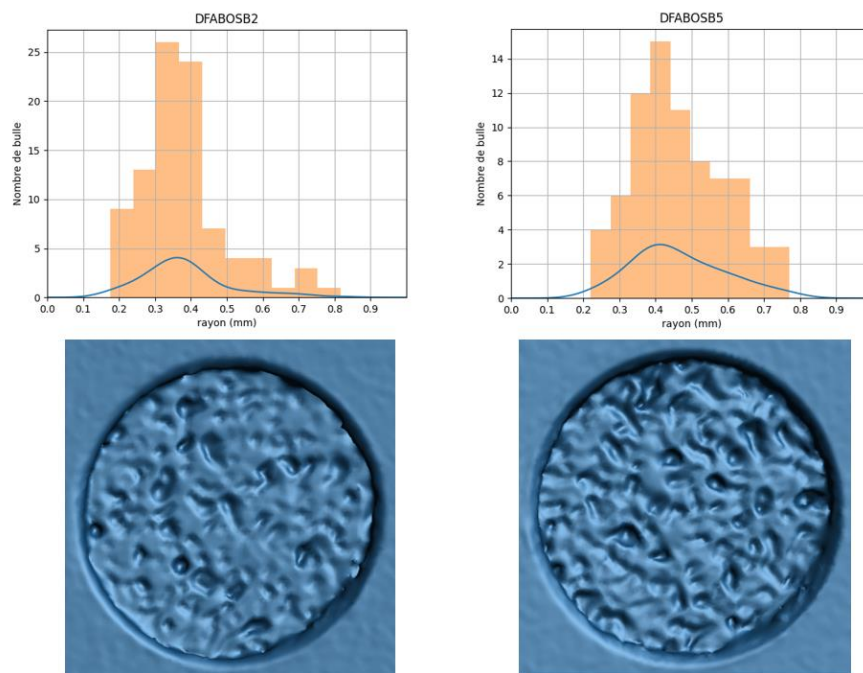


Figure IV.17 : Influence du dosage en tensioactif : Distribution du nombre de bulles (haut) ; Images des surfaces scannées et traitées (bas) des mousses AB/OSB.

Les distributions alvéolaires surfaciques sont montrées Figure IV.18 (gauche). La structure des deux mousses contient de plus grosses bulles que les mousses OSB, EA et AB. Toutefois, la distribution alvéolaire de la mousse DFAB/OSB2 est plus fine. Le rayon moyen des bulles obtenu pour cette mousse ( $r_{moyen} = 0,38$  mm) est beaucoup plus faible que pour DFAB/OSB5 ( $r_{moyen} = 0,46$  mm). Un dosage en OSB et AB plus faible entraîne une diminution de la porosité et de la taille des bulles, mais une augmentation de PI, tout comme dans le cas des mousses DFEA et DFOSB. La mousse DFAB/OSB

présentant une masse volumique faible est caractérisée par une structure plus connectée avec de grosses bulles pénalisantes.

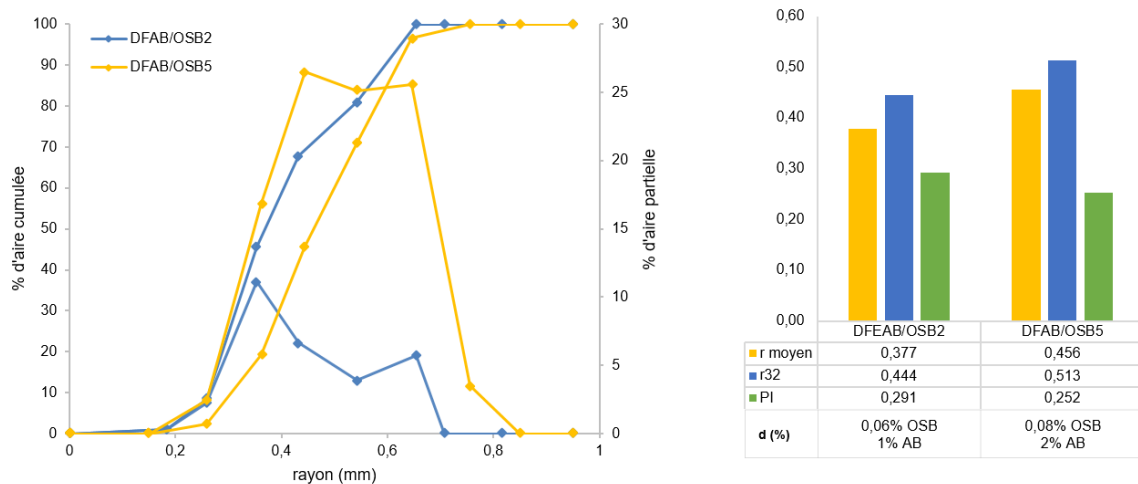


Figure IV.18 : Influence du dosage en tensioactif : Distributions alvéolaires surfaciques (gauche) ; Paramètres géométriques (droite) des mousses AB/OSB.

### IV.3.4.3 Influence du taux de gâchage

Afin d'analyser l'impact du taux de gâchage sur la structure porale des mousses minérales, l'étude des distributions alvéolaires des mousses produites en variant le rapport E/L est présentée dans cette partie.

Les distributions alvéolaires des mousses DFOSB sont présentées Figure IV.19. La structure la plus fine est obtenue avec le plus faible taux de gâchage (DFOSB10, E/L = 0,6), toutefois elle présente des tailles de bulles très hétérogènes, visibles aussi sur la surface scannée (Figure IV.20). La mousse DFOSB14 (E/L = 0,75) est caractérisée par une structure similaire à celle de DFOSB4 (E/L = 0,7), l'augmentation légère du taux de gâchage génère une mousse plus poreuse mais n'affecte pas la structure porale d'une manière significative. Cependant, un taux de gâchage de 0,8 (DFOSB15) permet de produire plus de bulles, plus connectées et de plus grande taille. Dans ce dernier cas, la surface scannée est rugueuse et l'identification des contours de bulles est plus complexe.

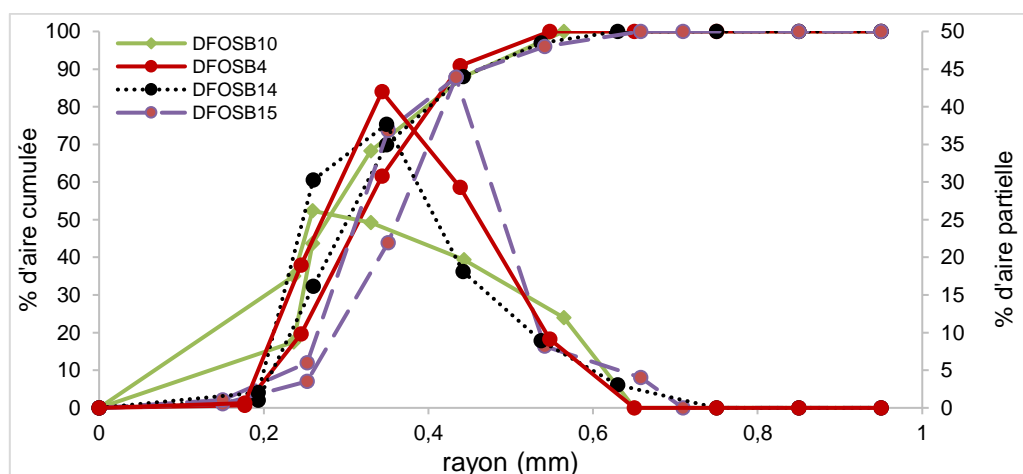


Figure IV.19 : Influence du taux de gâchage : Distributions alvéolaires surfaciques des mousses OSB



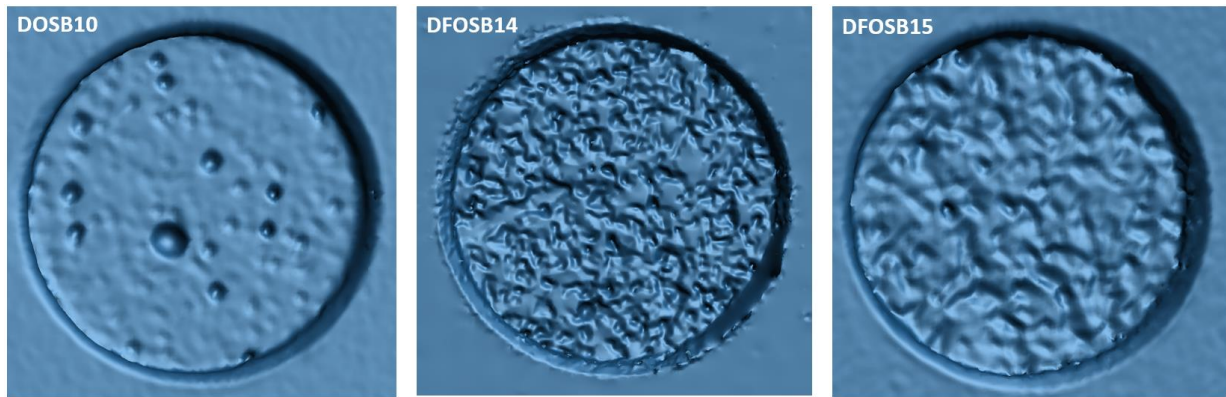


Figure IV.20 : Influence du taux de gâchage : Images des surfaces scannées des mousses OSB.

Les distributions alvéolaires des mousses DFEA pour différents rapports E/L sont présentées Figure IV.21. La mousse DFEA10, produite avec le plus faible taux de gâchage (0,6), présente une structure fine semblable à celle du DFEA4 (0,7). Elle apparaît toutefois plus polydispersée d'après sa courbe en fréquence et les visualisations au MEB (Figure IV.22). La mousse DFEA13 (E/L = 0,8) est caractérisée par une structure moins fine et moins homogène que DFEA4 (0,7). Elle présente par contre des connexions de bulles plus nombreuses (Figure IV.22).

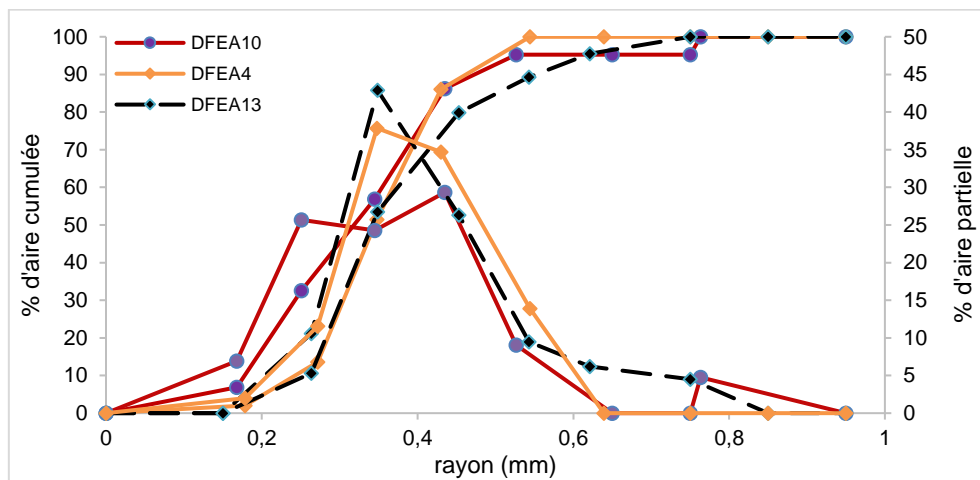


Figure IV.21 : Influence du taux de gâchage : Distributions alvéolaires surfaciques des mousses EA.

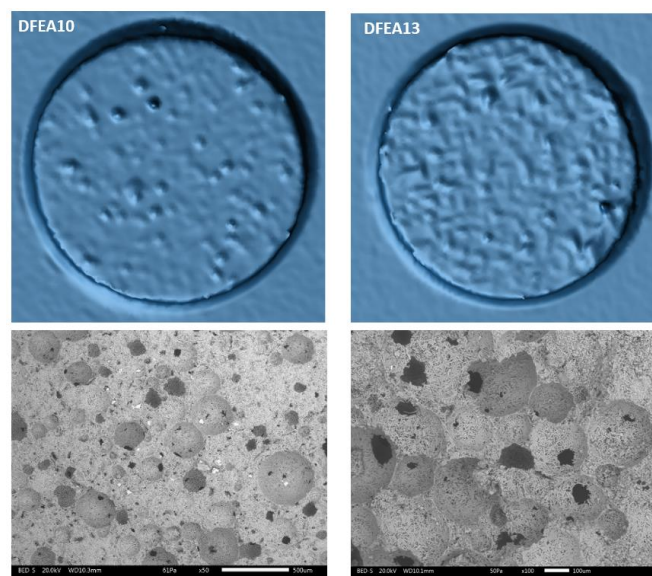


Figure IV.22 : Images des surfaces scannées (haut) ; Visualisations au MEB-500  $\mu\text{m}$  DFEA10 et 100  $\mu\text{m}$  DFEA13.

Les valeurs des paramètres géométriques calculées à partir des distributions alvéolaires sont résumées Figure IV.23. De même que pour le dosage en tensioactif, plus le rapport E/L augmente, plus le rayon moyen (ou  $r_{32}$ ) des bulles augmente et plus l'indice PI diminue. L'effet est plus significatif en modifiant le E/L que pour une modification du dosage en tensioactif.

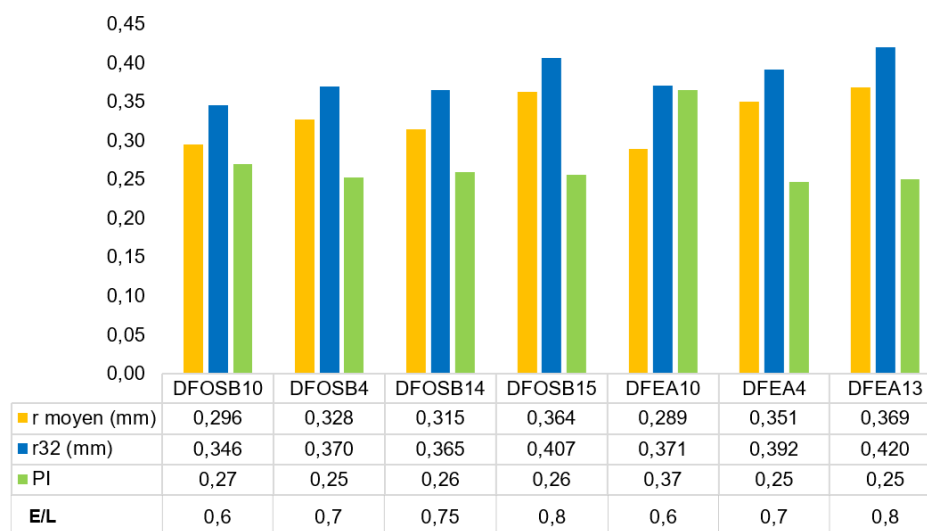


Figure IV.23 : Paramètres géométriques ( $r_{\text{moyen}}$ ,  $r_{32}$  et PI) des mousses étudiées pour différents E/L.

L'ensemble des paramètres géométriques calculés et présentés dans cette partie est en accord avec les constats visuels du MEB. Un long temps de malaxage conduit à une mousse moins homogène contenant de grosses bulles et plus connectés, il en est de même pour un fort taux de gâchage. Bien qu'un faible dosage en tensioactif génère une mousse plus fermée, les bulles sont plus grosses et la structure est également moins homogène.

#### IV.4 - Ajustement d'un modèle de perméabilité

Le protocole de numérisation appliqué a permis d'estimer, pour une sélection de mousses minérales, les rayons des bulles caractéristiques ( $r_{\text{moyen}}$  et  $r_{32}$ ). Néanmoins, ces données restent incomplètes. En particulier, les diamètres des ouvertures (connexion entre bulles) n'ont pas été identifiés rigoureusement. Il convient donc de compléter cette étude en proposant d'estimer le diamètre des connexions en exploitant un modèle de perméabilité. Les perméabilités à l'air mesurées sur les différentes mousses minérales présentées dans le chapitre III constituent les données expérimentales. Le modèle de perméabilité proposé repose sur différentes considérations. En particulier, nous considérons que l'air passant à travers une mousse minérale circule essentiellement dans les ouvertures de grand diamètre (typiquement les connexions entre bulles) et quasiment pas dans la porosité interparticulaire au sein de la matrice solide.

La mousse minérale constituée de bulles plus ou moins connectées s'apparente donc à un milieu poreux connecté.

La première étape consiste à exploiter le modèle proposé par Katz-Thompson [185]–[188] pour des empilements sphériques. Ce modèle permet de relier la perméabilité intrinsèque au diamètre équivalent des ouvertures selon l'Eq (4.1) :

$$k_{int} = \frac{d_c^2 p_T}{226 \tau} \quad \text{Eq (4.1)}$$

avec  $d_c$  le diamètre critique de passage du fluide,  $p_T$  la porosité du matériau et  $\tau$  la tortuosité moyenne de la structure porale.

Nous adaptons ce modèle en considérant que le diamètre caractéristique  $d_c$  correspond à  $d_0$ , le diamètre des ouvertures entre bulles (diamètre des connexions). Etant donné que la mesure de la perméabilité intrinsèque est faite à l'état sec, la porosité totale correspond à celle calculée à partir de la masse volumique apparente de la mousse à l'état sec. Le chapelet de bulles connectées est alors assimilé à

des pseudo-capillaires de diamètre  $d_0$ . La tortuosité du réseau est supposée égale à 1 (transport capillaire), la valeur de  $d_0$  peut alors être calculée selon l'équation suivante :

$$d_0 = \sqrt{\frac{226 k_{int}}{p_T}} \quad \text{Eq (4.2)}$$

Despois et Mortensen [189] ont étudié l'effet de la taille des ouvertures pour des mousses métalliques. Ils ont proposé l'Eq (4.3) pour décrire la relation entre la perméabilité et les paramètres de la structure porale. La taille des ouvertures est exprimée par l'Eq (4.4) :

$$\frac{k_{int}}{V_p^{2/3}} = \frac{(1 - \phi_s)}{\pi \left(\frac{4\pi}{3}\right)^{2/3}} \left(\frac{\phi_s^* - \phi_s}{3\phi_s^*}\right)^{3/2} \quad \text{Eq (4.3)}$$

$$\frac{d_0}{D_p} \approx \left(\frac{\phi_s^* - \phi_s}{3\phi_s^*}\right)^{1/2} \quad \text{Eq (4.4)}$$

avec  $V_p$  le volume des pores calculé à partir du diamètre des pores  $D_p$ ,  $V_p = \left(\frac{\pi D_p^3}{6}\right)^{2/3}$ ,  $d_0$  le diamètre des ouvertures,  $\phi_s$  la fraction de solide et  $\phi_s^*$  la fraction de solide critique.

Kaddami [161] en s'appuyant sur le modèle de Despois et Mortensen [189] propose une relation modifiée qui permet également d'identifier la taille des pores des mousses avec l'Eq (4.5).

$$\frac{d_0}{D_p} = [(1 - \phi_s)(1 - \phi_s^* + \phi_s)]^{1/2} + 3,75 \phi_s (\phi_s^* - \phi_s) \quad \text{Eq (4.5)}$$

Kaddami a étudié la perméabilité de mousses modèles de géopolymère, en considérant dans un premier temps une structure de mousse cristalline idéale (dont la surface transversale est perpendiculaire à la direction de la pression). Les résultats obtenus ont montré qu'une structure cristalline idéale ne décrit pas celle des mousses produites. Pour contourner ce problème, un calcul basé sur une configuration de taille de pores moyenne est fait. La perméabilité est calculée en supposant que les pores (ici les bulles) présentent un nombre de connexion  $N_0$  donné et que les connexions présentent une taille unique caractérisée par leur diamètre  $d_0$ . Avec un fluide traversant un pore sphérique d'une surface de référence  $A = \pi D_p^2/4(1 - \phi_s)$ , la perméabilité intrinsèque adimensionnelle peut donc être exprimée de la façon suivante :

$$\frac{k_{int}}{V_p^{2/3}} = 0,02 (1 - \phi_s) N_0 \left(\frac{d_0}{D_p}\right)^3 \quad \text{Eq (4.6)}$$

Finalement, il est possible de calculer le diamètre des pores,  $D_p$ , à l'aide du modèle de Despois (Eq (4.3)), mais aussi de celui adapté par Kaddami (Eq (4.5)) en utilisant le diamètre des connexions  $d_0$  calculée avec le modèle de Katz-Thompson. La fraction de solide critique  $\phi_s^*$  est supposée égale à 0,31. Cette valeur correspond à un empilement monodisperse de sphères, modélisant les pores sphériques des mousses. Il est évident que le caractère monodisperse des bulles présentes dans nos mousses minérales reste critiquable. Connaissant  $d_0$  et  $D_p$ , la perméabilité est calculée dans les deux cas avec l'équation Eq (4.3) ou l'équation Eq (4.5) respectivement.

La Figure IV.24 montre les valeurs de la perméabilité intrinsèque obtenues à partir des modèles de Kaddami et de Despois ; elles sont comparées avec les valeurs expérimentales (cf. III.2.6) en fonction de la porosité totale des mousses. Un bon accord est observé avec le modèle de Kaddami ; une valeur  $N_0$  égale à 1,5 permet d'assurer un bon ajustement des valeurs. Par contre, une surestimation des valeurs de la perméabilité intrinsèque est obtenue avec le modèle de Despois. Ce modèle ne semble pas adapté pour décrire nos valeurs expérimentales. Une correction de la valeur de  $\phi_s^*$  (dans une gamme raisonnable de valeurs) ne suffit pas à améliorer les résultats du modèle.

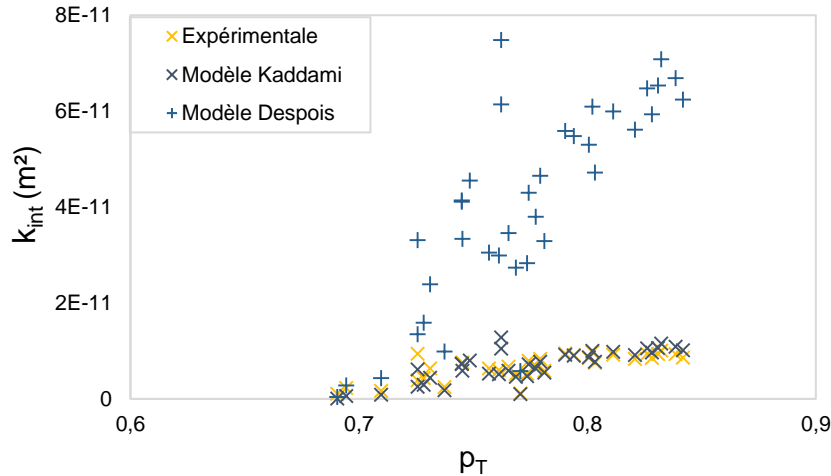


Figure IV.24 : Perméabilités expérimentales comparées à celles obtenues par les deux modèles Kaddami et Despois en fonction de la porosité totale des mousses.

Les valeurs des diamètres des connexions  $d_0$  obtenues avec le modèle de Katz-Thompson (Tableau IV.3), semblent cohérentes avec les valeurs déduites des analyses visuelles résumées dans le Tableau IV.1. On remarque également que les diamètres des pores, obtenus à partir du  $r_{moy}$  déterminés via le scanner 3D, sont largement plus grands (près de 3 fois) que ceux obtenus à partir de la relation de Kaddami. Ce problème peut être lié au fait de fixer  $\phi_s^*$  égal à 0,31 pour toutes les mousses, corriger cette valeur impose de réévaluer  $N_0$ . De toute façon, considérer  $N_0$  constant à 1,5 pour toutes les mousses constitue une hypothèse simplificatrice largement contredite par les visualisations MEB.

A partir du modèle de Kaddami, un nouveau calcul, dit « théorique », de la perméabilité intrinsèque est alors envisagé en utilisant, d'une part le diamètre des pores  $D_p$  identifié avec le scanner 3D et, d'autre part, le nombre de connexions  $N_0$  identifié à partir des visualisations MEB. Ce nombre de connexion varie entre 1 et 5. Il dépend de la structure de la mousse et est choisi en accord avec les observations regroupées dans le Tableau IV.1. La Figure IV.25 montre un accord satisfaisant entre la perméabilité ainsi calculée et les valeurs expérimentales.

Ces résultats montrent que le modèle de perméabilité utilisé, bien qu'exploitant des grandeurs moyennes (taille de bulle, taille d'ouverture, bulles sphériques...) paraît très pertinent.

Une autre constatation est faite à partir de la Figure IV.25 en analysant les réponses du modèle pour des valeurs de  $p_T$  basse (autour de 0,7). Le modèle proposé fournit des résultats éloignés des valeurs expérimentales. Pour ces mousses, les connexions entre bulles deviennent rares et la continuité des capillaires d'ouvertures  $d_0$  est compromise, il conviendrait certainement de considérer un modèle de perméabilité reposant sur la porosité interparticulaire au sein de la matrice durcie (à mesurer sur des échantillons non moussés).

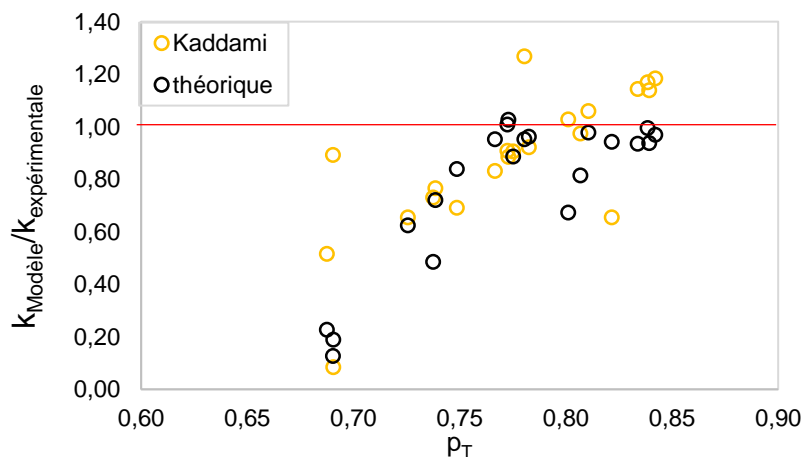


Figure IV.25 : Rapport de la perméabilité intrinsèque d'après Kaddami (rond jaune) et théorique (rond noire) sur la perméabilité expérimentale en fonction de la porosité totale des mousses.

Tableau IV.3 : Perméabilités intrinsèques, Diamètres des pores et des connexions d'après les expérimentations ou d'après les modèles présentés.

Echantillon	$K_{int}$ (m <sup>2</sup> )			$N_0$	$D_p$ (mm)		$d_0$ (μm)
	Expérimentale	Kaddami	Théorique		Kaddami	Scan 3D	Katz-Thompson
DFEA1	6,32E-12	5,26E-12	6,03E-12	4	0,23	0,535	43,45
DFEA4	7,51E-12	7,72E-12	5,06E-12	3,5	0,197	0,702	45,97
DFEA5	9,41E-12	6,16E-12	8,87E-12	5	0,364	0,843	54,13
DFEA7	1,01E-11	1,15E-11	9,42E-12	5	0,201	0,82	52,29
DFEA8	5,23E-12	4,63E-12	5,37E-12	4,5	0,195	0,504	39,21
DFEA9	2,43E-12	1,78E-12	1,18E-12	3	0,165	0,494	27,30
DFEA10	1,06E-12	9,04E-14	2,01E-13	2	0,964	0,579	18,65
DFEA13	9,31E-12	1,09E-11	9,27E-12	5	0,189	0,738	50,08
DFOSB1	6,32E-12	4,38E-12	5,31E-12	4	0,044	0,619	44,22
DFOSB4	9,47E-12	9,23E-12	7,71E-12	3,5	0,235	0,656	52,03
DFOSB5	9,23E-12	9,78E-12	9,03E-12	4,5	0,211	0,685	50,72
DFOSB7	6,89E-12	6,35E-12	6,63E-12	4	0,214	0,546	44,76
DFOSB8	5,26E-12	4,76E-12	4,66E-12	4	0,19	0,519	39,19
DFOSB9	1,09E-12	9,78E-13	1,39E-13	1,5	0,088	0,619	17,91
DFOSB10	1,65E-12	8,52E-13	3,76E-13	2	0,195	0,591	22,92
DFOSB14	9,33E-12	1,06E-11	8,76E-12	4	0,195	0,631	50,39
DFOSB15	8,58E-12	1,02E-11	8,32E-12	5	0,179	0,727	48,01
DFAB/OSB2	9,48E-12	7,26E-12	6,84E-12	3,5	0,304	0,755	53,40
DFAB/OSB5	1,01E-11	1,28E-11	9,60E-12	3	0,342	0,912	66,53
PFAB1	7,94E-12	7,22E-12	8,01E-12	5	0,233	0,701	48,15
PFAB4	3,83E-12	2,51E-12	2,39E-12	4	0,232	0,65	34,54

#### IV.5 - Comparaison des structures porales des mousses aqueuses et minérales

Dans les chapitres précédents, nous avons considéré qu'une mousse minérale est la combinaison d'une mousse aqueuse avec une suspension concentrée. Après prise et durcissement, cette suspension concentrée devient une matrice minérale solide. La stabilité en frais de la mousse minérale lors du malaxage s'avère directement liée à l'évolution de la fraction volumique solide au sein de la suspension concentrée. Pour les mousses DF, une augmentation du temps de malaxage conduit à favoriser la formation de bulles dans la suspension (et donc diminuer la masse volumique en frais), mobilisant une partie de l'eau de la suspension concentrée. Lorsque la fraction volumique solide dans la suspension concentrée atteint le packing, le phénomène de démixion apparaît.

Dans le cas des mousses PFAB, l'introduction d'une suspension concentrée dans la mousse aqueuse reste difficile à homogénéiser et l'augmentation du temps de malaxage conduit systématiquement à une destruction d'une partie de la mousse aqueuse, et donc une augmentation de la masse volumique en frais.

Dans tous les cas, il convient de comparer les structures porales des mousses minérales à celles des mousses aqueuses (cf. chapitre II). La comparaison est basée essentiellement sur l'analyse des paramètres géométriques (rayon moyen, rayon de Sauter, indice de polydispersité).

### IV.5.1. Comparaison des rayons

La comparaison des deux mousses aqueuses et minérales est possible en regardant l'évolution du rayon moyen avec le rayon de Sauter. La Figure IV.26 montre la relation entre  $r_{\text{moyen}}$  et  $r_{32}$  pour toutes les mousses minérales étudiées au Scanner (gauche) et pour les mousses aqueuses étudiées à l'analyseur de mousse à deux temps différents :  $t_{\text{stab}}$  et 3000 s (droite). Curieusement, un rapport  $r_{\text{moyen}}/r_{32}$  de 1 obtenu pour les mousses minérales se rapproche de celui des mousses aqueuses à  $t_{\text{stab}}$ . Néanmoins, la gamme des rayons de Sauter obtenue pour les mousses minérales (entre 0,28 et 0,5 mm) correspond à celle obtenue pour les mousses aqueuses après 3000 s. On peut donc considérer que la structure de la mousse aqueuse produite dans la suspension minérale est analogue à celle d'une mousse aqueuse à  $t_{\text{stab}}$  mais simplement décalée en taille de bulle (7 fois plus grande dans l'exemple présenté). Cette taille de bulles se distribue sur une gamme de dimensions identique à celle obtenue sur la mousse aqueuse après 3000 s.

Comme présenté dans le chapitre 2 à l'occasion de l'étude des mousses aqueuses, l'évolution de la structure porale des mousses aqueuses avec le temps est très significative. La taille des bulles augmente, leur nombre diminue et leur distribution change. Ceci se traduit par un rapport  $r_{\text{moyen}}/r_{32}$  largement inférieur à 1.

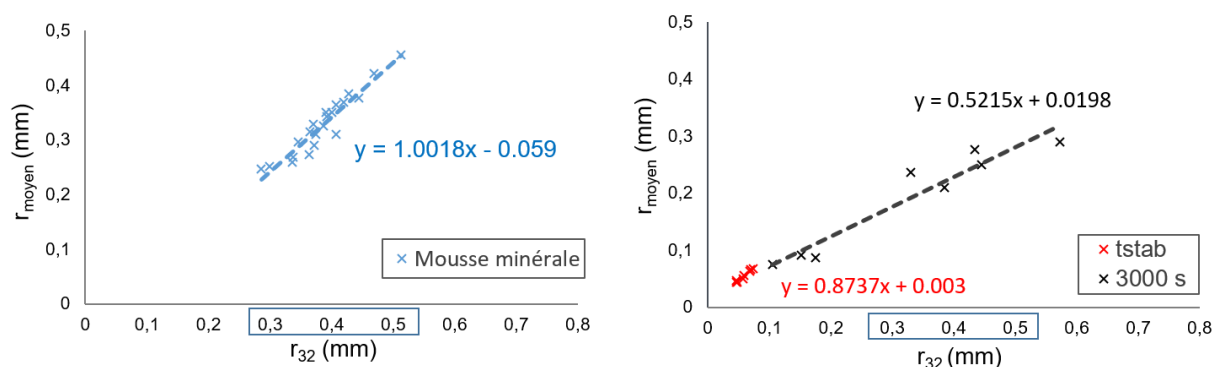


Figure IV.26: Relation entre les rayons moyens et les rayons de sauter pour les mousses minérales (gauche) et les mousses aqueuses à  $t_{\text{stab}}$  et 3000 s (droite).

Pour les matrices minérales étudiées, les phénomènes de prise n'interviennent qu'après plus de 1200 s et ce délai aurait pu permettre à un drainage de la pâte de se déclarer ou à des bulles de coalescer. Dans les deux cas, une destruction partielle des mousses aurait dû être constatée avant la prise. Mais aucun problème de ce type n'est noté. Donc il est vraisemblable que la taille de bulles dans la mousse soit déclarée dès la fin du malaxage et n'évolue pas.

### IV.5.2. Influence du dosage en tensioactif et taux de gâchage

L'évolution du rayon de sauter ( $r_{32}$ ) des bulles formées dans les mousses aqueuses (à 3000 s) et minérales en fonction du dosage en OSB pour différents taux de gâchage est montré dans la Figure IV.27 (gauche). Les rayons de Sauter sont sensiblement du même ordre de grandeur, confirmant les résultats présentés précédemment. Pour les deux mousses (aqueuse et minérale), la taille des bulles diminue légèrement avec l'augmentation en dosage en OSB, mais cette évolution est plus significative dans le cas des mousses aqueuses. Le coefficient de polydispersité PI (Figure IV.27 (droite)) diminue lorsque le dosage en tensioactif augmente. Il présente toutefois des valeurs plus importantes pour les mousses aqueuses (effet d'une coalescence plus sensible).

Un taux de gâchage de 0,6 permet d'avoir un rayon de sauter similaire à celui obtenu pour une mousse aqueuse produite à la CMC (0,08%), tout en ayant un coefficient de polydispersité plus faible. L'augmentation du rapport E/L génère une mousse ayant un rayon de sauter plus grand que celui des mousses aqueuses et qui se rapproche du rayon obtenu avec un dosage de 0,04%.



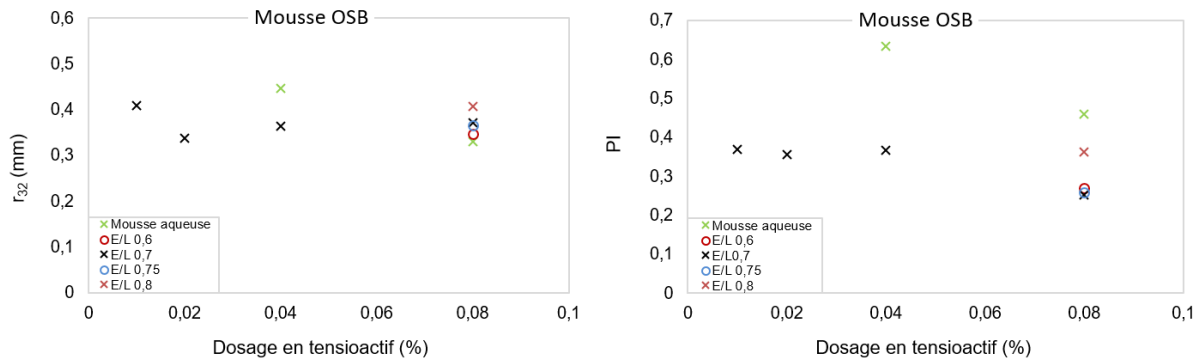


Figure IV.27: Evolution du rayon de Sauter (gauche), et du coefficient de polydispersité  $PI$  (droite) en fonction du dosage en OSB, pour les mousses aqueuses après 3000 s et minérales produites après 5 min

L'étude des mousses aqueuses à base d'EA a montré que cette protéine est performante dès les faibles dosages. Un dosage plus faible en EA permet d'avoir une mousse plus fine et similaire à celle de l'OSB. La Figure IV.28 montre que le rayon de Sauter des bulles augmente pour des forts dosages en EA dans les cas des mousses aqueuses et minérales. L'évolution des rayons de bulles au sein des mousses aqueuses est remarquablement linéaire, ce qui permet d'extrapoler une valeur de rayon de 0,37 mm pour le dosage de 0,25% d'EA, valeur similaire à celle de la mousse minérale associée (0,392 mm).

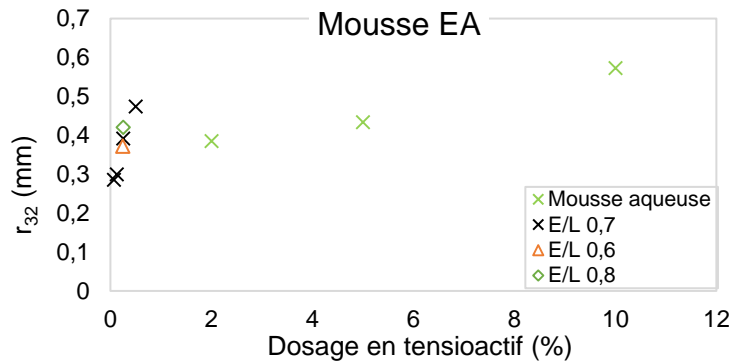


Figure IV.28: Evolution du rayon de Sauter en fonction du dosage en EA pour les mousses aqueuses après 3000 s et minérales produites après 5 min.

### IV.5.3. Influence du temps de malaxage

Pour les mousses DFOSB et DFEA, un temps de malaxage de 5 min permet d'obtenir une taille de bulle la plus proche de celle de la mousse aqueuse produite avec chaque tensioactif (Figure IV.29). Un temps de malaxage de 2 min induit une taille de bulle plus petite dans le cas des mousses minérales DFEA et plus grande pour DFOSB. Un temps de malaxage supérieur à 5 min engendre des bulles plus grandes pour les 2 types de tensioactifs.

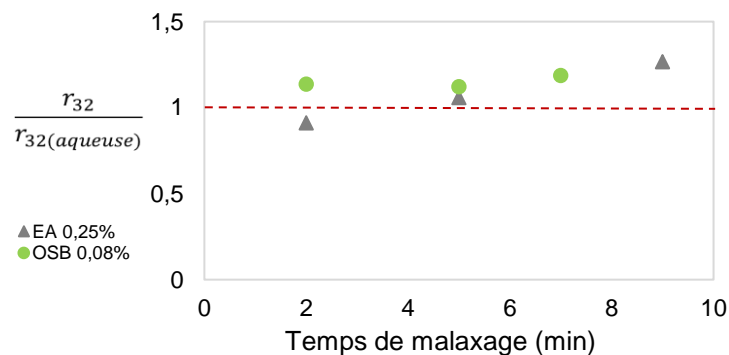


Figure IV.29: Evolution du rayon de Sauter des mousses DFOSB et DFEA par rapport aux mousses aqueuse en fonction du temps de malaxage.

Bien que les mousses aqueuses d'AB soient les mousses les plus stables et les plus fines, elles conduisent à des mousses minérales moins performantes. La taille des bulles obtenues dans le cas des mousses PFAB produites avec un dosage de 2% sont deux fois plus grandes que celles des mousses aqueuses étudiées avec un tel dosage. Cependant, l'étude des mousses aqueuses AB a montré que entre  $t_{stab}$  et 3000 s, l'évolution des tailles des bulles reste limitée (fois deux). Finalement, le rapport de taille de bulle les mousses PFAB et la mousse aqueuse aqueuses à  $t_{stab}$  est limité à 4,6 (au lieu de 7 pour l'OSB). La structure des mousses minérales PFAB est donc plus proche de celle des mousses aqueuses AB que ce qui a été constaté pour les mousses DFOSB et DFEA. La méthode de pré-moussage en est possiblement la cause.

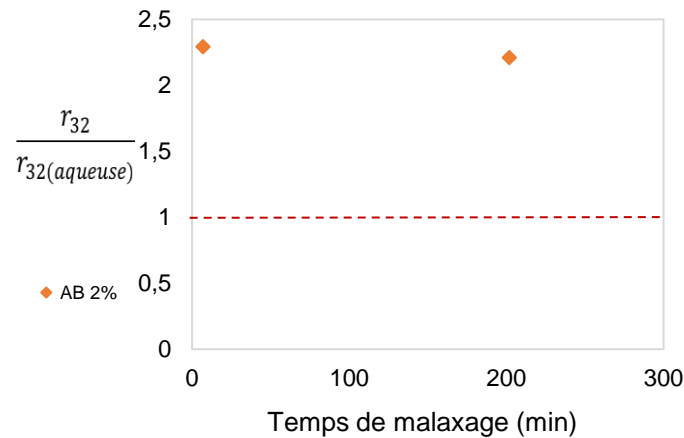


Figure IV. 30: Evolution du rayon de Sauter des mousses PFAB par rapport aux mousses aqueuse en fonction en fonction du temps de malaxage.

## IV.6 - Conclusions

La structure porale des mousses minérale a été caractérisée à partir de visualisations MEB et en utilisant une technique de visualisation peut courante. L'usage d'un scanner 3D pour identifier le contour des bulles sur un plan de coupe d'un échantillon est original et s'avère suffisamment précis. Cependant, les bulles inférieures à 0,1 mm ne sont pas prises en compte par le protocole de traitement proposé.

Les paramètres retenus pour caractériser la structure porale des mousses sont le rayon moyen et le rayon de Sauter, définis à partir des distributions de bulles, ainsi que le nombre moyen de connexions entre bulles et le diamètre de ces connexions.

Les distributions alvéolaires identifiées permettent de montrer que la structure porale évolue fortement avec le temps de malaxage (Figure IV.11); le rayon moyen des bulles et la polydispersité augmentent et les connexions entre bulles sont de plus en plus fréquentes. Dans le cas de AB, les connexions entre bulles sont présentes dès les faibles dosages. Cette protéine est très favorable à la formation de films liquides entre bulles à l'état frais. L'exclusion stérique des particules est probablement liée à l'encombrement de ces molécules de taille importante. Ce caractère n'est pas aussi marqué pour EA qui présente une aptitude à former des connexions entre bulles assez semblable à OSB.

La confrontation des distributions alvéolaires des mousses minérales à celles des mousses aqueuses permet de constater un écart conséquent entre les tailles de bulles générées par le moussage. Globalement, les mousses minérales présentent des tailles de bulles 5 à 7 fois plus grandes que celle des mousses aqueuses à  $t_{stab}$  et globalement équivalentes à celles constatées après 3000 s.

Finalement, l'identification des paramètres géométriques caractéristiques des mousses minérales durcies a également permis de confronter les mesures expérimentales de la perméabilité à l'air aux valeurs calculées à l'aide d'un modèle de perméabilité. En exploitant les valeurs des diamètres moyens de bulles et des diamètres de connexion, caractéristiques de chaque mousse, les valeurs calculées de la perméabilité intrinsèque sont en accord très satisfaisant avec les valeurs mesurées expérimentalement.

Sur la base de ce travail concernant la structure porale, on peut en fixant la masse volumique apparente durcie souhaitée remonter à la porosité totale, et donc à  $d_0$  via les modèles théoriques et à la fraction volumique solide, qui permet de déduire au travers de la relation de Kaddami :  $D_p$ . La perméabilité à l'air peut donc être pré déterminée grâce à la modélisation adaptée de Kaddami, cette perméabilité à l'air souhaitée est très intéressante pour le remplissage pour des parois étanches de bâtiment BBC.

#### IV.7 - Références

- [185] A. J. Katz et A. H. Thompson, « Quantitative prediction of permeability in porous rock », *Phys. Rev. B*, vol. 34, n° 11, p. 8179-8181, déc. 1986, doi: 10.1103/PhysRevB.34.8179.
- [186] V. Baroghel-Bouny, « Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et bétons ordinaires et à très hautes performances » », Ecole nationale des ponts et chaussées, France, 1994.
- [187] G. W. Scherer, J. J. Valenza, et G. Simmons, « New methods to measure liquid permeability in porous materials », *Cement and Concrete Research*, vol. 37, n° 3, p. 386-397, mars 2007, doi: 10.1016/j.cemconres.2006.09.020.
- [188] Y. Song, C. A. Davy, P. Bertier, et D. Troadec, « Understanding fluid transport through claystones from their 3D nanoscopic pore network », *Microporous and Mesoporous Materials*, vol. 228, p. 64-85, juill. 2016, doi: 10.1016/j.micromeso.2016.03.023.
- [189] J. Despois et A. Mortensen, « Permeability of open-pore microcellular materials », *Acta Materialia*, vol. 53, n° 5, p. 1381-1388, mars 2005, doi: 10.1016/j.actamat.2004.11.031.



## Conclusion générale

---

L'objectif de la thèse était de mieux comprendre comment les propriétés d'usage d'une mousse minérale peuvent être liées à sa structure porale. A cette fin, il est intéressant d'évaluer les liens entre les propriétés des tensioactifs et les caractéristiques des mousses aqueuses associées, puis d'analyser la contribution de la mousse aqueuse dans le développement d'une mousse minérale.

L'étude a débuté avec l'évaluation de la capacité de trois tensioactifs synthétiques (Hostapur OSB, Cetrimide et CTAB) et deux protéiniques (Albumine et Eabassoc) à réduire la tension de surface d'une solution aqueuse. L'essai au tensiomètre a permis de mettre en évidence les valeurs de la concentration micellaire critique (CMC) pour chaque tensioactif ; il s'avère que les tensioactifs protéiniques n'en possèdent pas. Le pouvoir moussant de ces tensioactifs a été également évalué, pour différents dosages, grâce à l'analyseur de mousses DFA100. Un protocole de mesure a été mis en place. Ces essais ont révélé qu'un dosage égal à la CMC permet d'avoir à la fois un optimum de moussabilité, combiné à une meilleure stabilité. L'Hostapur OSB s'avère avoir le pouvoir moussant le plus important des tensioactifs synthétiques. L'EA présente de bonnes performances dès les faibles dosages. Ces résultats sont traduits également par la structure porale des mousses aqueuses. Les tensioactifs OSB, AB et EA présentent la structure la plus fine. L'ensemble des essais a permis de mettre en évidence le rapport volumique  $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$  comme étant une caractéristique intrinsèque des mousses aqueuses. Ce rapport est estimé à 0,2 pour toutes les mousses aqueuses étudiées. Il permet d'aboutir à un modèle de mousse qui considère qu'une mousse minérale correspond à la combinaison d'une suspension minérale et d'une mousse aqueuse.

Les tensioactifs OSB, AB et EA sont choisis pour produire des mousses minérales. Les deux liants utilisés sont le plâtre Molda 3 Normal et la chaux hydraulique Thermo. Différentes conditions de moussage ont été utilisées : temps de malaxage, dosage en tensioactif et taux de gâchage. Elles permettent de produire des mousses minérales présentant une large gamme de masses volumiques à l'état frais et durci.

Différentes étapes du moussage ont été identifiées selon la méthode utilisée (moussage direct ou pré-moussage). Un phénomène de démixion constaté dans le cas DF a été interprété comme étant la conséquence d'une diminution progressive de la quantité d'eau présente dans la suspension concentrée. Cette eau est consommée pour produire plus de mousse aqueuse. Lorsque la suspension atteint sa fraction volumique solide limite, la pâte se sépare de la mousse aqueuse. La méthode PF en présence de AB ne conduit pas au même phénomène. Dans ce cas, une destruction progressive de la mousse aqueuse induit une forme de drainage de la pâte sous cisaillement, soit une perte d'homogénéité de la mousse avec un dépôt en fond de bol.

L'ébauche d'un modèle rhéologique construit sur l'hypothèse du modèle de mousse proposé a pu être discutée à partir des mesures rhéologiques réalisées sur les mousses aqueuses et minérales. Ce thème mériterait d'être repris et étoffé en mettant en œuvre une campagne expérimentale plus étendue.

L'évaluation des performances thermiques, hygriques et mécaniques des mousses minérales durcies a pu être mise en œuvre en recourant à des protocoles expérimentaux qui ont été adaptés. En particulier, les mesures de résistance et de perméabilité à l'air ont fait l'objet de développements expérimentaux spécifiques et innovants.

La caractérisation de la structure porale des mousses durcies ainsi que l'évaluation des performances d'usage permettent de mettre en évidence la grande similarité constatée pour les mousses DFOSB et DFEA. Les mousses PFAB s'avèrent différentes en structure et en propriétés.

Pour chaque performance évaluée, l'incidence des temps de malaxage, du dosage en tensioactif et le taux de gâchage a pu être identifiée. Il apparaît que la structure porale des mousses minérales conditionne leurs performances d'usage. La recherche d'un compromis de formulation et de conditions de moussage est cependant envisageable. Pour obtenir une mousse de gypse présentant des propriétés d'usage satisfaisantes, respectant les différents critères de performance retenus dans cette étude, les conditions de production suivantes sont à privilégier : l'utilisation de la méthode de moussage



direct avec un temps de malaxage variant entre 5 et 7 min, un rapport E/L variant entre 0,7 et 0,75, et un dosage en tensioactif soit en EA de 0,25% ou 0,125% (par rapport à la masse d'eau), soit en OSB à la CMC ou CMC/2. Concernant les mousses PFAB, un rapport E/L de 0,7 et un temps de malaxage de 10 min conduisent au meilleur compromis de cette série. Enfin, un mélange AB et OSB semble être un bon compromis afin de conserver la méthode de moussage direct. Les propriétés hygrothermiques restent satisfaisantes.

L'analyse a montré que la conductivité thermique est fonction de la porosité totale de la mousse minérale. Elle est également dépendante de la morphologie de la cristallisation des hydrates. De la même façon, la résistance en compression s'avère directement influencée par la porosité totale des mousses et également conditionnée par la morphologie de la cristallisation des hydrates. Les résultats mécaniques obtenus ont également montré que le module acoustique peut caractériser la performance mécanique des mousses, présentant l'avantage d'être une caractérisation non destructive.

Vis-à-vis de l'interprétation des essais MBV, un modèle linéaire original permet de distinguer la contribution de la porosité de la matrice et de la porosité de la mousse aqueuse. L'analyse a révélé que, pour les deux liants testés, la porosité de la matrice présente un effet plus important sur le MBV que la porosité de la mousse aqueuse. Les mousses de gypse sont de bons régulateurs hygriques alors que les mousses de chaux sont d'excellents régulateurs hygriques.

La caractérisation hygrique a été complétée par une étude numérique permettant d'estimer les perméabilités à la vapeur d'eau des mousses de gypse. Cette approche est originale et peut être adaptée pour identifier, par exemple, les profondeurs de pénétration de la vapeur d'eau au sein de l'échantillon durant l'essai, ce qui permettra de mieux ajuster les isothermes de sorption.

La perméabilité à l'air des mousses a été mesurée à l'aide d'un montage adapté au laboratoire pour prendre en compte la taille et la fragilité des mousses. Les valeurs de la perméabilité mesurées sur les mousses de gypse s'avèrent liées à la porosité totale des mousses.

L'analyse de la structure porale des mousses, reposant sur une méthode par scanner 3D, a permis d'identifier les distributions alvéolaires de chaque mousse. Les paramètres géométriques évalués restent cohérents avec les constats visuels enrichis par l'évaluation du nombre de connexions entre bulles et par l'évaluation du diamètre de ces connexions. Ces données ont finalement permis de mettre en évidence un lien entre la structure porale des mousses aqueuses et celle des mousses minérales. Elles permettent également de reconsidérer un modèle de perméabilité à l'air afin de pouvoir estimer une perméabilité intrinsèque de ce type de mousse à porosité connectée.

Ce travail ouvre plusieurs perspectives :

- Le lien entre la mousse aqueuse et la mousse minérale pourrait être affiné en analysant, via le DFA100, la structure porale d'une mousse réalisée avec un fluide à seuil modèle transparent tel que le Carbopol. Un tel essai permettrait de mieux comprendre les effets de la moussabilité du tensioactif, mais aussi de la rhéologie de la pâte et de la mousse sur la distribution alvéolaire. On pourrait faire varier d'autres conditions de moussage telles que le débit de gaz et le temps de moussage, afin de confirmer le rapport  $V_{\text{eau}}/V_{\text{mousse}}$  trouvé.
- Un modèle rhéologique adapté au cas des mousses minérales a été ébauché. Il repose sur un trop faible nombre de données rhéologiques qu'il convient de compléter en faisant varier notamment les différentes conditions de moussage (dosage en tensioactif, volume d'eau initial, ...) afin d'aller plus avant dans l'identification des divers paramètres du modèle.
- Des mesures complémentaires permettant d'obtenir l'intégralité des isothermes de sorption/désorption des mousses de gypse et de chaux ainsi que des essais de perméabilité à la vapeur d'eau permettraient d'alimenter l'étude numérique initiée pour déterminer la perméabilité à la vapeur. D'autres outils numériques (TMC, Comsol, ...) prenant en compte le phénomène d'hystérésis sont envisageables. Ces mesures pourraient expliquer également la différence relevée entre les valeurs de MBV des mousses de gypse et de chaux.
- Le protocole mis en œuvre pour l'étude de la structure porale des mousses minérales mérite d'être mieux adapté afin de pouvoir repérer les pores de diamètre inférieur à 0,1 mm.

- Au final, les différentes propriétés déterminées sur les mousses à l'état durci ont montré une dépendance à la porosité qu'elle soit totale ou liée à la matrice ou à la mousse aqueuse. Un critère multiphysique basé sur ces porosités reste à mettre en place afin d'aboutir à un outil d'aide à la conception permettant d'orienter vers la formulation ainsi que le procédé de moussage générant des mousses minérales à performances d'usage ciblées.



# Annexe 1

---



# MOLDA 3 NORMAL

Staff et Plâtre Décoratif



## DESCRIPTION DU PRODUIT

Molda 3 Normal est un plâtre semi-hydrate non formulé ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ) produit à partir de gypse naturel de haute pureté. Il est de couleur blanc cassé. Il est utilisé pour la production d'éléments décoratifs et dans des applications générales de coulage. Ce produit peut également être utilisé comme composant ou additif au sein de formulations.

## AVANTAGES DU PRODUIT

- + Temps de prise et caractéristiques idéalement adaptées à la production de Staff
- + Bonne reproduction des détails fins
- + Plâtre non formulé de haute pureté également adapté pour la formulations de produits pour le bâtiment (propres ou exclusives)

## AUTRES MARCHÉS

Alimentation, Agriculture et Environnement ,  
Céramique, Matériaux pour la Construction

## APPLICATION

Staff, Sanitaire, Arts De La Table, Murs, Sols /  
Ciment

## INFORMATIONS TECHNIQUES

Taux de gâchage	
Rapport plâtre/eau (en masse)	1.55:1
Rapport eau/plâtre (en masse)	65%
Taux de gâchage mesuré en plâtre/eau (en masse)	100/65
Caractéristiques chimiques	
Nom chimique	Sulphate de calcium semi-hydrate
Composition chimique	$\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$
Pureté minimale en gypse (%)	91
Couleur	blanc
Paramètres de prise	
Fluidité anneau Vicat (cm)	18
Début de prise (mn)	17
Fin de prise (mn)	39
Expansion linéaire (%)	0,19
Comportement mécanique	
Résistance à la flexion (MPa)	5
Dureté Brinell (MPa)	24
Dureté Shore D	50
Résistance à la compression à sec (Mpa)	14
Propriétés physiques	
Analyse granulométrique (refus en %)	0.1% à 200 $\mu\text{m}$ 3% à 100 $\mu\text{m}$
Densité non tassée ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	600



Les caractéristiques techniques ne sont données qu'à titre d'information. Pour plus de détails, veuillez contacter directement Saint-Gobain Formula.

## INSTRUCTIONS D'UTILISATION

Ce plâtre devra être utilisé dans le rapport plâtre/eau recommandé avec temps de mélange d'environ 2 à 4 minutes. La consistance exacte à utiliser devra être ajustée en fonction de chaque application. Les modifications du rapport plâtre/eau affecteront les performances du produit, en particulier le temps de prise et les résistances mécaniques.

## PACKAGING ET DATE LIMITE D'UTILISATION

	Packaging Disponible	Date limite d'utilisation (mois)
Sac	25 kg, 40 kg	10
Sac en vrac	1 T	10
Vrac	25 T	Les propriétés techniques indiquées dans ce document correspondent aux propriétés à réception de marchandise

Lorsque le produit est stocké dans un local sec, à l'abri de l'humidité et dans son emballage d'origine, sa date limite d'utilisation est à compter à partir de la date de fabrication imprimée sur chaque sac. Cette date limite d'utilisation dépend du type de conditionnement. La mention DLU (Date Limite d'Utilisation), suivie de la date correspondante, sera indiquée sur chaque sac pour les produits ayant une date de péremption définie applicable.

## CERTIFICATION



DOP n° PEM 702

## SANTÉ, SÉCURITÉ ET ENVIRONNEMENT

Les fiches de données de sécurité des plâtres et gypses de Saint Gobain- Formula sont disponibles pour tous les produits et peuvent être obtenues directement sur notre site Web dans les sections Products et Documentation. Saint-Gobain Formula décline toute responsabilité en cas de blessure corporelle ou de perte de biens ou de dommages causés à ces biens en cas de mauvaise utilisation du produit.

## NOTIFICATION

Les taux de gâchage indiqués sont ceux utilisés dans le cadre des méthodes de test standard de Saint-Gobain Formula et ne sont pas nécessairement ceux utilisés dans la pratique. La consistance exacte à utiliser devra être ajustée en fonction de chaque application. Les modifications du rapport plâtre/eau affecteront les performances du produit, en particulier le temps de prise et les résistances mécaniques. Sauf mention contraire, les méthodes de test standard de Saint-Gobain Formula sont applicables. Veuillez contacter directement Saint-Gobain Formula pour obtenir une copie de la méthode de test.

Ce document annule et remplace tout document antérieur. Toutes les informations sont fournies de bonne foi et peuvent être soumises à des modifications. Il est recommandé de contacter Saint-Gobain Formula en cas de doute sur le contenu ou la validité de ce document.

## CONTACT

Pour toute information, veuillez vous rendre sur notre site Web  
[www.saintgobainformula.com](http://www.saintgobainformula.com)



*Service Commercial*



*Documentation*



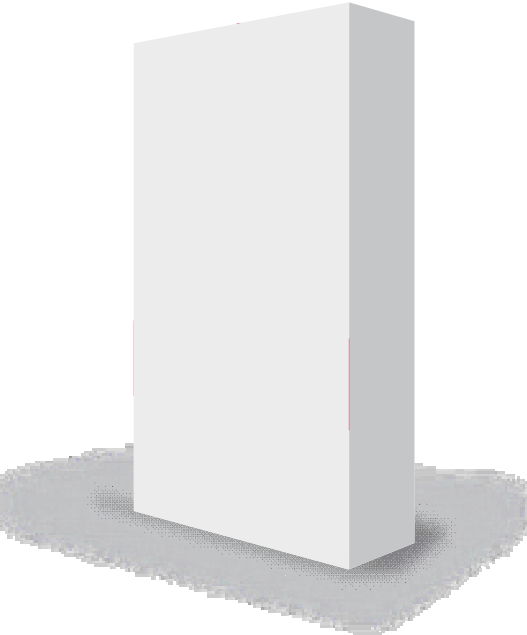
*Informations techniques*



*Informations globales*

# Tradical® THERMO

Chaux formulée pour Bétons Chanvre Tradical®



## Définition

Tradical® Thermo est dédiée, après mélange avec la chènevotte Chanvribat® (labellisée Granulat Chanvre Bâtiment) et gâché à l'eau, à l'application manuelle et machine des Bétons Chanvre Tradical®.

## Identification

Tradical® Thermo est une chaux formulée de classe FL A 3,5 conforme à la norme NF EN 459.

## Domaine d'emploi

Tradical® Thermo est destinée à réaliser des bétons de chanvre en application Mur Isolant, Doublage isolant, Toiture isolante, Chape Isolante, en construction neuve ou en restauration, pour toutes typologies : maison individuelle, habitat collectif, tertiaire, ERP...

## → OUVRAGES REALISABLES

### Mur Isolant

Tradical® THERMO + Chanvribat®, permet la réalisation de mur isolant, pour tout type d'ossature porteuse, et le remplissage de pans de bois.

### Doublage Isolant

Tradical® THERMO + Chanvribat® permet de réaliser un doublage isolant sur mur intérieur et cloison, sur tous types de supports minéraux anciens, neufs, homogènes ou hétérogènes.

### Chape isolante

Tradical® THERMO + Chanvribat® permet de réaliser des formes isolantes pour tous types de planchers en Rdc et en étage

### Toiture Isolante

Tradical® THERMO + Chanvribat® permet de réaliser des isolations thermiques en toiture, et des planchers de combles perdus

## → PRÉPARATION DES OUVRAGES

Selon les Règles Professionnelles et Brochure Tradical®. Le poste passage des fluides sera traité préalablement à la réalisation des ouvrages Bétons Chanvre Tradical®.

## → PRÉPARATION DU PRODUIT

Le malaxage peut être réalisé en bétonnière. Introduire dans l'ordre :

1. L'eau dans sa totalité
2. Tradical® Thermo : malaxer jusqu'à homogénéisation complète
3. Chanvribat® : après avoir décompacté les granulats

**Préparation en machine :** Se rapprocher des fabricants pour les réglages de préparation du mélange Tradical® Thermo + Chanvribat®

**Tradical® THERMO**  
intègre :

### **Bétons Chanvre Tradical®**

- Tradical® Thermo
- Tradical® PF 70
- Tradical® PF 80 M
- Tradical® Bâtir
- Chanvribat®
- Tradical® PF 80
- Tradical® Premium

# Tradical® THERMO

## Chaux formulée pour Bétons Chanvre Tradical®

### → MISE EN OEUVRE

Couple chaux-granat validé par l'association Construire en Chanvre

L'association CenC a validé le couple Chanvribat®+Tradical® Thermo qui répond aux performances seuils mesurées en laboratoires certifiés et externes, comme exigé par les Règles Professionnelles.

Référence des essais (valeurs p.4)

PV essai CRDA n°Affaire 2015-05-02/  
rapport formule Mur BCB Tradical®  
THERMO+Chanvribat® du 02 06 2015

PV essai CRDA n°Affaire 2013-18/  
rapport formule Chape BCB Tradical®  
THERMO+Chanvribat® du 10 07 2014

PV essai CRDA n°Affaire 2015-05-02/  
rapport formule Toiture BCB Tradical®  
THERMO+Chanvribat® du 02 06 2015

**Tradical® THERMO**  
intègre :

#### **Bétons Chanvre Tradical®**

- Tradical® Thermo
- Tradical® PF 70
- Tradical® PF 80 M
- Tradical® Bâtir
- Chanvribat®
- Tradical® PF 80
- Tradical® Premium

#### **Application Mur Isolant**

Selon les Règles Professionnelles et Brochure Tradical®.

La mise en oeuvre manuelle ou la projection se fera entre 2 banches ou sur 1 banchage ou sur panneaux qui serviront de banchage perdu, en fonction de la configuration des parois à créer.

Pour les points suivants :

- Mise en place d'écarteurs pour positionner la ou les banches par rapport à l'ossature

- Pose des banches et vérification de leur positionnement

- L'application du Béton Chanvre Tradical®,

se référer à la brochure Bétons Chanvre Tradical® et aux Règles Professionnelles.

#### **Application Doublage Isolant**

Selon les Règles Professionnelles et Brochure Tradical®

Au delà d'un doublage d'une épaisseur de 11 cm, mise en place d'une ossature secondaire à définir en fonction de l'épaisseur finale du Doublage Isolant. Pose de guides (sur le mur ou l'ossature secondaire) pour servir de repère d'épaisseur finale.

- La mise en place du Doublage Isolant en jeté truella, remplissage entre banche et mur ou par projection sera fonction du choix d'application retenu.

- Pour le dimensionnement de l'ossature secondaire et sa mise en place, pour la mise en place d'un gobetis, pour les modes d'application du Béton de Chanvre (jeté truella, remplissage entre banche et mur, projection machine), se référer à la brochure Bétons Chanvre Tradical®.

#### **Application Chape isolante**

Selon les Règles Professionnelles et Brochure Tradical®

- Support préparé selon les règles professionnelles

- Déverser ou projeter Béton Chanvre Tradical® suivant le mode de mise en oeuvre retenu, puis :

- Étaler le mélange et le répartir avec un râteau

- Mettre à niveau

- Égaliser la surface

#### **Application Toiture Isolante**

Selon les Règles Professionnelles et Brochure Tradical®

- Support préparé selon les règles professionnelles

- Déverser ou projeter Béton Chanvre Tradical® suivant le mode de mise en oeuvre retenu, sur le fond de coffrage perdu.

- Étaler sans tasser.

- Régler l'épaisseur en restant au minimum 2 cm sous le niveau supérieur des chevrons.

- Talocher légèrement pour régulariser la surface.

# Tradical® THERMO

## Chaux formulée pour Bétons Chanvre Tradical®

### Consommation pour 200 l de Bétons Chanvre Tradical®

Application	Qté d'eau	Nbre de sacs de Tradical® Thermo	Nbre de sac de Chanvribat®	Béton dosé à	Masse volumique
<b>Mur</b>	60 litres	<b>2</b> sacs (= 36 kg)	1	180 kg/m <sup>3</sup>	280 kg/m <sup>3</sup>
<b>Doublage</b> Entre banche et mur ou par projection	60 litres	<b>2</b> sacs (= 36 kg)	1	180 kg/m <sup>3</sup>	280 kg/m <sup>3</sup>
<b>Doublage</b> Jeté truelle	80 litres	<b>3</b> sacs (= 54 kg)	1	270 kg/m <sup>3</sup>	370 kg/m <sup>3</sup>
<b>Chape</b>	80 litres	<b>2,5</b> sacs (= 45 kg)	1	225 kg/m <sup>3</sup>	325 kg/m <sup>3</sup>
<b>Toiture</b>	43 litres	<b>1</b> sac (= 18 kg)	1	90 kg/m <sup>3</sup>	190 kg/m <sup>3</sup>

### → FINITIONS

#### Finition Mur Isolant

§1 EXTÉRIEUR : La protection de l'ouvrage est réalisée avec un enduit traditionnel à la chaux Tradical® en 3 couches :

Chaux		Dosage
Gobetis	Tradical® PF 70 (1 sac)	+ 60 à 70 l de sable 0/4 en application manuelle
Corps d'enduit	Tradical® PF 70 (1 sac)	+ 80 à 90 l de sable 0/4 en application manuelle
Finition	Tradical® PF 80 (1 sac)	+ 90 à 100 l de sable 0/4 en application manuelle
ou	Tradical® PF 80 (1 sac)	+ 60 à 70 l de sable 0/4 en application machine
ou	Tradical® PF 80 M (1 sac)	+ 50 à 70 l de sable 0/2 ou 0/4

§2 INTÉRIEUR : La protection de l'ouvrage peut être réalisée avec :

Chaux		Dosage
Tradical® Bâtir	(4 sacs)	+ 1 sac de Chanvribat®
Tradical® PF 80 M	(5.5 sacs)	+ 1 sac de Chanvribat®
Tradical® PF 80 M	(1 sac)	+ 50 à 70 l de sable 0/2 ou 0/4
Tradical® PF 80	(1 sac)	+ 90 à 100 l de sable 0/4 en application manuelle
Tradical® PF 80	(1 sac)	+ 60 à 70 l de sable 0/4 en application machine
Tradical® Décor		
Tradical® Lait de Chaux		appliqué "a secco".

**Tradical® THERMO**  
intègre :

#### Bétons Chanvre Tradical®

- Tradical® Thermo
- Tradical® PF 70
- Tradical® PF 80 M
- Tradical® Bâtir
- Chanvribat®
- Tradical® PF 80
- Tradical® Premium

**Finition Doublage Isolant :** Idem §2

#### Finition Chape Isolante

- Uniquement après séchage complet de la chape isolante et conformément aux Règles Professionnelles
- Ne pas poser de film imperméable à la vapeur d'eau sous la chape isolante en Béton de Chanvre Tradical®
- Ouvrage fini, maintenir la température d'ambiance durant 3 à 4 jours.

# Tradical® THERMO

## Chaux formulée pour Bétons Chanvre Tradical®

### → IMPORTANT

**En présence de salpêtre**, comme préalable à la mise en place de l'application DOUBLAGE ISOLANT, utiliser Tradical® PZ aussi bien en maçonnerie qu'en corps d'enduit en fonction des besoins (voir documentation Tradical® correspondante). *A noter pour rappel que Tradical® PZ permet la confection de mortiers résistants aux sels, nitrates...présents dans les remontées capillaires, mais qu'il n'en supprime pas l'origine à laquelle il faut remédier par un traitement approprié.*

### Conditions atmosphériques

Appliquer à des températures comprises entre +8°C et +30°C.

### → GÉNÉRALITÉS

#### Qualifications

Les intervenants utilisant Tradical® Thermo doivent être qualifiés et posséder des connaissances confirmées dans le domaine des Bétons de Chanvre ou avoir suivi la formation BCB module BETONS DE CHANVRE.

#### Documents de référence

- Brochures et fiches techniques Tradical®
- Règles Professionnelles d'exécution des ouvrages en bétons de chanvre

**Conditionnement et Stockage** : Tradical® Thermo est conditionné en sac de 18 kg et se conserve 1 an à l'abri de l'humidité.

**Contrôle** : dans le cadre des conditions normatives définies dans la NF EN 459.

**Garantie** : dans le cadre de la PIB de l'entreprise.

RC fabricant, contrat SMABTP : ALPHA-BAT Fabricants N° 512806 E 1004.000

#### Tradical® THERMO

intègre :

#### Bétons Chanvre Tradical®

- Tradical® Thermo
- Tradical® PF 70
- Tradical® PF 80 M
- Tradical® Bâtir
- Chanvribat®
- Tradical® PF 80
- Tradical® Premium

Caractéristiques	MUR/DOUBLAGE*	TOITURE et COMBLE PERDU	CHAPE
Masse volumique	280 kg/m <sup>3</sup>	190 kg/m <sup>3</sup>	375 kg/m <sup>3</sup>
Conductivité thermique	$\lambda = 0,076$ W/m.k	$\lambda = 0,056$ W/m.k	$\lambda = 0,087$ W/m.k
Résistance en compression	0.65 MPa (à 60 j) 0.69 MPa (à 90 j)	0.11 MPa (à 60 j) 0.11 MPa (à 90 j)	0.44 MPa (à 60 j) 0.47 MPa (à 90 j)
Module d'élasticité	27.3 MPa (à 60 j) 38.5 MPa (à 90 j)	3.1 MPa (à 60 j) 3.3 MPa (à 90 j)	49.3 MPa (à 60 j) 39.6 MPa (à 90 j)

\*Doublage : applation entre banche et mur et projection machine

# Product Fact Sheet

## HOSTAPUR<sup>®</sup> OSB



Anionic surfactant for industrial applications

---

**Composition** C<sub>14/16</sub>-alpha olefin sulphonate sodium salt

**Product properties \*)**

<b>Ionicity</b>	Anionic
<b>Appearance</b>	white – slightly beige powder
<b>pH value, 1 % active substance in water</b>	10 – 11
<b>Solubility at 20 °C</b>	soluble in water
<b>Compatibility</b>	compatible with anionic and non-ionic surfactants, resistant to acids and alkalines
<b>Density [g/L]</b>	approx. 300
<b>Solid content [%]</b>	approx. 90
<b>Water (Karl Fischer method) [%]</b>	2.0 max.
<b>Sodium sulphate content [%]</b>	max. 5.5
<b>Potassium carbonate + potassium hydrogen carbonate content [%]</b>	max. 5.2

CLARIANT INTERNATIONAL LTD

Rothausstrasse 61  
4132 MuttENZ  
Switzerland

BUSINESS UNIT INDUSTRIAL &  
CONSUMER SPECIALTIES

[www.ics.clariant.com](http://www.ics.clariant.com)  
[www.clariant.com](http://www.clariant.com)

### Uses

Hostapur OSB has a strong wetting and cleaning action and good foaming power. The foam quality is excellent, with high stability.

Hostapur OSB is used for the production of detergent and cleaning agent powders. Because of its low stickiness, Hostapur OSB is particularly suitable for use in foam cleaners for upholstery and carpets.

Hostapur OSB is also used in the textile, leather and construction industries as a wetting agent, detergent and foaming agent.

### Storage

Hostapur OSB can be stored for at least 2 years in original sealed containers at room temperature under the recommended conditions. Hostapur OSB must be stored in a dry place to prevent moisture absorption and caking of the powder. Hostapur OSB undergoes **no change** whatever in its product properties when exposed to cold during transport and storage.



CLARIANT INTERNATIONAL LTD

Rothausstrasse 61  
4132 Muttenz  
Switzerland

BUSINESS UNIT INDUSTRIAL &  
CONSUMER SPECIALTIES

[www.ics.clariant.com](http://www.ics.clariant.com)  
[www.clariant.com](http://www.clariant.com)

This information corresponds to the present state of our knowledge and is intended as a general description of our products and their possible applications. Clariant makes no warranties, express or implied, as to the information's accuracy, adequacy, sufficiency or freedom from defect and assumes no liability in connection with any use of this information. Any user of this product is responsible for determining the suitability of Clariant's products for its particular application. \* Nothing included in this information waives any of Clariant's General Terms and Conditions of Sale, which control unless it agrees otherwise in writing. Any existing intellectual/industrial property rights must be observed. Due to possible changes in our products and applicable national and international regulations and laws, the status of our products could change. Material Safety Data Sheets providing safety precautions, that should be observed when handling or storing Clariant products, are available upon request and are provided in compliance with applicable law. You should obtain and review the applicable Material Safety Data Sheet information before handling any of these products. For additional information, please contact Clariant.

**For sales to customers located within the United States and Canada the following applies in addition:**

NO EXPRESS OR IMPLIED WARRANTY IS MADE OF THE MERCHANTABILITY, SUITABILITY, FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE OR OTHERWISE OF ANY PRODUCT OR SERVICE.

© Trademark of Clariant registered in many countries  
© 2012 Clariant International Ltd



CLARIANT INTERNATIONAL LTD



Regular  
Grade



## Cetrimide Regular

Item No. 8570004 (25 kg)

### Application

Cetrimide Regular is a white or almost white, crystalline powder. As a quaternary ammonium compound, Cetrimide Regular is a very efficient germicide which is active against most common micro-organisms, such as bacteria and fungi. Cetrimide Regular is widely used in the cosmetic industry as a preservative as well as a softening agent.

### Description

Composition:	Trimethyl tetradecyl ammonium bromide (C <sub>17</sub> H <sub>38</sub> NBr).
CAS No.:	1119-97-7.
EINECS No.:	214-291-9.
Names:	Cetrimide, Cetrimidum, Cetrimoni Bromidum. Tetradecyl trimethyl ammonium bromide (TTAB). Myristyl trimethyl ammonium bromide (MTAB). Myrtrimonium Bromide.
Appearance of product:	See under Specifications.
Chain length:	Min 95% w/w C <sub>14</sub> .

### Specifications

Appearance:	A white or almost white, crystalline powder.
Free amine (Mwt 241):	Max. 0.15% w/w.
Amine HBr (Mwt 322):	Max. 0.3% w/w.
Assay (Mwt 336.4):	96.0 - 101.0% w/w.

## Technical information

Standards:	The quality system meets DS/EN ISO 9001. The environmental system meets DS/EN ISO 14001.
Grade:	Regular grade.
TSE:	Cetrimide Regular does not contain materials of animal origin.
Solubility:	Cetrimide Regular is soluble in water and lower alcohols, such as methanol, ethanol and propanol. Cetrimide Regular is almost insoluble in benzene and ether.
Compatibility:	Mixing Cetrimide Regular with ordinary soaps and/or with anionic detergents may decrease the activity.
Density:	Approx. 0.5 g/ml.
Melting point:	245 – 250°C.
Shelf life:	5 years.
Storage:	Avoid conditions causing condensation. Store protected from excessive heat. The product may compact during storage.

## Safety and handling

See the Material Safety Data Sheet on [www.fefchemicals.com](http://www.fefchemicals.com)

### Please note:

The information contained herein is to our best knowledge true and accurate, but all recommendations or suggestions are made without guarantee since the conditions of use are beyond our control. FeF Chemicals A/S disclaims any liability incurred with the use of these data or suggestions.

# FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ

Nom de produit : FeF Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) USP/NF Page : 1/12  
 Date de révision : 2015-08-11 Imprimé : 2015-08-21  
 SDS-ID: FR-FR/12.0

## RUBRIQUE 1: IDENTIFICATION DE LA SUBSTANCE/DU MÉLANGE ET DE LA SOCIÉTÉ/L'ENTREPRISE

### 1.1. Identificateur de produit

Nom de produit : FeF Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) USP/NF

Autres appellations: Bromure d'hexadécyltriméthylammonium  
 Cetrimonium bromide  
 N,N,N-trimethylhexadecan-1-aminium bromide

No CAS : 57-09-0

No CE : 200-311-3

No d'Enreg. REACH: 01-2119989160-35-0000

Dimension de l'emballage : 25 kg

### 1.2. Utilisations identifiées pertinentes de la substance ou du mélange et utilisations déconseillées

Utilisation : Conservateur et matière active dans l'industrie des produits pharmaceutiques et cosmétiques.

Utilisations identifiées: Fabrication de substances.  
 Formulation et (re)conditionnement des substances et des mélanges  
 Formulation des articles avec des produits cosmétiques, produits de soins personnels, les produits pharmaceutiques.  
 Utilisation comme auxiliaire de traitement.  
 Utilisation en cosmétique et produits de soins personnels.  
 Utilisation en laboratoire  
 Utilisation d'articles avec des produits cosmétiques, produits de soins personnels, les produits pharmaceutiques.

Utilisations déconseillées: Aucune.

### 1.3. Renseignements concernant le fournisseur de la fiche de données de sécurité

Fournisseur : Novo Nordisk Pharmatech A/S  
 Københavnsvej 216  
 DK-4600 Køge  
 Tel:+45 56 67 10 00  
 www.novonordiskpharmatech.com

Responsable de la préparation de la fiche de données de sécurité: SDS\_info@dhigroup.com

### 1.4. Numéro d'appel d'urgence

Numéro de téléphone en cas d'urgence : ORFILA (INRS) – 01 45 42 59 59

# FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ

Nom de produit : FeF Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) Page : 2/12  
USP/NF  
Date de révision : 2015-08-11 Imprimé : 2015-08-21  
SDS-ID: FR-FR/12.0

---

## RUBRIQUE 2: IDENTIFICATION DES DANGERS

### 2.1. Classification de la substance ou du mélange

GHS/CLP: Acute Tox. 4;H302 - Skin Irrit. 2;H315 - Eye Dam. 1;H318 - STOT SE 3;H335 - STOT RE 2;H373 - Aquatic Acute 1;H400

Références : SCL: Skin Irrit. 2;H315: C ≥ 2,5 %

### 2.2. Éléments d'étiquetage



Danger

Contient : Bromure d'hexadécyltriméthylammonium  
No CE : 200-311-3

H302 Nocif en cas d'ingestion.  
H315 Provoque une irritation cutanée.  
H318 Provoque des lésions oculaires graves.  
H335 Peut irriter les voies respiratoires.  
H373c Risque présumé d'effets graves pour les organes à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée en cas d'ingestion.  
H400 Très toxique pour les organismes aquatiques.

P260a Ne pas respirer les poussières.  
P262 Éviter tout contact avec les yeux, la peau ou les vêtements.  
P280g Porter un équipement de protection des yeux et du visage.  
P305/351/338 EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer.  
P273 Éviter le rejet dans l'environnement.  
P501a Éliminer le contenu/réceptacle conformément à la réglementation locale.

### 2.3. Autres dangers

PBT/vPvB: Cette substance n'est pas classée dans la catégorie des PBT ni des vPvB.

## RUBRIQUE 3: COMPOSITION/INFORMATIONS SUR LES COMPOSANTS

### 3.1. Substances

---

# FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ

Nom de produit : FeF Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) Page : 3/12  
USP/NF  
Date de révision : 2015-08-11 Imprimé : 2015-08-21  
SDS-ID: FR-FR/12.0

---

GHS/CLP:

<u>% :</u>	<u>No CAS :</u>	<u>No CE :</u>	<u>No d'Enreg. REACH:</u>	<u>Nom chimique :</u>
100	57-09-0	200-311-3	01-2119989160-35-0000-	Bromure d'hexadécyltrimé thylammonium

Références : Classification: Voir la rubrique 2.

## RUBRIQUE 4: PREMIERS SECOURS

### 4.1. Description des premiers secours

Inhalation : L'inhalation de poussières: En cas de malaise: Conduire la personne à l'air frais et veiller à ce qu'elle reste calme sous surveillance. En cas de malaise, transporter à la salle d'urgence et apporter cette fiche.

Contact avec la peau : Enlever les vêtements souillés et laver la peau abondamment avec de l'eau. En cas d'irritation continue: Consulter un médecin et apporter cette fiche.

Contact avec les yeux : Ne pas se frotter les yeux. Rincer abondamment et immédiatement à l'eau pendant 15 minutes au maximum. Enlever les lentilles de contact et bien écarquiller l'oeil. Si l'irritation persiste, continuer le lavage pendant le transport à l'hôpital. Apporter cette fiche.

Ingestion : Rincer immédiatement la bouche et boire beaucoup d'eau. Garder la personne en observation. Si la personne a un malaise, la transporter en salle d'urgence avec cette fiche.

### 4.2. Principaux symptômes et effets, aigus et différés

Symptômes/effets: Voir section 11 pour les informations plus détaillées sur les effets sur la santé et les symptômes.

### 4.3. Indication des éventuels soins médicaux immédiats et traitements particuliers nécessaires

Soins médicaux: Aucune particulière.

## RUBRIQUE 5: MESURES DE LUTTE CONTRE L'INCENDIE

### 5.1. Moyens d'extinction

Moyens d'extinction : Choisir le moyen d'extinction d'incendie en tenant compte d'autres produits chimiques éventuels.

### 5.2. Dangers particuliers résultant de la substance ou du mélange

Risques particuliers : En cas d'incendie, des gaz dangereux pour la santé peuvent être produits. (HBr, NOx)

### 5.3. Conseils aux pompiers

Équipement de protection pour le personnel de lutte contre le feu : Choix de l'appareil respiratoire pour la lutte contre l'incendie : Conformément aux règles générales de l'entreprise pendant un incendie.

---

# FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ

Nom de produit : FeF Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) Page : 4/12  
USP/NF  
Date de révision : 2015-08-11 Imprimé : 2015-08-21  
SDS-ID: FR-FR/12.0

---

## RUBRIQUE 6: MESURES À PRENDRE EN CAS DE DISPERSION ACCIDENTEL

### **6.1. Précautions individuelles, équipement de protection et procédures d'urgence**

Précautions individuelles : Éviter l'inhalation de poussières et le contact avec la peau et les yeux. Utiliser des méthodes de travail qui minimisent la formation de poussières. Respecter les conseils de prudence décrits dans cette fiche de données de sécurité.

### **6.2. Précautions pour la protection de l'environnement**

Précautions pour la protection de l'environnement: Ne pas rejeter à l'égout, dans l'environnement terrestre ou dans les cours d'eau.

### **6.3. Méthodes et matériel de confinement et de nettoyage**

Méthodes de nettoyage : Ramasser les déversements avec une pelle, un balai ou similaires. Après le ramassage, nettoyer la zone contaminée avec de l'eau en abondance.

### **6.4. Référence à d'autres rubriques**

Références : Pour obtenir des informations sur la protection individuelle, voir la rubrique 8.  
Pour obtenir des informations sur l'élimination, voir la rubrique 13.

## RUBRIQUE 7: MANIPULATION ET STOCKAGE

### **7.1. Précautions à prendre pour une manipulation sans danger**

Manipulation : Suivre les règles de bonnes pratiques chimiques. Éviter l'inhalation de poussières et le contact avec la peau et les yeux. Changer tout vêtement souillé. Éviter de manger, de boire ou de fumer pendant l'utilisation.

Mesures techniques : Utiliser des méthodes de travail qui minimisent la formation de poussières. Éviter la dispersion de poussières.

Précautions techniques : L'accès facile à l'eau courante et à un flacon de rinçage pour les yeux devra être garanti. Une ventilation ponctuelle est indispensable.

### **7.2. Conditions d'un stockage sûr, y compris d'éventuelles incompatibilités**

Précautions techniques de stockage : Aucune prescription particulière.

Conditions de stockage : Conserver dans l'emballage d'origine fermé. Ne pas conserver près de sources de chaleur ni n'exposer aux températures surélevées.

### **7.3. Utilisation(s) finale(s) particulière(s)**

Utilisation(s) particulière(s): Pas pertinent.

---



# FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ

Nom de produit : FeF Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) Page : 5/12  
USP/NF  
Date de révision : 2015-08-11 Imprimé : 2015-08-21  
SDS-ID: FR-FR/12.0

---

## RUBRIQUE 8: CONTRÔLES DE L'EXPOSITION/PROTECTION INDIVIDUELLE

### 8.1. Paramètres de contrôle

Valeurs limites d'exposition professionnelle :

<u>No CAS :</u>	<u>Nom chimique :</u>	<u>Comm</u> <u>e :</u>	<u>Valeurs limites :</u>	<u>Cat. :</u>	<u>Obs. :</u>	<u>Référence :</u>
-	Poussières réputées sans effet spécifique, alvéolaires	-	5 mg/m <sup>3</sup>	VME	-	VLEP
-	Poussières réputées sans effet spécifique, totales	-	10 mg/m <sup>3</sup>	VME	-	VLEP

DNEL/PNEC:

DDSE:

Toxicité aiguë (par inhalation): - Effets locaux: 0,05 mg/m<sup>3</sup>

Toxicité aiguë (dermique): - Effets locaux: 50 µg/cm<sup>2</sup>

Effet systémique à long terme - (Inhalation): 0,05 mg/m<sup>3</sup>

Effet systémique à long terme - (Dermique): 0,4 mg/kg/jour

Long terme - Effets locaux - (Dermique): 250 µg/cm<sup>2</sup>

CPSE:

Eau douce: 0.026 µg/l

Eau de mer: 0.0026 µg/l

Libération intermittente: 0.54 µg/l

ITER: 0.19 mg/l

Sol: 0.21 mg/kg

### 8.2. Contrôles de l'exposition

Mesures techniques:

Assurer une ventilation efficace. Respecter les valeurs limites d'exposition professionnelle et réduire au minimum le risque d'inhalation de poussières. Un flacon de rinçage pour les yeux devra être disponible sur le lieu de travail.

Protection individuelle:

Choisir l'équipement de protection conformément aux normes CEN en vigueur et en co-opération avec le fournisseur de l'équipement de protection.

Protection respiratoire:

Lors d'un travail produisant de la poussière : Porter un appareil respiratoire à filtre antiparticules, type P2. Le port d'un appareil respiratoire filtrant devra être limité à 3 heures par jour au maximum.

Protection des mains:

Porter des gants de protection. Les gants en nitrile sont recommandés. D'autres types de gants peuvent être indiqués par le fournisseur de gants.

Protection des yeux :

Porter des lunettes de protection/masque facial.

Protection de la peau :

Porter un vêtement de protection approprié.

Mesures d'hygiène :

Se laver les mains après le contact.

Laver les vêtements contaminés avant de les porter à nouveau.

Contrôle d'exposition lié à la protection de l'environnement :

Non disponible.

---

# FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ

Nom de produit : FeF Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) USP/NF Page : 6/12  
Date de révision : 2015-08-11 Imprimé : 2015-08-21  
SDS-ID: FR-FR/12.0

---

## RUBRIQUE 9: PROPRIÉTÉS PHYSIQUES ET CHIMIQUES

### 9.1. Informations sur les propriétés physiques et chimiques essentielles

Aspect : Une poudre cristalline blanche ou presque blanche.  
Fabrication de substances.: Solution.

Odeur : Non disponible.

Seuil olfactif: Non disponible.

pH : 4-6 (100 g/l)

Point de fusion/point de congélation: 237°C (101,3 kPa)

Point d'ébullition : Pas pertinent. Se dégrade avant le point d'ébullition

Point d'éclair : Pas pertinent. Solide.

Taux d'évaporation: Négligeable.

Inflammabilité (solide, gaz): Non inflammable

Limites d'explosion : Pas pertinent.

Pression de vapeur : < 0,001 Pa (25°C) (calculé)

Densité de vapeur: Pas pertinent.

Densité relative : 0,5 (20°C)

Solubilité : Soluble dans l'eau.  
55 g/l (20°C)

Coefficient de partage (n-octanol/eau) : log Kow: 3,18 (20°C)

Temperature d'auto-inflammation (°C): 210°C (1013 hPa)

Température de décomposition (°C) : >200°C

Viscosité: Pas pertinent. Solide.

Propriétés explosives: Aucune.

Propriétés comburantes: Aucune.

### 9.2. Autres informations

Autres données : Tension superficielle : 39 mN/m (20°C) (dans l'eau 291 mg/l)

---

# FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ

Nom de produit : FeF Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) Page : 7/12  
USP/NF  
Date de révision : 2015-08-11 Imprimé : 2015-08-21  
SDS-ID: FR-FR/12.0

---

## RUBRIQUE 10: STABILITÉ ET RÉACTIVITÉ

### **10.1. Réactivité**

Réactivité: Aucuns connus.

### **10.2. Stabilité chimique**

Stabilité : Stable si les conditions de stockage prescrites sont respectées.

### **10.3. Possibilité de réactions dangereuses**

Réactions dangereuses: Aucuns connus.

### **10.4. Conditions à éviter**

Conditions/matières à éviter : Échauffement.

### **10.5. Matières incompatibles**

Matières incompatibles: Oxydants forts.

### **10.6. Produits de décomposition dangereux**

Produits de décomposition dangereux : Si chauffé à plus de '200°C, les substances suivantes seront libérées : Bromures d'alkyl. Amines.

---



---

**Titre :** Mousse Minérales : Développement, Structure Porale et Propriétés d'usages.

**Mots clés :** Mousse aqueuse, Mousse minérale, Tensioactif, Rhéologie, Propriétés d'usage, Structure porale.

**Résumé :** Les mousses minérales constituent une alternative intéressante pour obtenir des produits constructifs allégés et isolants. Cinq tensioactifs (synthétiques et protéiniques) sont sélectionnés pour cette étude. Leur capacité à réduire la tension de surface et à produire des mousses aqueuses stables est évaluée. Une classification des tensioactifs est proposée. Des mousses minérales à base de gypse et de chaux sont alors produites par moussage direct ou par pré-moussage en faisant varier le temps de malaxage, le type de tensioactif, son dosage et le taux de gâchage. Considérer une mousse minérale comme un mélange d'une mousse aqueuse et d'une suspension concentrée permet d'interpréter les pertes de stabilité constatées ainsi que les réponses rhéologiques des mousses à l'état frais. .

Ces mousses sont caractérisées à l'état durci en distinguant les contributions des porosités associées aux bulles et à la matrice. Les performances thermiques, mécaniques, hygriques et les perméabilités à l'air et à la vapeur d'eau des mousses sont évaluées. Les interactions entre la formulation, les conditions de moussage et les propriétés d'usage des mousses sont discutées. Pour compléter l'analyse, les structures porales des mousses minérales sont confrontées à celles des mousses aqueuses. Les différents résultats obtenus permettent d'identifier les meilleurs compromis de production au regard de performances ciblées.

---

**Title :** Mineral Foams: Development, Poral Structure and Use Properties.

**Keywords :** Aqueous foam, Mineral foam, Surfactant, Rheology, Use properties, Poral structure.

**Abstract :** Mineral foams represent an interesting alternative to obtain lightweight and insulating construction materials. Five surfactants (synthetic and protein-based) are selected for this study. Their ability to reduce surface tension and to produce stable aqueous foams is evaluated. A classification of surfactants is proposed. Mineral foams based on gypsum and lime are then produced using direct foaming method or using pre-foaming method varying the mixing time, the type of surfactant, its dosage and the mixing ratio. Considering a mineral foam as a mixture of an aqueous foam and a concentrated suspension allows the interpretation of the stability lost and the rheological responses of the foams at the fresh state.

These hardened foams are characterized analysing the contributions of the porosities associated to the bubbles and to the matrix. The thermal, mechanical, hygric performances and the air and water vapor permeabilities of the foams are evaluated. The interactions between formulation, foaming conditions and the use properties of the foams are discussed. To complete the analysis, the poral structures of mineral foams are compared with those of aqueous foams. The different obtained results allow the identification of the best production compromises with respect to targeted performances.