



HAL
open science

Structure porale de mousses minérales

Gabriel Samson, Annabelle Phelipot-Mardelé, Christophe Lanos

► **To cite this version:**

Gabriel Samson, Annabelle Phelipot-Mardelé, Christophe Lanos. Structure porale de mousses minérales. 33ème Rencontres Universitaires de Génie Civil - Entre Terre et Mer, Université de Pau et des Pays de l'Adour, May 2015, Bayonne, France. pp.1057-1066. hal-01167751

HAL Id: hal-01167751

<https://hal.science/hal-01167751>

Submitted on 24 Jun 2015

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.

Structure porale de mousses minérales

Samson G.¹, Phélipot-Mardelé A.¹, Lanos C.¹

¹ UEB – LGCGM, équipe Matériaux Thermo-Rhéologie, INSA - IUT Rennes - 3 rue du Clos Courtel BP 90422 35704 Rennes Cedex 7 - annabelle.phelipot@univ-rennes1.fr

RÉSUMÉ. Les mousses minérales étudiées sont réalisées principalement avec un sulfate de calcium anhydre réactif et un faible taux de gâchage conduisant à la formation d'une suspension très concentrée. Pour garantir la stabilité des mousses jusqu'à la prise des liants, six tensioactifs sont testés. La méthode de moussage employée permet de cibler différentes valeurs de masse volumique durcie ($250 < \rho < 800 \text{ kg/m}^3$) à partir d'une même composition. Les paramètres de l'étude sont la masse volumique des mousses et le dosage en tensioactifs. La conductivité thermique et la résistance mécanique sont évaluées ainsi que la structure porale des mousses minérales dont la granulométrie est obtenue par analyse d'images réalisées en 2D sur un plan de coupe. La conductivité thermique s'avère essentiellement liée à la masse volumique. La résistance à la compression et la structure porale sont largement affectées par la masse volumique mais aussi par le type et le dosage en tensioactif. Les résistances optimales correspondent à la structure porale la plus fine et la plus monodisperse. Ces constats sont traduits à l'aide de paramètres classiquement utilisés pour caractériser les courbes granulométriques. A l'issue de l'étude, l'interaction entre le tensioactif et la structure porale est donc comprise.

....

ABSTRACT. The studied mineral foams are mainly composed of reactive anhydrous calcium sulfate mixed with a small water to binder ratio leading to a highly concentrated mineral suspension. To ensure the foam stability until binders setting, six foaming agents are tested. The employed foaming method allows targeting different dry foam densities ($250 < \rho < 800 \text{ kg/m}^3$) with the same composition. The parameters of the study are the foam samples density and the foaming agent content. The thermal and mechanical properties are investigated as well as the porous structure of mineral foams analysed through the study of the porous surface granulometry realised on 2D cross section. The thermal conductivity appears to be proportionally linked to the density. In contrast, compressive strength and foams porous structure depend on density and on the foaming agent nature and content. The best mechanical strength corresponds to the most monodisperse and the finest porous structure. These results are translated using parameters classically used to characterize the grading curves. Foaming agents impacts on foam structure is then understood.

....

MOTS-CLÉS : Mousse minérale, tensioactif, structure porale, analyse d'image, résistance à la compression.

KEY WORDS: Mineral foam, foaming agent, porous structure, image analysis, compressive strength.

1. Introduction et objectifs

Globalement au sein d'un pays développé, le chauffage et la climatisation représente 60 % de l'énergie consommée dans les bâtiments [ZHE 10, OZE 11]. Les transferts thermiques au niveau de l'enveloppe des bâtiments sont les principaux responsables des besoins énergétiques pour le chauffage et le refroidissement des bâtiments. Afin de limiter l'incidence de l'enveloppe sur ces déperditions thermiques, les matériaux de remplissage couramment utilisés pour les applications bâtiments présentent un bon compromis entre performances thermiques et mécaniques (béton mousse et brique creuse). L'utilisation de ce genre de matériaux légers découle de la nécessité de réduire la masse des éléments porteurs et de réduire la consommation de matières premières ainsi que d'accéder à des propriétés thermiques plus intéressantes que celles d'un béton classique par exemple [CHE 13].

Cependant, ces solutions constructives sont associées à des procédés de fabrication souvent très énergivores et requièrent l'utilisation de matières premières nobles. Dans un contexte de développement durable, le développement de matériaux autoporteurs présentant de bonnes performances thermiques est nécessaire, tant pour la construction neuve que pour la rénovation.

L'objectif de cette étude est de formuler, de caractériser et d'optimiser des mousses minérales présentant des bonnes capacités isolantes et mécaniques. Ces mousses, formulées à partir d'une suspension minérale très concentrée sont produites à l'aide d'un procédé innovant peu énergivore, la méthode dissociée. Les mousses seront utilisées en tant que matériaux autoporteurs, une résistance minimale à la compression de 2 MPa est attendue. Afin d'être considéré comme un matériau isolant, une conductivité thermique maximale de 0,2 W/(m.K) est fixée en se référant aux propriétés des bétons légers [CHE 13], béton de chanvre [AIT 13] et béton mousse [RAM 09].

De plus, afin de participer à la préservation de ressources en matériaux nobles, ces mousses minérales doivent être poreuses. Une masse volumique maximale de 600 kg/m³ est fixée. Les mousses présentées dans cet article sont principalement composées d'un liant considéré écologique, le gypse. L'ensemble des mousses sont produites avec la même formulation, seul la nature et le dosage en tensioactif varie. La densité est ajustée en réglant la quantité d'air au cours de la phase de moussage. Enfin, l'ensemble du processus de production est réalisé à température ambiante sans dégagement de gaz à effet de serre. L'analyse des performances thermomécaniques est complétée par une analyse surfacique des plans de coupe des échantillons afin de comprendre comment la nature et le dosage en tensioactif influencent la structure porale.

2. Méthodes expérimentales et matériaux

2.1. Matériaux

Le liant minéral est principalement composé de Kerysten® (90 % du liant en masse), un sulfate de calcium anhydre commercialisé par l'entreprise K&Co®. Le gypse est reconnu comme étant un liant ayant une empreinte environnementale plus faible que la plupart des autres liants. Une petite quantité de ciment Portland est ajouté (10 %) : Lafarge Le Theil - France (CEM I 52,5 N). Les suspensions minérales sont produites avec un faible taux de gâchage (E/L = 0,35) créant une suspension minérale très concentrée. Le superplastifiant SemperActis® SP20 (K&Co®) est ajouté afin d'obtenir une fluidité suffisante. Comme le Kerysten® réagit rapidement [BAU 11], du Retardan P® (Tricosal®) est ajouté pour régler la prise à environ 10 minutes.

L'expérience révèle que la présence de tensioactif est nécessaire pour maintenir la stabilité de la mousse minérale jusqu'à la prise [JON 06]. Six molécules différentes sont testées : Hostapur OSB (anionique, Clariant Produkte®), CTAB (cationique, Fef Chemicals®), Cetrimide (cationique, Fef Chemicals®), Neopor (protéine modifiée, Neopor system®), AER Sika (Sika®), Microair (acide gras, BASF®). Les propriétés des mousses minérales sont analysées en fonction de la nature et du dosage d en tensioactif (exprimé en pourcentage massique de la quantité de liant et mesuré avec une précision de 0,001 %).

2.2. Méthode dissociée

Il existe deux méthodes principales pour produire des bétons mousses. La première, se basant sur un moussage mécanique se scinde en deux méthodes assez proches. L'air peut être directement introduit pendant le malaxage rapide de l'ensemble des composants, c'est la méthode par malaxage rapide. Une autre solution consiste à tout d'abord former une mousse aqueuse qui sera progressivement insérée dans une suspension minérale, c'est la méthode par mousse préformée. La production de ces mousses minérales nécessite un fort dosage en tensioactif. Ces mousses présentent des performances mécaniques intermédiaires [SAM 15] et les très faibles masses volumiques ($\rho < 600 \text{ kg/m}^3$) sont difficilement atteignables.

La seconde méthode est la méthode de moussage chimique. Un agent expansif (de la poudre d'aluminium souvent) est introduit dans la suspension minérale. Une réaction chimique libère alors des bulles de gaz créant ainsi la structure poreuse. Afin d'atteindre des performances mécaniques satisfaisantes, ces mousses doivent subir une cure à haute température et pression entraînant une très forte consommation énergétique.

La méthode de production utilisée dans cette étude est la méthode dissociée [SAM 12] développée par le Laboratoire GCGM. La suspension minérale est formée puis moussée et coulée dans des moules cylindriques (diamètre 80 mm, hauteur 220 mm). Il n'y a aucun dégagement gazeux et les mousses sont produites à température ambiante. Le très faible dosage en tensioactif et en eau ne peut être utilisé avec une méthode de production classique (moussage mécanique ou chimique). Par soucis de confidentialité, les détails de la méthode dissociée ne seront pas présentés mais ses grands principes ainsi que la composition des mousses sont révélés.

Cette méthode permet de travailler avec un taux de gâchage relativement bas ($E/L = 0,35$) et aboutit à une suspension minérale très concentrée et à une fraction volumique solide élevée $\phi = 0,51$. Cette méthode requiert une fluidité initiale de pâte élevée, le seuil de mise en écoulement est inférieure à 5 Pa [BAU 11]. Afin d'assurer un bon maintien de la mousse fraîche et un démoulage rapide, un temps de prise d'environ 10 minutes est souhaité ce qui nécessite des essais préliminaires afin de régler les dosages en superplastifiant et retardant. L'un des principaux avantages de la méthode dissociée est de pouvoir régler la masse volumique du produit fini ($247 < \rho < 1592 \text{ kg/m}^3$) avec la même formulation de pâte. Après durcissement, démoulage et stabilisation massive des échantillons de mousse, les caractérisations thermomécaniques sont réalisées.

2.3. Propriétés à l'état frais

La masse volumique de la pâte est déterminée à l'aide d'un pot à densité de volume 250 ml avec une incertitude de mesure de 20 kg/m^3 . Le temps de prise rapide de la pâte impose l'utilisation de l'essai d'étalement à l'anneau ($H = 50 \text{ mm}$; $\phi = 60 \text{ mm}$) pour déterminer les propriétés rhéologiques de la pâte à l'état frais [ROU 05, PIE 13]. L'anneau est rempli puis levé afin de libérer la pâte. La fluidité de la pâte est déterminée en mesurant le diamètre de la galette obtenue avec une précision de $\pm 0,5 \text{ mm}$. Le seuil de mise en écoulement de la pâte est ensuite calculé [ROU 05].

2.4. Mousses durcies : propriétés thermomécaniques

La partie centrale des échantillons de mousses est sciée afin d'extraire un échantillon de 80 mm de hauteur (élanement de 1). La pesée des échantillons permet d'obtenir la masse volumique avec une précision de 30 kg/m^3 . La méthode du fil chaud permet de déterminer la conductivité thermique λ des échantillons conservés dans une pièce à température et hygrométrie ambiante (température 20°C et humidité relative 60 %) avec une incertitude de mesure de $0,005 \text{ W/(m.K)}$. Cet essai est répété trois fois sur chaque surface sciée. Ce dispositif permet d'atteindre une précision de 5 %. Cet essai est réalisé en accord avec la norme EN ISO 8894-1 [AFN 10]. Une presse universelle (Instron®, capacité 400 kN) est utilisée pour déterminer la résistance à la compression R_c . Ces essais sont pilotés en déplacement contrôlé en adaptant les normes EN 679 et EN 196 [AFN 05, AFN 06]. La vitesse de déplacement en charge est de $0,1 \text{ mm/min}$. L'incertitude obtenue sur la mesure de résistance mécanique est évaluée à $0,05 \text{ MPa}$.

2.5. Caractérisation de la structure porale

Afin de comprendre comment la nature et le dosage en tensioactif agissent sur la structure porale et les performances thermomécaniques associées, une technique de caractérisation surfacique de la structure porale est développée. Les échantillons sont sciés puis surfacés. Une analyse à l'œil nu permet de dresser les premiers constats. Cependant, la quantification précise des différents paramètres est seulement possible en utilisant un outil d'analyse d'image, ImageJ.

Le traitement efficace par le freeware ImageJ n'est possible que si un contraste important existe entre la matrice et les bulles de l'échantillon. A cette fin, une résine époxy pigmentée est utilisée. Un colorant noir sous forme de poudre très fine est ajouté à la résine liquide. Les échantillons surfacés sont encollés à l'aide de cette résine pigmentée. Après 12h de séchage, les échantillons sont à nouveau rectifiés. La matrice apparaît alors en blanc, les bulles en noirs (Figure 1 - gauche). Cette étape permet une analyse d'image de qualité à l'aide d'ImageJ (Figure 1 - droite). L'analyse d'image peut alors être réalisée sur différents échantillons pour comprendre le lien entre la nature et du dosage en tensioactif et l'évolution de la structure porale.

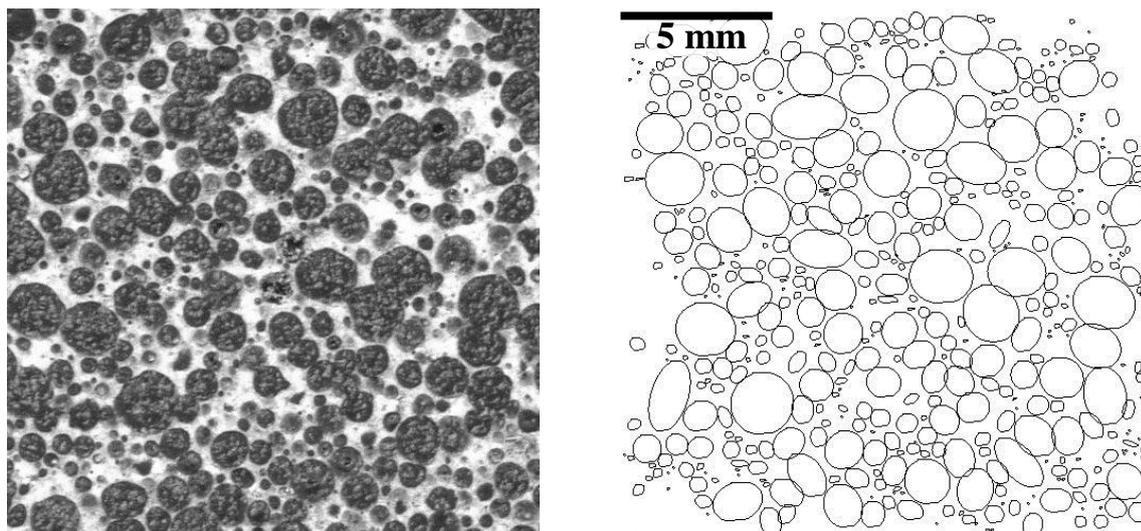


Figure 1. Mousse engluée puis rectifiée (gauche) – Image analysée par ImageJ (droite).

3. Résultats

3.1. Propriétés de la pâte fraîche

Les propriétés rhéologiques de la pâte sont étudiées avec le test à l'anneau. Les étalements constatés varient entre 140 et 310 mm. Ces valeurs, relativement hautes au regard du taux de gâchage, témoignent de l'action bénéfique du superplastifiant SP20 et de sa bonne interaction avec les différents tensioactifs. En utilisant la relation proposée par Roussel et al. [ROU 05] et Pierre et al. [PIE 13], le seuil de mise en écoulement τ_s varie entre 1 et 5 Pa ce qui est relativement faible comparativement, par exemple, à un béton autoplaçant [AFN 07] mais nécessaire au bon fonctionnement de la méthode dissociée.

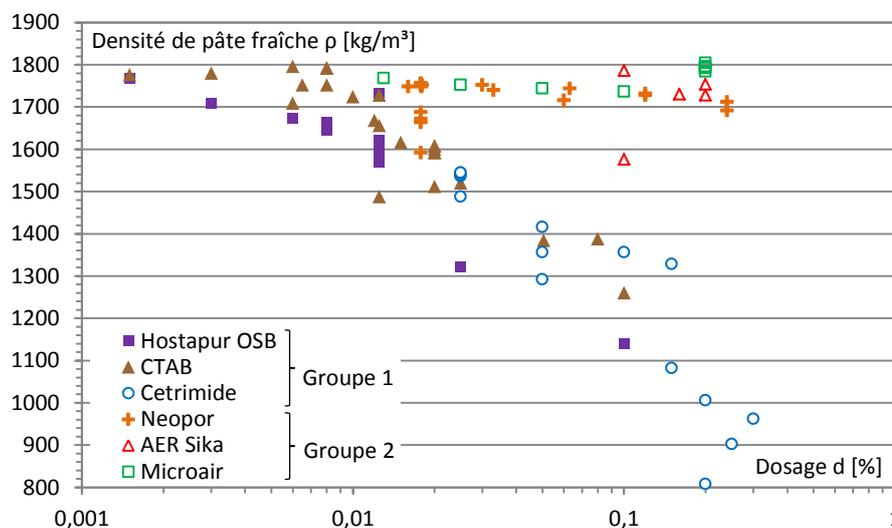


Figure 2. Evolution de la masse volumique de pâte en fonction de la nature et du dosage en tensioactif.

La masse volumique de la suspension minérale ne contenant pas de tensioactif est $\rho_0 = 1792 \pm 20 \text{ kg/m}^3$. L'ajout de tensioactif est supposé augmenter la quantité d'air occlus (taille et nombre de bulles) dans la pâte et sa stabilité en réduisant la tension de surface γ . La masse volumique de pâte varie de 808 à 1796 kg/m^3 (Figure 2) et dépend fortement de la nature et du dosage en tensioactifs. Ces derniers peuvent être divisés en deux groupes. Le premier, composé de l'Hostapur OSB, du CTAB et du Cetrimide, impacte fortement la masse volumique de pâte. Par exemple, en moyenne, un dosage d de 0,05 % entraîne une chute de 20 % de la masse volumique pour ce groupe. Cette chute atteint 50 % pour un dosage $d = 0,25$ % en Cetrimide. Ce type de tensioactif semble particulièrement adapté à la méthode dissociée, développée au LGCGM. Le second groupe, composé du Neopor, de l'AER Sika et du Microair affecte peu la masse volumique de pâte. La chute maximale constatée n'est que d'environ 10 % sur la gamme de dosages étudiée.

3.2. Propriétés des mousses minérales

118 mousses cylindriques sont produites (diamètre 80 mm, hauteur 200 mm \pm 1 mm) à l'aide de la méthode dissociée en utilisant les différents tensioactifs, à différents dosages et pour différentes masses volumiques cibles. La masse volumique de ces échantillons est obtenue par pesée avec une incertitude de mesure de 30 kg/m³. Ces valeurs sont comparées à la masse volumique de l'échantillon durci ne contenant pas de tensioactif ($\rho_{m,0} = 1564 \pm 30$ kg/m³) pour obtenir la porosité totale $\Phi = 1 - \rho/\rho_{m,0}$. Les valeurs de porosité obtenues varient entre 48,6 % et 84,5 %.

Les structures porales observées dépendent de la nature et du dosage en tensioactif et de la masse volumique cible. La Figure 3 présente six vues en coupe d'échantillons obtenus avec du CTAB et du Microair. Pour ces deux tensioactifs, le dosage en tensioactif est maintenu constant, seules les masses volumiques cibles, obtenues en contrôlant les paramètres de la méthode dissociée, varient.

La réduction de la masse volumique (de 551 à 254 kg/m³) des mousses minérales de CTAB voit le passage d'une structure plutôt fine polydisperse peu communicante à une structure plutôt monodisperse composée de bulles très communicantes. L'évolution de structure porale induite par une réduction de densité est réalisée avec une évolution très différente pour les mousses de Microair ($d = 0,2$ %). La mousse présentant la plus forte masse volumique ($\rho = 646$ kg/m³) est plutôt polydisperse. La mousse Microair de faible densité est composée de bulles non connectées. Ces quelques vues en coupe permettent de constater que le tensioactif impacte fortement la structure porale.

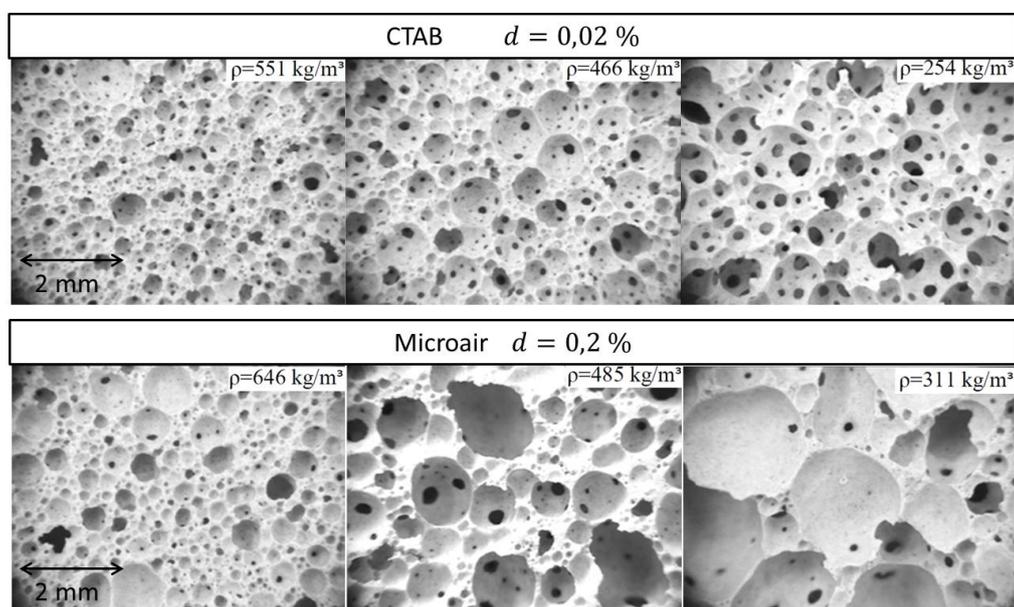


Figure 3. Vue en coupe – Dosage en tensioactif constant.

La Figure 4 révèle que plusieurs valeurs de conductivités thermiques sont atteintes pour chaque masse volumique. La conductivité thermique de l'échantillon sans tensioactif est $\lambda_0 = 0,63$ W/(m.K). L'ensemble de ces résultats suit néanmoins la même tendance générale, la conductivité thermique est plus ou moins proportionnelle à la masse volumique, comme indiqué par [LAN 10]. Les mousses minérales de masse volumique inférieure à 600 kg/m³ présentent une conductivité thermique inférieure à 0,2 W/(m.K). Les objectifs de conductivité thermique maximale et de masse volumique sont satisfaits par la plupart des mousses minérales produites. Au regard de ces deux objectifs, le Neopor semble être le meilleur tensioactif car il permet d'atteindre les conductivités thermiques les plus basses.

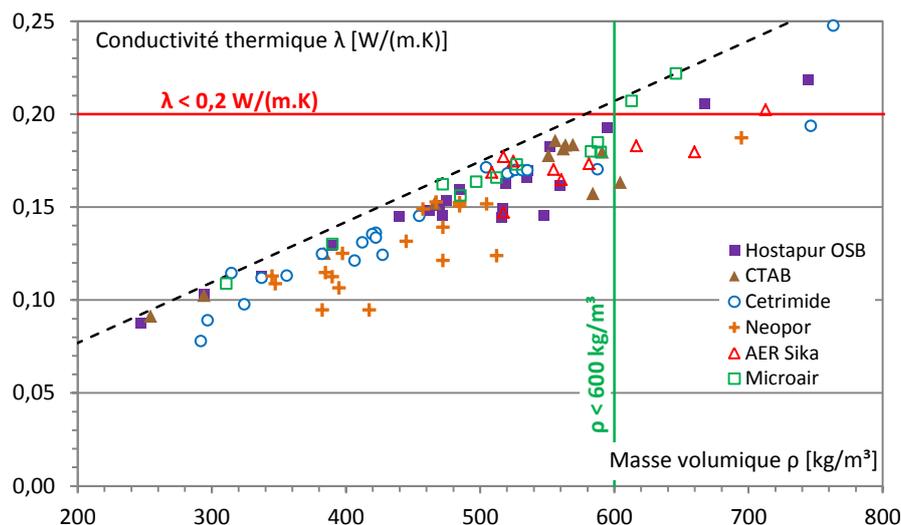


Figure 4. Conductivités thermiques des mousses en fonction de la masse volumique.

Entre 247 et 600 kg/m³, les valeurs conductivités thermiques présentent une enveloppe linéaire maximale, $\lambda = 3,3 \times 10^{-4} \rho - 0,012$ (ligne en pointillés noirs - Figure 5). Une réduction de 100 kg/m³ de la masse volumique permet de diminuer la conductivité d'environ 0,033 W/(m.K). Cette valeur est plus faible que la baisse de 0,04 W/(m.K) constatée par [WEI 80] pour des bétons mousses plus denses (600 < ρ < 1850 kg/m³). Cependant, les liants utilisés et la gamme de densité étudiée étant différents, cela peut expliquer les différences de pentes.

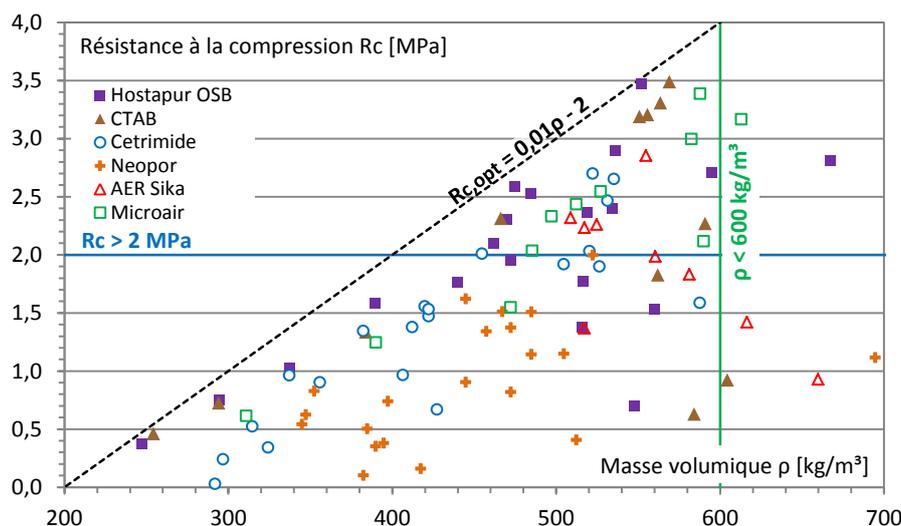


Figure 5. Résistance à la compression des mousses en fonction de la masse volumique.

La Figure 5 révèle que la résistance à la compression R_c n'est pas proportionnelle à la masse volumique. Un extremum dépendant de la masse apparaît ($R_{c,opt} = 0,01 \rho - 2$, pointillés sur la Figure 5). Une large gamme de résistance est accessible (de 0,03 à 3,49 MPa) et plusieurs valeurs sont possibles pour chaque masse volumique. La résistance à la compression de l'échantillon sans tensioactif, n'ayant pas subi la phase de moussage de la méthode dissociée, est $R_{c,0} = 33,0$ MPa pour $\rho_{m,0} = 1564 \pm 30$ kg/m³. Ce point est au-delà de la tendance associée aux valeurs de l'extrémum de résistance (13,6 MPa).

La résistance à la compression est beaucoup plus sensible que la conductivité thermique au choix du tensioactif et à son dosage. Certaines mousses satisfont simultanément les objectifs de résistance mécanique minimale et de légèreté. Au regard de ces deux objectifs, l'Hostapur OSB, le CTAB et le Cetrimide sont les meilleurs tensioactifs.

Quelle que soit la masse volumique cible, les mousses d'Hostapur OSB présentent les meilleures résistances à la compression. Bien que les mousses de CTAB et de Cetrimide soient très légèrement moins performantes, il n'est pas surprenant de constater que ces trois tensioactifs, appartenant au groupe 1 (Figure 2), permettent la production de mousses minérales ayant des propriétés thermomécaniques proches car ces tensioactifs présentent la même concentration micellaire critique CMC [SAM 15].

Le Neopor, l'AER Sika et le Microair appartiennent au second groupe. Le Microair permet d'abaisser fortement la tension de surface de la solution aqueuse dans laquelle il est ajouté. De bonnes performances mécaniques du produit durci étaient attendues. Dans les faits, il est probable que la structure porale, généralement composée de grosses bulles ne permettent pas d'obtenir des mousses mécaniquement performantes.

Enfin, une seule mousse de Neopor atteint de justesse la limite de résistance mécanique minimale ($d = 0,018 \%$; $\rho = 522 \text{ kg/m}^3$; $R_c = 2,00 \text{ MPa}$). Le Neopor ne parvient pas à réduire suffisamment la tension de surface pour créer une structure porale intéressante. Il est également possible que le Neopor (tout comme l'AER Sika et le Microair) ne soit que partiellement compatible avec le liant utilisé. Des problèmes de pénalisation de la cristallisation du gypse peuvent apparaître et s'ajouter aux mauvaises structures porales et expliquer les mauvaises performances mécaniques constatées.

Plusieurs mousses satisfont simultanément les trois objectifs de performances énoncés. La nature et le dosage en tensioactif influence visiblement fortement la structure porale macroscopiques et microscopique. L'Hostapur OSB est le meilleur tensioactif testé pour créer des mousses minérales à base d'un mélange gypse – ciment pour une utilisation en tant que matériau isolant autoporteur.

3.3. Caractérisation de la structure porale

Afin de mieux comprendre comment le tensioactif agit sur la structure porale, deux séries de mousses sont analysées. L'analyse d'image des vues en coupe (après traitement, non détaillé ici) permet d'obtenir la distribution de tailles de bulles (granulométrie) des différentes mousses considérées. Des paramètres géométriques sont introduits: rX représente le rayon à partir duquel le pourcentage d'aire cumulée atteint $X \%$ (Tableau 1).

La méthode dissociée permet de contrôler la masse volumique cible des échantillons produits quel que soit le dosage en tensioactif. La première série est ainsi composée de 6 mousses d'Hostapur OSB (Tableau 1). Ces mousses ont la même masse volumique ($\bar{\rho} = 467 \pm 20 \text{ kg/m}^3$) et sont produits avec un dosage variable en Hostapur OSB. Les essais mécaniques indiquent que la résistance mécanique optimale est atteinte avec un dosage caractéristique de $0,006 \%$ (Mousse K70 - Tableau 1). Les incertitudes de mesures des différents paramètres géométriques sont respectivement évaluées à $0,01 \text{ mm}$ et $0,02$ pour les rayons à $X \%$ et le coefficient d'uniformité CU.

Tableau 1. *Mousses analysées par traitement d'image.*

Mousse	Tensioactif	d dosage [%]	ρ [kg/m ³]	r_{10} [mm]	r_{60} [mm]	r_{90} [mm]	CU r_{60}/r_{10}	λ [W/(m.K)]	R_c [MPa]
Précision ou Incertitude		$\pm 0,001$	± 30	$\pm 0,01$	$\pm 0,01$	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$	$\pm 0,005$	$\pm 0,05$
K67	Hostapur	0,05	462	0,11	0,31	0,48	2,80	0,15	2,10
K68	Hostapur	0,025	440	0,11	0,29	0,48	2,63	0,14	1,76
K69	Hostapur	0,0125	485	0,10	0,25	0,43	2,49	0,16	2,50
K70	Hostapur	0,006	475	0,13	0,31	0,54	2,47	0,15	2,59
K71	Hostapur	0,003	470	0,12	0,31	0,55	2,65	0,15	2,31
K72	Hostapur	0,0015	472	0,16	0,42	0,69	2,72	0,15	1,95
K77	Hostapur	0,0125	552	0,05	0,16	0,23	3,07	0,18	3,47
K79	CTAB	0,0125	564	0,19	0,21	0,34	2,58	0,18	3,31
K09	AER Sika	0,20	555	0,10	0,33	0,64	3,17	0,17	2,86
K11	Microair	0,10	588	0,09	0,43	0,88	4,52	0,18	3,38
K148	Neopor	0,018	552	0,12	0,39	0,62	3,38	0,16	2,00

La granulométrie cumulée de ces 6 mousses est présentée sur la Figure 6 (gauche). Un coefficient d'uniformité est introduit pour comparer ces structures porales: $CU = r_{60}/r_{10}$. L'évolution de l'uniformité de ces 6 mousses est présentée sur la Figure 6 (droite). Autour du dosage caractéristique, CU est minimum, ce qui signifie qu'une structure porale homogène est liée à de bonnes performances mécaniques.

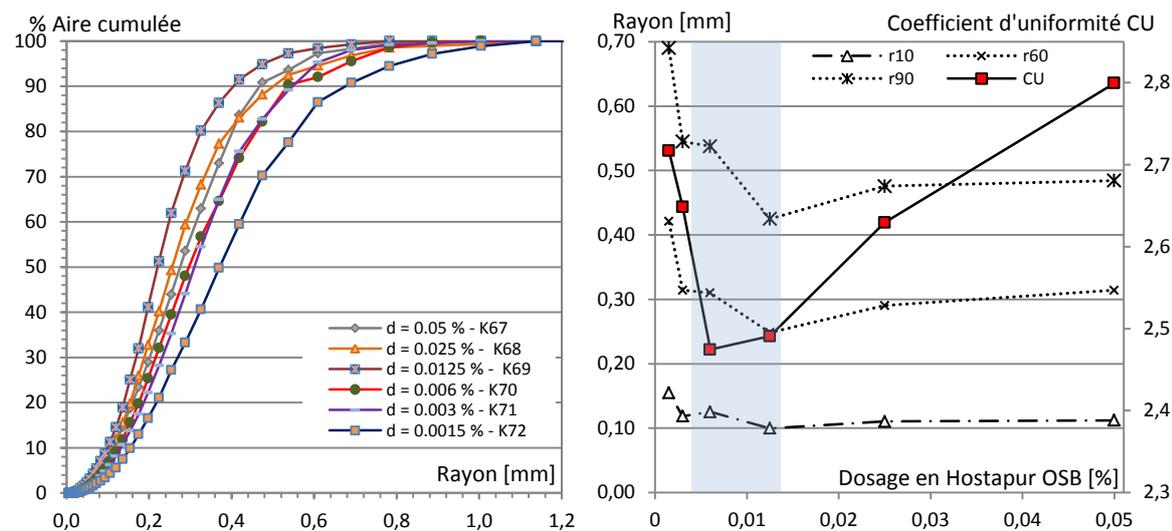


Figure 6. Granulométrie des 6 mousses d'Hostapur OSB de même masse volumique (gauche)
Paramètres géométriques (droite).

Une analyse similaire est ensuite réalisée sur six autres mousses ayant une masse volumique très proches ($\bar{\rho} = 557 \pm 30 \text{ kg/m}^3$). Chaque mousse est produite à l'aide d'un tensioactif différent. Le dosage en tensioactif est celui qui conduit aux meilleures performances mécaniques, à cette masse volumique (Tableau 1).

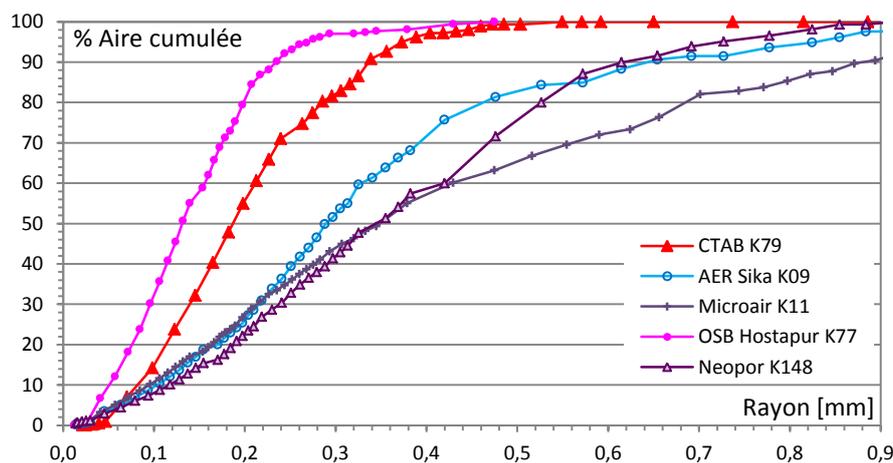


Figure 7. Granulométrie des mousses de même masse volumique.

La Figure 7 révèle que les tensioactifs du groupe 1, aboutissant à de très bonnes performances mécaniques, ont des structures porales composées de petites bulles. Les tensioactifs du second groupe conduisent à la formation de structures porales contenant des bulles plus grandes. Ces grosses bulles sont autant de grands "défauts" à partir desquels peut facilement s'initier la rupture lors des essais mécaniques. Ces structures porales permettent d'expliquer les mauvaises performances mécaniques des tensioactifs du groupe 2.

Les analyses de structures porales permettent d'établir les observations suivantes :

Une meilleure compréhension de l'interaction entre les tensioactifs et la structure porale est possible grâce au développement d'une technique d'analyse surfacique de la distribution de taille de bulles.

Pour une masse volumique donnée, les mousses minérales issues de tensioactif du premier groupe ont des structures porales plus fines. Les mousses homogènes et composées de petites bulles présentent les meilleures performances mécaniques. Un dosage caractéristique en tensioactif est mis en évidence, conduisant à la meilleure performance mécanique, associée à la structure porale la plus homogène (la plus monodisperse).

Quel que soit le tensioactif considéré, l'augmentation du dosage en tensioactif entraîne la diminution de la taille moyenne de bulles. Les grosses bulles, associées à des mauvaises résistances mécaniques, disparaissent.

Il est probable qu'un très fort dosage en tensioactif détériore les conditions de cristallisation du liant pour expliquer la perte de résistance mécanique qui est associée. Les mousses sont alors composées de très petites bulles très connectées. En conséquence, l'optimisation du dosage en tensioactif est nécessaire pour permettre d'atteindre les meilleures résistances à la compression.

4. Conclusions

Une méthode originale de production de mousse est utilisée pour créer des mousses de gypse isolantes et autoporteuses. Le critère de masse volumique maximale de 600 kg/m^3 est atteint par la plupart des mousses produites. Certaines mousses atteignent également les objectifs en terme de résistance ($R_c > 2 \text{ MPa}$) et en terme de conductivité thermique ($\lambda < 0,2 \text{ W/(m.K)}$). En se basant sur les résultats de ces travaux, les conclusions suivantes apparaissent :

- La méthode dissociée permet d'atteindre différentes masses volumiques cibles ($247 < \rho < 819 \text{ kg/m}^3$) de mousse, à température ambiante, sans dégagement gazeux.
- Le faible taux de gâchage employé et l'utilisation d'un sulfate de calcium très réactif couplé avec un ciment Portland permet la formation de matrices présentant de bonnes performances mécaniques.
- L'influence des tensioactifs sur la masse volumique de la pâte non moussée permet de les classer en deux groupes. L'OSB Hostapur, le CTAB et le Cetrimide ont des comportements similaires et composent le premier groupe. Ils présentent de bonnes capacités à introduire de l'air et à la maintenir dans les suspensions minérales. La quantité d'air occlus augmente avec le dosage en tensioactif. A l'inverse, le Neopor, l'AER Sika et le Microair ne parviennent pas à piéger beaucoup d'air dans les suspensions minérales.
- Quel que soit le tensioactif utilisé, la conductivité thermique est plus ou moins proportionnelle à la masse volumique des mousses durcies tandis que la résistance mécanique et la structure porale sont très dépendantes de la nature et du dosage en tensioactif. D'un point de vue thermique, le Neopor est le meilleur tensioactif tandis que l'OSB Hostapur est le tensioactif permettant la réalisation des mousses minérales les plus résistantes.
- Les mousses issues de trois tensioactifs du groupe 1 présentent le meilleur compromis entre densité, conductivité thermique et résistance à la compression. L'Hostapur OSB, puis le CTAB et le Cetrimide aboutissent aux meilleures performances mécaniques. Il est intéressant de constater que la meilleure résistance mécanique est obtenue avec un dosage extrêmement faible en tensioactif ($d = 0,006 \%$ pour l'Hostapur OSB).
- Une analyse de la structure porale montre qu'une distribution porale homogène et composée de petites bulles permet d'obtenir les meilleures performances mécaniques.
- La capacité d'un tensioactif à piéger et maintenir de l'air au sein d'une suspension minérale (non moussée) s'avère être une condition nécessaire à la réalisation de mousses minérales résistantes.

5. Bibliographie

- [ZHE 10] ZHENG G., JING Y., HUANG H., GAO Y., « Application of improved grey relational projection method to evaluate sustainable building envelope performance », *Applied Energy*, vol. 87, 2010, p. 710-20.
- [OZE 11] OZEL M., « Thermal performance and optimum insulation thickness of building walls with different structure materials », *Applied Thermal Energy*, vol. 31, 2011, p. 3854-63.
- [CHE 13] CHEN B., LIU N., « A novel lightweight concrete-fabrication and its thermal and mechanical properties », *Construction and Building Material*, vol. 44, 2013, p. 691-98
- [AIT 13] AIT OUMEZIANE Y., « Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique: application aux parois en béton de chanvre ». Thèse de doctorat. INSA Rennes, 2013.
- [RAM 09] RAMAMURTHY K., KUNHANANDAN NAMBIAR E.K., INDU SIVA RANJANI G., « A classification of studies on properties of foam concrete », *Cement and Concrete Composites*, vol. 31, 2009, p 388-96.
- [BAU 11] BAUX C., LANOS C., PHELIPOT-MARDELE A., « Mineral foams with improved performances », *Annales du Bâtiment et des Travaux Publics*, 2011, p53-57.
- [JON 06] JONES MR., MCCARTHY A., « Heat of hydration in foamed concrete: Effect of mix constituents and plastic density », *Cement and Concrete Research*, vol. 36, 2006, p. 1032-41.
- [SAM 15] SAMSON G., PHELIPOT-MAREDELE A., LANOS C., « Thermal and mechanical properties of gypsum - cement composite foams », *Cement and Concrete Composites*, 2015.
- [SAM 12] SAMSON G., PHELIPOT-MARDELE A., LANOS C., « Influence du tensioactif sur les propriétés des gypses cellulaires ». *XXXe Rencontres AUGC-IBPSA*, Chambéry, 2012.
- [ROU 05] ROUSSEL N., COUSSOT P., « "Fifty-cent rheometer" for yield stress measurements: From slump to spreading flow ». *Journal of Rheology*, 2005.

- [PIE 13] PIERRE A, LANOS C., ESTELLÉ P., « Extension of spread-slump formulae for yield stress evaluation ». *Applied Rheology*, vol. 23, 2013, p. 14.
- [AFN 10] AFNOR 8894-1. Refractory materials - Determination of thermal conductivity - Part 1 : hot-wire methods (cross-array and resistance thermometer), 2010.
- [AFN 05] AFNOR 679. Determination of the compressive strength of autoclaved aerated concrete, 2005.
- [AFN 06] AFNOR 196-1. Methods of testing cement - Part 1 : determination of strength, 2006.
- [AFN 07] PETIT J-Y, WIRQUIN E., VANHOVE Y., KHAYAT K., « Yield stress and viscosity equations for mortars and self-consolidating concrete ». *Cement and Concrete Research*, vol. 37, 2007, p. 655-70.
- [LAN 10] LANOS C., GLOUANNEC P., MOUNANGA P., COLLET F., PIERRE T., POUILLAIN P., et al, « Construire et réhabiliter : vers quelles solutions d'isolation ? », Nantes, 2010, p. 8.
- [WEI 80] WEIGLER H., KARL S., « Structural lightweight aggregate concrete with reduced density - lightweight aggregate foamed concrete ». *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, vol. 2, 1980, p. 101-4.