
Béton cellulaire à base d'éco-liants

C. Baux¹, C. Lanos², A. Phelipot-Mardelé², E. Gutierrez Ramirez²

¹ Société K&Co, 84300 Cavaillon

² UEB - LGCGM, Equipe Matériaux Thermo-Rhéologie, INSA-IUT, Rennes, annabelle.phelipot@univ-rennes1.fr

...

RÉSUMÉ. Du fait de leur faible impact CO₂, les ciments sur-sulfatés sont intéressants à prendre en considération. Ils sont utilisés dans la présente étude pour produire des mousses minérales. Une large gamme de densité des mousses CSS est étudiée. Les performances mécanique et thermique des différents matériaux alvéolaires obtenus sont estimées et comparées aux performances de bétons cellulaires et bétons de chanvre. Les caractéristiques physiques des mousses sont analysées (taille des pores, épaisseur des parois, connectivité des bulles...). Les performances obtenues s'avèrent très pertinentes montrant tout l'intérêt du développement de tels matériaux formulés à partir de sous-produits particulièrement présents dans certains pays (Algérie, Inde).

ABSTRACT. Because of their low environmental footprint, super-sulfated cements are to be considered. They are used, in this paper, to obtain mineral foams. Several foamed SSC specimens are made with a large range of density. The mechanical and thermal performances of SSC specimens are assessed and compared with the performances of cellular concretes and hemp concretes. The physical characteristics of SSC foams are analyzed: bubbles size, thickness of walls and connectivity of bubbles. Their performances turn out to be very relevant, showing all the interest of the development of such materials formulated from particularly present by-products in some countries (Algeria, India).

MOTS-CLÉS : ciment sur-sulfaté, mousse minérale, densité, résistance mécanique, conductivité thermique.

KEY WORDS: super-sulfated cement, mineral foam, density, mechanical strength, thermal conductivity.

1. Introduction

Les techniques de production de béton cellulaire sont maîtrisées depuis plusieurs décennies et l'utilisation de tels bétons pour réaliser l'enveloppe de bâtiments est commune. La fabrication du béton cellulaire repose sur une synthèse hydrothermale d'un liant de type silicate de calcium obtenu à partir d'un mélange de chaux et de silice. L'aspect alvéolaire est induit par l'ajout de poudre d'aluminium dans le mélange basique, ce qui conduit à la libération d'hydrogène. Le bullage est accompagné de la formation d'hydrates C_3AH_6 produits par réaction de l'hydroxyde d'aluminium avec la chaux, conduisant à un raffermissement suffisant de la pâte permettant de stabiliser la forme du matériau en expansion. Un traitement de cure, généralement une synthèse hydrothermale, favorise ensuite la formation de tobermorite $C_5S_6H_5$ (silicate de calcium) par réaction de la chaux sur la silice. Dans leur gamme courante de masse volumique (400 à 600 kg/m^3), ces matériaux présentent un compromis acceptable en termes d'isolation thermique et de performances mécaniques. La conductivité thermique de tels matériaux reste comprise entre 0,1 et 0,2 W/(mK). Les propriétés mécaniques sont suffisantes pour garantir une utilisation du béton cellulaire en bloc constructif assurant le rôle structurel sur une à deux hauteurs d'étage (résistance en compression de 4 à 7 MPa).

Des travaux récents portant sur la caractérisation des propriétés thermiques et mécaniques de mousses de gypse (Baux *et al.*, 2011) montrent que certaines techniques d'élaboration de mousse permettent d'atteindre les ordres de grandeurs des performances du béton cellulaire. L'optimisation de tels produits passe par une diminution de la taille des alvéoles (et la multiplication de leur nombre) ainsi qu'une réduction de l'épaisseur des parois. Le contrôle de ces paramètres est directement lié au comportement rhéologique de la matrice minérale et du comportement des interfaces air-fluide (tensions de surface). En parallèle, le mélange doit être caractérisé par une rigidification suffisamment rapide (par exemple par effet de prise hydraulique) pour stabiliser la mousse dans la configuration choisie.

L'objectif de cette étude est d'analyser les performances de mousses minérales formulées sur la base d'un liant composé essentiellement de sous produits industriels : un gypse de synthèse traité et un laitier. L'objectif est de créer une matrice minérale formulée à partir de déchets industriels dont les propriétés sont meilleures que celles du gypse cellulaire en se rapprochant de celles des silicates de calcium du béton cellulaire. La technique de fabrication de mousse minérale utilisée reste identique à celle décrite dans (Baux *et al.*, 2011). Aucun ajout métallique n'est nécessaire et aucune synthèse hydrothermale n'est requise, conférant un faible impact environnemental à la phase de fabrication de ces mousses. Le liant utilisé est caractérisé par un temps de prise court, particulièrement adapté à un procédé de production requérant un démoulage rapide. Cette technique permet d'envisager la constitution d'échantillons de mousse dont les masses volumiques sont ajustables sans changer la formulation de la matrice minérale.

Les conditions de structuration de la mousse et les performances mécaniques et thermiques des échantillons présentant des masses volumiques variables sont évaluées et comparées à celles obtenues sur des matériaux alvéolaires plus complexes à produire (béton cellulaire, béton mousse) ou à celles d'éco-matériaux à base de granulats végétaux.

2. La matrice minérale

Le mélange minéral utilisé pour formuler la matrice des mousses est constitué essentiellement d'un sulfate de calcium et de laitier moulu. Ce liant relève de la dénomination ciment sur-sulfaté CSS (NF EN 15743, 2010)(EN 15167-1, 2006). Dans de tels liants le dosage en sulfate de calcium est compris entre 5 et 20%. Le rôle de ce composé est d'activer la réaction d'hydratation du laitier. Les mécanismes liés à de telles réactions ont fait l'objet de nombreuses études parfois anciennes (Stark, 1999)(Erdem *et al.*, 1993)(Bijen *et al.*, 1981) . Il ressort de ces bases bibliographiques que les réactions de durcissement des CSS restent lentes et les niveaux de résistance faibles. Ces résultats sont à réévaluer en présence de composants particulièrement réactifs.

Le sulfate de calcium utilisé est du Kerysten® (sulfate de calcium anhydre produit par K&Co). Il est obtenu par cuisson flash d'un gypse (naturel ou de synthèse) : teneur en $\text{CaSO}_4 > 92\%$, $D_{50} = 10 \mu\text{m}$, densité absolue = 2,6, surface BET $\text{N}_2 = 8,3 \text{ m}^2/\text{g}$. Le Kerysten® est un liant hydraulique caractérisé par une réactivité très importante.

Le laitier utilisé est un laitier de haut fourneau granulé moulu conforme à la norme NF EN 15167-1 de 2006 : diamètre des particules compris entre 5 et 30 μm , refus à 32 $\mu\text{m} = 3$ à 5%, densité absolue = 2,89, surface spécifique Blaine = 4300 cm^2/g . Ce laitier moulu présente une réactivité importante.

Tableau 1. Composition chimique du laitier utilisé (% massique).

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	TiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	Cl ⁻	S ²⁻
35.9	11.2	0.3	42.3	8.0	0.4	0.7	0.5	0.3	0.2	0.01	1.0

Du ciment Portland (CEMI 52,5R) est ajouté en tant que stabilisateur alcalin (dosage inférieur à 5%).

Afin de formuler une pâte minérale très concentrée, un fluidifiant est intégré dans la composition. Le fluidifiant utilisé est produit par K&Co : SemperActis® SP20. C'est un fluidifiant poudre à base de polycarboxylate, particulièrement bien adapté aux sulfates de calcium. Il est dosé à 0,7 % de la masse de liant formulé. Le dosage en eau de la pâte a été optimisé de façon à garantir une fluidité optimale sans induire de phénomènes de ségrégation. Le critère d'étalement retenu correspond à un étalement de 250 mm mesuré au diamètre d'étalement avec l'anneau FLS (norme

ISO DIN 3050). Le dosage optimum en eau a ainsi été fixé à 24 % de la masse de liant formulé.

Un tensio-actif nécessaire à la stabilisation des interfaces air-fluide a également été introduit dans la formulation. Le tensio-actif utilisé est fourni par Sika : AER® Poudre. Son dosage est resté identique pour tous les échantillons produits. Il correspond à un dosage de 0,08 % de la masse de liant formulé.

La connaissance des composants de la matrice minérale permet d'estimer la masse volumique absolue théorique de la pâte fraîche (2080 kg/m^3). La mesure de la densité apparente de la pâte fraîche (1790 kg/m^3) permet alors d'estimer à 0,86 la compacité de la matrice fraîche non moussée.

L'étalement de 250 mm mesuré sur la pâte avec l'anneau FLS permet d'estimer son seuil de mise en écoulement à 2,3 Pa (Roussel *et al.*, 2005)(Roussel *et al.*, 2006). Les conditions de rigidification de cette pâte ont été analysées à l'aide d'un test de rhéométrie. Un échantillon de pâte est placé entre les plateaux circulaires parallèles (diamètre 40 mm, entrefer 1,5 mm) d'un rhéomètre à géométrie plan/plan (Malvern Kinexus). La fréquence est de 5 Hz. Les conditions de sollicitation permettent de garantir que les déformations induites restent dans le domaine visco-élastique linéaire. Les modules de cisaillement élastique G' et visqueux G'' et l'effort normal exercé par l'échantillon sur les plateaux sont identifiés durant 5 minutes. Le début de l'essai correspond à un âge de l'échantillon de 3 min 15 s (la référence de temps correspond à la mise en eau lors du mélangeage).

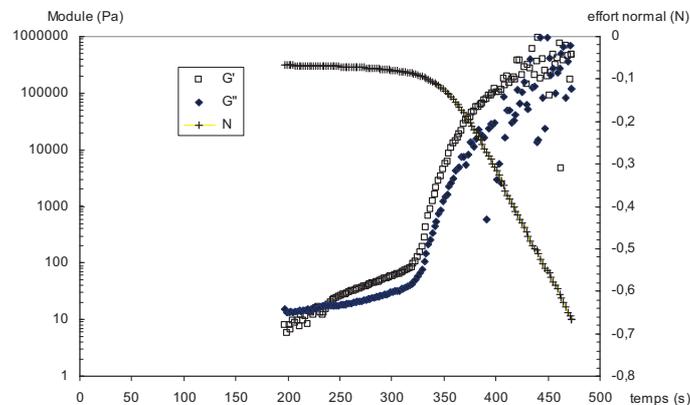


Figure 1. Caractérisation de la prise : évolution des modules de rigidité et visqueux (G' et G'') ainsi que de l'effort normal en fonction du temps. Test oscillant réalisé avec une géométrie plan-plan.

La Figure 1 permet de constater que la croissance des modules est très rapide à partir de 5 minutes. La prise se traduit par une multiplication par 1000 des modules. La rigidification est globalement achevée avant 10 minutes. On peut constater en parallèle que la rigidification est associée à une décroissance de l'effort normal. La prise du liant se caractérise donc par un effort de traction sur les plateaux qui doit

être interprété comme étant une conséquence d'un retrait et/ou d'une mise en dépression du fluide interstitiel. L'apparition de tels phénomènes est citée par (Amziane, 2006) dans le cas de la prise de BAP dans des coffrages. Le début de prise mesuré à l'appareil Vicat correspond à 11 minutes.

Des échantillons prismatiques ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$) de pâte de CSS permettent d'évaluer les performances mécaniques de la matrice. Ces échantillons subissent une cure équivalente à celle imposée aux échantillons de mousse. Pour une masse volumique apparente de 1830 kg/m^3 , la matrice minérale durcie est caractérisée par :

- Une résistance à la compression de : 46,7 MPa
- Une résistance à la traction par flexion (3 points) de : 2,7 MPa
- Un module élastique dynamique (méthode acoustique) de : 21,4 GPa

Des mesures réalisées avec la méthode du fil chaud permettent d'évaluer la conductivité thermique de la matrice durcie à $0,781 \text{ W/(mK)}$.

Le liant CSS utilisé est également caractérisé par un pH (mesuré sur une suspension de liant durci réduit en poudre dans de l'eau distillée) compris entre 7 et 8. La masse volumique absolue de la matrice durcie est de 2200 kg/m^3 .

3. Protocole et programme expérimental

La méthode de production des mousses utilisée est une méthode dissociée. Le malaxage est suivi de l'expansion de la mousse sans délai entre les deux étapes. Pour le malaxage, un malaxeur de paillasse traditionnel (type Hobart) est utilisé. Le protocole de mélangeage est le suivant : 2 kg de liant sont malaxés pendant 2 min à vitesse lente, l'ajout de l'eau (origine temporelle) est suivi d'un malaxage de 50 s à vitesse lente, puis de 70 s à vitesse rapide. Après malaxage le générateur à mousse est utilisé pour remplir des moules cylindriques (hauteur 200 mm, diamètre 80 mm). Le réglage du taux d'expansion permet d'obtenir des mousses de densité très variables. Les échantillons sont laissés dans leur moule jusqu'à durcissement. Le démoulage est réalisé environ 60 minutes après coulage. Les échantillons sont alors immergés dans de l'eau à 40°C pendant 10 jours afin d'optimiser la réaction de durcissement du CSS. Ils sont ensuite égouttés puis conservés en salle sèche à 23°C et 50 % HR jusqu'à stabilisation de la masse.

La cure par immersion à température moyenne permet d'optimiser la réaction d'hydratation du CSS (Baux *et al.*, 2011b) sans induire un coût énergétique de cure prohibitif. Ainsi, des performances satisfaisantes sont obtenues avec des délais de fabrication qui restent acceptables.

4. Caractérisation

Des échantillons de mousse minérale de masse volumique variable (entre 500 kg/m^3 et 1800 kg/m^3) sont obtenus. Chaque échantillon est débité en trois parties. La zone centrale de l'échantillon est destinée à la caractérisation du comportement mécanique. Elle présente un élanement de 1. Les plans de coupe

permettent une analyse visuelle de l'état interne des échantillons. Les conditions de connectivité entre bulles, de cristallisation en surface de bulle et au cœur de la matrice minérale sont ainsi identifiées.

Des mesures de conductivité thermique sont réalisées sur les deux plans de coupe en insérant entre les deux surfaces la sonde de mesure de conductivité thermique (méthode du fil chaud - CTmètre).

La mesure d'un module élastique par méthode acoustique est réalisée sur la zone centrale de l'échantillon à l'aide d'un appareil à ultrason de type Pundit 6 au travers de la mesure du temps de propagation des ondes ultrasoniques dans le matériau.

Un essai de compression est réalisé sur la zone centrale de l'échantillon. L'essai est réalisé à l'aide d'une machine universelle en imposant une vitesse de déplacement constante (1 mm/min) d'un des plateaux de la presse. Cet essai permet d'estimer la résistance en compression de la mousse minérale ainsi que le caractère ductile ou fragile de la rupture.

L'influence du taux d'expansion de la mousse minérale sur l'ensemble des paramètres caractéristiques évalués est étudiée.

5. Résultats et interprétations

5.1. Texture des mousses

La texture des mousses minérales obtenues et différentes caractéristiques physiques et chimiques sont évaluées : connectivité des bulles, conditions de cristallisation et d'orientation de la matrice minérale... On constate sur la Figure 2 que le fait de modifier le taux d'expansion des mousses se traduit par l'évolution de la taille des bulles sans trop altérer la connectivité entre alvéoles. La couleur verte des éprouvettes est induite par la présence de sulfures de fer et manganèse. Elle apparaît rapidement après fabrication des éprouvettes et se maintient durant la cure immergée. A termes, ces sulfures s'oxydent à l'air pour produire des sulfates, de couleur gris clair.

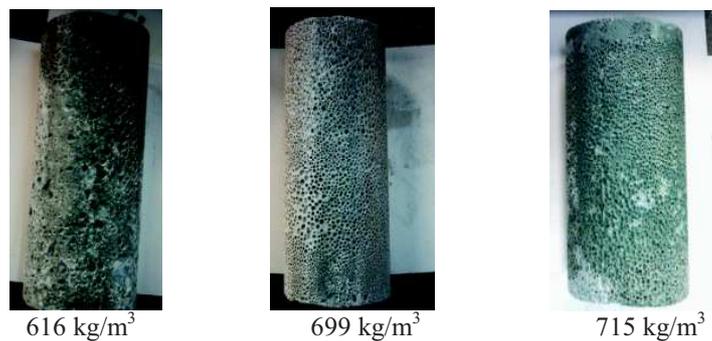


Figure 2. Différentes mousses obtenues avec le même dosage de la matrice et des taux d'expansion différents.

Pour des densités inférieures à 600 kg/m^3 , la connectivité des alvéoles croît considérablement. Dans ce cas, la membrane devient trop fine, et les connexions entre bulles prennent une forme de disque creux dont le contour peut être assez irrégulier (cf. Figure 3a).

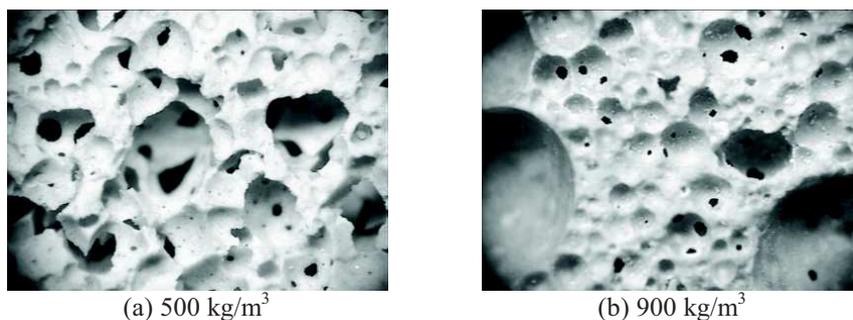


Figure 3. Connectivité des alvéoles pour deux densités de mousse différentes (base de la photo = 5 mm).

Vis-à-vis de la cristallisation de la matrice solide, on peut constater qu'une néoformation cristalline se développe sur les surfaces des alvéoles. La matrice est d'aspect vitreux alors que les cristaux néoformés prennent un aspect floconneux. Ces formations correspondent vraisemblablement à la formation des sulfates (Figure 4).

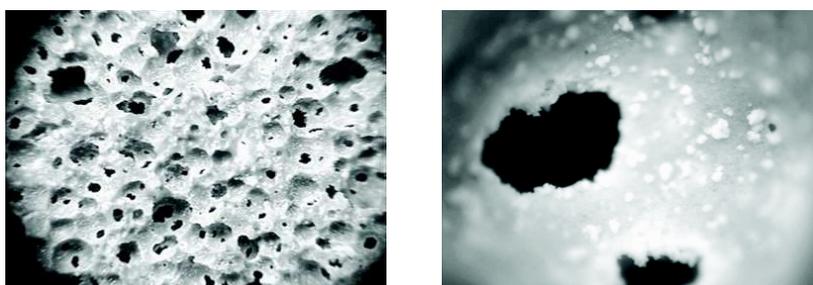


Figure 4. Néoformation de cristaux sur la surface des alvéoles (gauche : vue générale (base de la photo = 5mm), droite : vue détaillée (base de la photo = 1mm)).

5.2. Caractérisation thermique

Les performances mécaniques et thermiques des échantillons présentant des masses volumiques variables (entre 500 et 1800 kg/m^3) sont évaluées et comparées à celles obtenues sur des matériaux alvéolaires plus complexes à produire (béton cellulaire, béton de polystyrène) ou à celles d'éco-matériaux à base de granulats végétaux et de mousses de gypse.

Vis-à-vis des performances thermiques, l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique est régulière. Les performances des différents matériaux testés sont assez semblables, la tendance des mousses de CSS étant légèrement décalée vers des valeurs plus faibles de la conductivité (Figure 5).

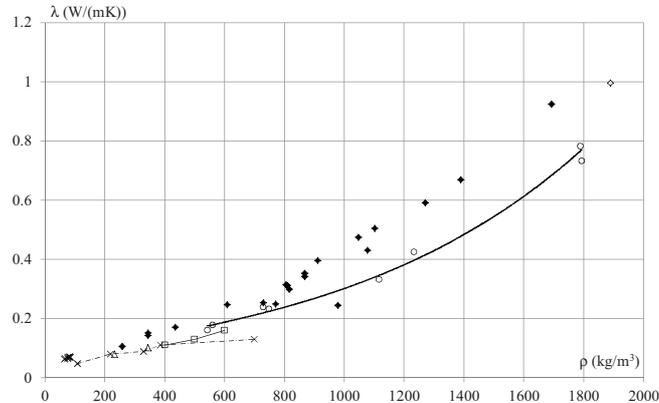


Figure 5. Evolution de la conductivité thermique vs la masse volumique : rond : mousses CSS, losange : Mousses de gypse, croix : béton de chanvre et paille, carré : béton cellulaire, triangle : béton de polystyrène.

5.3. Caractérisation mécanique

Le comportement des mousses CSS en compression présente une phase élastique nette (Figure 6). On peut distinguer un module de compressibilité du module élastique mesuré sur les cycles de chargement. La partie post pic de la courbe déformation–contrainte est caractérisée par une réponse relativement linéaire. Ce comportement ductile est essentiellement lié à l'effondrement progressif de la structure de la mousse.

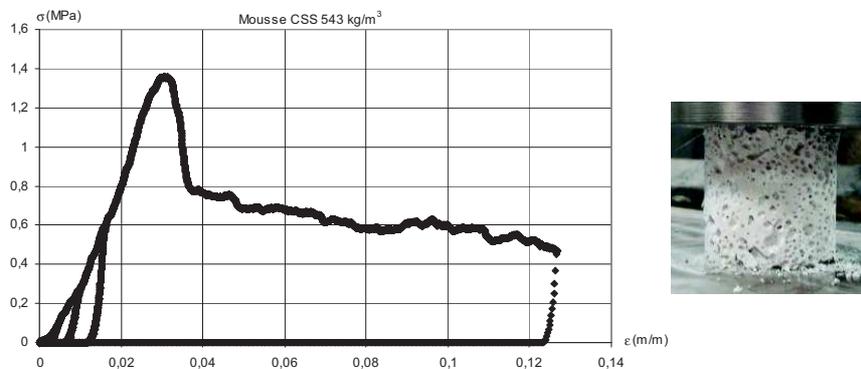


Figure 6. Essai de compression : courbe contrainte vs déformation

L'évolution des propriétés mécaniques mesurées sur les mousses CSS en fonction de la masse volumique peut être confrontée aux modèles traditionnels (Jones *et al.*, 1998). Pour une matrice poreuse élastique, ces modèles proposent :

$$E = E_0 (\rho/\rho_0) \quad [1]$$

$$\sigma = \sigma_0 (\rho/\rho_0)^2 \quad [2]$$

où E_0 est le module élastique de référence de la matrice, ρ_0 la masse volumique de la matrice et σ_0 la contrainte de rupture de la matrice. Ce type de modèle est

adapté à la caractérisation du comportement mécanique du bois (Jones *et al.*, 1998) ou de composites tels que le béton de chanvre (Elfordy *et al.*, 2008)].

Le module élastique (méthode acoustique) mesuré sur les mousses CSS évoluent globalement linéairement en fonction de la masse volumique, conformément au modèle (équation [1]), corrigé par un décalage d'origine (Figure 7).

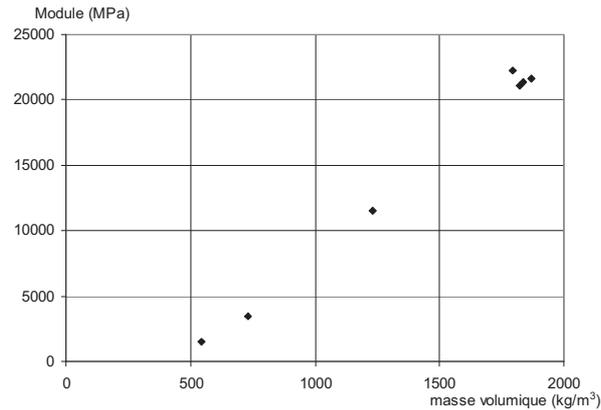


Figure 7. Evolutions du module d'Young dynamique (méthode acoustique) en fonction de la masse volumique.

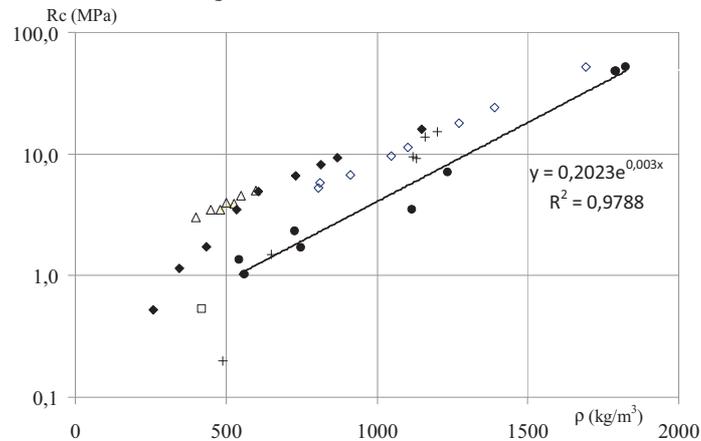


Figure 8. Evolutions de la résistance en compression en fonction de la masse volumique : rond : mousses CSS, losanges et croix : mousses de gypses (Baux *et al.*, 2011), triangle : béton cellulaire, carré : béton de chanvre.

Les contraintes de rupture obtenues pour les échantillons de mousses CSS sont évaluées et comparées à celles obtenues sur des matériaux alvéolaires plus complexes à produire (béton cellulaire) ou à celles d'éco-matériaux (Figure 8). Les résultats montrent que les mousses CSS testées présentent des résistances globalement plus faibles que celles des matériaux de référence. L'ajustement sur un modèle de type exponentiel semble plus adapté que le modèle de l'équation [2].

6. Conclusions

Le développement de produits constructifs à base de CSS permet de valoriser différents déchets industriels (gypses de synthèse, laitiers...). Les mousses de CSS constituent une solution dont les performances générales sont satisfaisantes. Les conductivités thermiques mesurées sont très pertinentes, en particulier pour une gamme de masse volumique comprise entre 800 kg/m^3 et 1600 kg/m^3 . De telles mousses présentent une structure alvéolaire assez fermée. Obtenir des masses volumiques inférieures à 500 kg/m^3 devient difficile en raison d'une structure porale très connectée et fragile. Dans de tels cas les mousses de gypse semblent plus appropriées. Les résistances mécaniques des mousses CSS, bien que limitées, restent compatibles avec des applications constructives de type bloc de remplissage ou paroi non porteuse. La rigidité et la résistance en compression des mousses CSS restent très largement supérieures à celles d'éco-matériaux tels que les bétons de chanvre (minimum pour les bétons de chanvre : module : $> 20 \text{ MPa}$, $R_c : > 0,3 \text{ MPa}$). Les performances obtenues s'avèrent donc très pertinentes montrant tout l'intérêt du développement de tels matériaux formulés à partir de sous-produits particulièrement présents dans certains pays (Algérie, Inde). Une optimisation de la formulation de la matrice des mousses CSS et des conditions de cure doivent conduire à une progression sensible de ces résultats (Baux *et al.*, 2011b).

7. Bibliographie

- Amziane S. : Setting Time Determination of Cementitious Material on Measurements of the Pore Water Pressure Variations. *Cement and Concrete Research*, 36, pp.295-304, 2006.
- Baux C., Lanos C., Phelipot-Mardelé A. : Mineral Foams with improved performances. *Annales du BTP*, n°1, p. 53-57, février 2011.
- Baux C., Laurans M., Lanos C., Pierre A., Guilbert J., Guillaume M. : Performances des ciments sur-sulfatés. *AUGC 2011, Tlemcen*, Algérie, mai 2011.
- Bijen J., Niël E.: Supersulphated cement from blastfurnace slag and chemical gypsum available in the Netherlands and neighbouring countries. *Cem. Conc. Res.*, vol. 11, n° 3, pp. 307-322, 1981.
- Elfordy S., Lucas F., Tancret F., Scudeller Y., Goudet L.: Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete ("hemcrete") manufactured by a projection process. *Construction and Building Materials*, 22(10), pp. 2116-2123, 2008.
- Erdem E., Ölmez H. : The mechanical properties of supersulphated cement containing phosphogypsum, *Cem. Conc. Res.*, vol. 23, n° 1, pp. 115-121, 1993.
- Jones DRH, Ashby MF. : *Engineering materials volume 2: an introduction to microstructures, processing and design*. Oxford: Butterworth-Heinemann Ltd; 1998, ISBN 0750640197.
- NF EN 15743 avril 2010 : Ciment sur-sulfaté. Composition, spécifications, et critères de conformité.
- NF EN 15167-1 sept 2006 : Laitier granulé de haut-fourneau moulu pour utilisation dans le béton, mortier et coulis. - Partie 1 : définitions, exigences et critères de conformité ;
- Roussel N., Coussot P. : Fifty-cent rheometer for yield stress measurements: From slump to spreading flow. *Journal of Rheology*, 49(3) 705-718, 2005.
- Roussel N., Coussot P. : Ecoulements d'affaissement et d'étalement : modélisation, analyse et limites pratiques. *Revue Européenne de Génie Civil*, vol. 10(1), 25-44, 2006.
- Stark J. : Modern concrete materials: binders, addition and admixtures, Londres, Editions Thomas Telford Ltd., pp. 349-360, 1999.
- Jones DRH, Ashby MF. : *Engineering materials volume 2: an introduction to microstructures, processing and design*. Oxford: Butterworth-Heinemann Ltd; 1998, ISBN 0750640197.