

---

# Texture du gypse dans les mousses minérales

PHELIPOT-MARDELE Annabelle<sup>1</sup>, LANOS Christophe<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Université de Rennes, LGCGM EA 3913 (F-35000 Rennes, France – [annabelle.phelipot@univ-rennes1.fr](mailto:annabelle.phelipot@univ-rennes1.fr), [christophe.lanos@univ-rennes1.fr](mailto:christophe.lanos@univ-rennes1.fr))

---

**RÉSUMÉ.** La texture des cristaux de gypse au sein de mousses minérales formulées à l'aide d'anhydrites commerciales et de tensio-actif est étudiée. L'analyse de la porosité et de l'orientation des particules de gypse au sein de la matrice minérale et sur les surfaces des bulles permet de constater qu'en présence de tensio-actifs, une texture apparaît en particulier sur les surfaces des bulles. La formation de gypse tapissant est favorisée par l'augmentation du dosage en tensio-actif. La méthode de moussage est également très influente. Les mécanismes et interactions mis en jeu au moment de la formation du gypse sont discutés. Les facteurs favorables à la mise en place d'une texture sont identifiés.

**ABSTRACT.** The texture of the gypsum crystals within mineral foams formulated using commercial anhydrites and surfactant is studied. The analysis of the porosity and the orientation of the gypsum particles within the mineral matrix and on the surfaces of the bubbles leads to quote that, in the presence of surfactant, a texture appears in particular on the surfaces of the bubbles. The covering gypsum formation is supported by the increase of surfactant content. The foaming method is also an influential parameter. The mechanisms and interactions concerned at the time of the gypsum formation are discussed. The beneficial factors to form a texture are identified.

....

**MOTS-CLÉS :** mousse minérale, gypse, cristallisation, tensio-actif.

**KEY WORDS :** mineral foam, gypsum, crystallisation, surfactant.

---

## 1. Introduction

La fabrication de mousses minérales à partir d'une suspension concentrée de liant hydraulique consiste à enfermer des bulles de gaz (généralement d'air) au sein du mélange fluide. Le piégeage des bulles d'air est favorisé par l'introduction d'agents tensio-actifs dans la formulation. Le durcissement de la matrice minérale lié aux réactions d'hydratation se traduit par l'obtention d'une structure poreuse plus ou moins régulière. La conservation de la structure porale entre l'état frais et l'état durci (après la prise) s'avère largement influencée par la formulation et les conditions de production de la mousse. Il convient donc de comprendre comment les tensio-actifs peuvent conduire à la stabilité de la mousse jusqu'à la prise et en quoi il affecte la texture et la structure de la matrice. L'étude se focalise sur des mousses de gypse produites à partir d'anhydrites commerciales. L'analyse de la texture induite par la cristallisation du gypse au sein de la matrice durcie et sur les parois des bulles est exploitée. Les effets du type et du dosage en tensio-actif ainsi que la méthode de moussage sont évalués. La compréhension des mécanismes et interactions mis en jeu au moment de la formation du gypse permettent de discuter des solutions conduisant aux meilleurs compromis de production de mousses minérales.

## 2. Matériaux et méthodes de production des mousses minérales

La matrice minérale étudiée correspond à un gypse obtenu par hydratation d'un sulfate de calcium anhydre de type  $\beta$ AIII' (Kerysten® 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 [ARA 12]. En faisant varier les conditions de cuisson du même gypse, il est possible de disposer de différentes variétés d'anhydrites  $\beta$ AIII' présentant des solubilités et des cinétiques de prise différentes. Différentes mousses minérales sont produites avec le même taux de gâchage (fixé à  $E/L=0,35$  ce qui permet de garantir une fluidité optimale sans ségrégation) en ajoutant :

- un fluidifiant poudre à base de polycarboxylate, particulièrement bien adapté aux sulfates de calcium (SemperActis® SP20 produit par K&Co dosé à 1wt% du liant),

- un tensio-actif nécessaire à la stabilisation des interfaces air-fluide, de type amphotère (Sitren 619® Evonik). Le dosage évolue entre 0,01 et 0,3 wt% du liant.
- un ciment Portland (CEMI 52,5R Aalborg), jouant le rôle de stabilisateur alcalin (5wt% du liant).

Pour la fabrication des mousses minérales, deux types de fabrication sont exploités [SAM 15] :

- Direct foaming (DF) : La mousse est générée par un mélangeage en une seule étape dans un malaxeur. Tous les composants sont mélangés ensemble pour obtenir une pâte minérale homogène dans le malaxeur équipé d'un fouet (vitesse rapide). Le temps de malaxage est modulé de façon à générer le volume de mousse minérale souhaité. Cette méthode permet en général de former des mousses minérales avec des teneurs en eau assez basses, imposant des teneurs en tensio-actifs assez élevées.
- Mix then foam (MTF) : La pâte est produite dans un premier temps puis la mousse est formée. Cette méthode permet facilement d'ajuster la masse volumique du produit final sans affecter sa composition. Les échantillons sont moulés (cylindres de 8 cm de diamètre). Dans tous les cas, le temps de prise augmente sensiblement (de 15 à 120 min) avec l'augmentation du dosage en entraîneur d'air. Le démoulage intervient rapidement après la prise et le durcissement est réalisé sans procéder à une cure particulière (20°C ; 60%HR).

### 3. Caractéristiques physiques des mousses minérales

#### 3.1. Interface air-matrice minérale

L'occlusion d'une bulle gazeuse dans une matrice minérale repose sur un équilibre entre la fluidité du mélange lors de sa réalisation, la tension de surface, l'état de pression et la masse volumique. Les principes physiques conduisant à la formation de telles structures reposent sur la relation due à Laplace et Young (1805) entre la différence de pression  $\Delta p$  entre le gaz dans la bulle et le fluide, et la tension de surface  $\gamma$  à l'interface gaz-fluide. Dans cette relation,  $R_1$  et  $R_2$  sont les rayons de courbure algébriques principaux de l'interface (pour une interface sphérique :  $R_1 = R_2$ ).

$$\Delta p = \gamma \cdot \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (1)$$

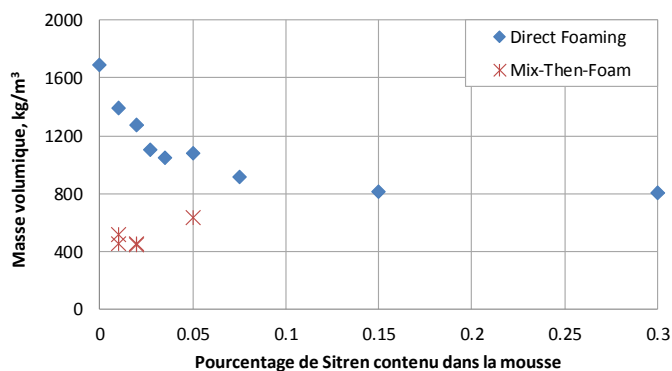
En réduisant la tension de surface par l'introduction d'un tensio-actif dans la formulation, on peut noter que, pour un volume d'air piégé donné, la formation de la bulle sera caractérisée par un rayon de bulle plus faible et une pression d'air au sein de la bulle plus élevée. Sachant que l'augmentation du dosage en tensio-actif est coordonnée à une diminution de la tension de surface, il serait logique de constater une diminution du volume des bulles au sein d'une mousse minérale.

#### 3.2. Cristallisation du gypse

La transformation de l'anhydrite en gypse passe par une très rapide hydratation partielle de l'anhydrite conduisant à sa transformation en hemihydrate puis une solubilisation totale de l'hemihydrate conduisant à la cristallisation du gypse. La sursaturation de la solution en sulfate de calcium est le moteur essentiel dans la phase de cristallisation.

#### 3.3. Masses volumiques des mousses minérales

La **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** permet de comparer les masses volumiques des mousses minérales obtenues en modifiant le dosage en tensio-actif.



**Figure 1 :** Evolution de la masse volumique apparente des mousses minérales en fonction du pourcentage massique en tensio-actif.



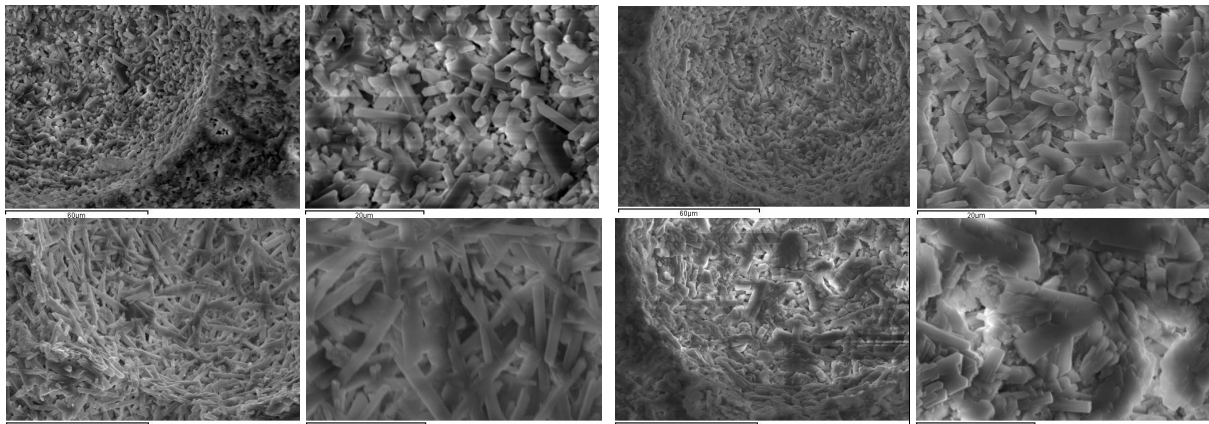
**Figure 2 :** Photo de l'échantillon : 0,05wt% Sitren avec méthode MTF.

La masse volumique atteinte par la méthode DF est très dépendante du dosage. La masse volumique évolue de 1692 kg/m<sup>3</sup> à 807 kg/m<sup>3</sup> et tant à se stabiliser. La méthode MTF permet d'obtenir des masses volumiques apparentes basses pour des dosages en tensio-actifs très faibles. Une augmentation en tensio-actif se traduit rapidement pas une instabilité de la structure (Figure 2). Il apparaît donc que les gammes d'usage du tensio-actif sont largement différentes pour les deux méthodes de moussage [SAM 15].

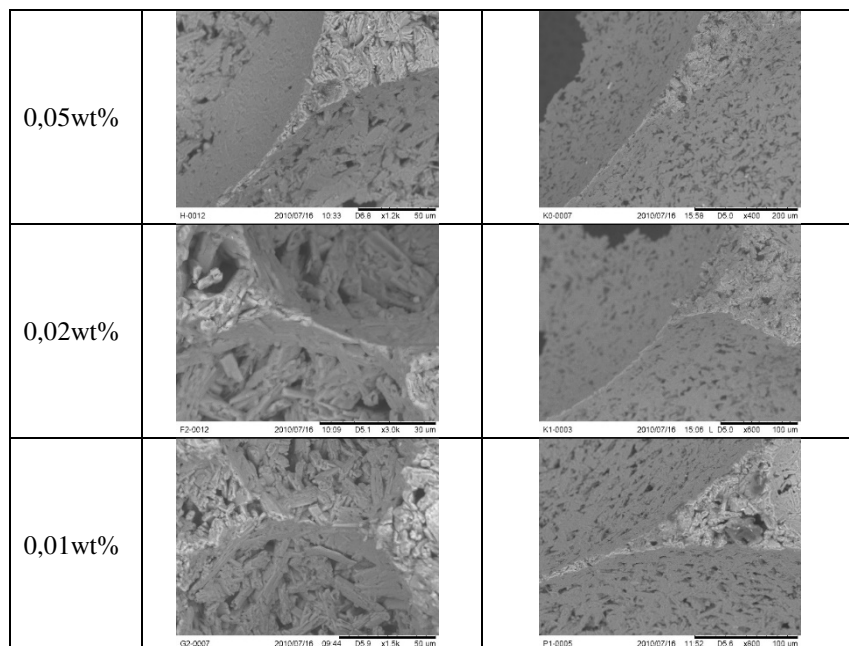
#### 4. Analyse de la texture de la matrice solide

##### 4.1. Influence de la nature de l'anhydrite

La figure 3 permet de visualiser la texture des cristaux de gypse sur la surface de bulle et au cœur de la matrice solide obtenues pour 4 anhydrites produites avec le même gypse mais des conditions de cuisson différentes. Le dosage en tensio-actif est nul et donc le gradient de pression aux interfaces est faible. On constate que la forme des cristaux au sein de la matrice évolue sensiblement d'une anhydrite à l'autre. Dans tous les cas, les parois de bulles restent rugueuses et la présence de l'interface n'a pas perturbé la cristallisation (taille, orientation). L'interface air-suspension n'a pas gênée la croissance cristalline des cristaux de gypse et n'a pas favorisé une orientation privilégiée des cristaux.



**Figure 3 :** Texture de la matrice de gypse sur la surface de bulle et au cœur de la matrice solide pour 4 anhydrites produites avec le même gypse mais des conditions de cuisson différentes – dosage en tensio-actif nul.



**Figure 4 :** Texture des cristaux de gypse aux interfaces - pour différents dosages de Sitren 619® et pour les deux techniques de moussage DF (gauche) et MTF (droite).

## 4.2. Influence de la méthode de moussage de la nature et du dosage en tensio-actif

Des travaux antérieurs [SAM 15] réalisés sur les mêmes formulations montrent que l'augmentation du dosage en tensio-actif peut affecter l'hydratation et induire une altération des cristaux de gypse au sein de la matrice. La Figure 4 permet de comparer les texture au sein de la matrice et à la surface des bulles pour des échantillons réalisés avec différents dosages en tensio-actif et avec les deux méthodes de moussage DF et MTF. L'analyse des cristaux eu sein de la matrice ne permet pas de constater un influence notable de la méthode de moussage ou du dosage en tensio-actif sur la forme, la distribution ou l'orientation des cristaux de gypse. Il n'apparaît donc pas de texture particulière dans la matrice. Un constat différent est fait sur les surfaces de bulles. Outre le fait que la méthode MTF permet d'obtenir des alvéoles plus grandes tout en conduisant à une densité plus basse, on remarque nettement que les cristaux de gypse sont couchés et orientés parallèlement aux interfaces. Ce couchage augmente lorsque le dosage en tensio-actif augmente. Le couchage est plus accentué avec la méthode MTF. L'action du tensio-actif sur la cristallisation du gypse aux interfaces est donc notable. Considérer que ce phénomène est une conséquence de l'interaction entre le gradient de pression à l'interface (équation (1)) et la pression de cristallisation du gypse est certainement erroné. Une telle interaction devrait être constatée en l'absence de tensio-actif (figure 3). A l'image de ce qui est évoqué par [DES 09] dans le cas de la cristallisation de KCl, lors de la cristallisation du gypse au droit d'une interface tapissée d'un tensio-actif agissant comme une membrane tendue, il est probable que des gradients de concentration locaux soient constatés. Ainsi, la membrane étanche à la solution sursaturée de sulfate de calcium joue le rôle de guide pour une cristallisation orientée conduisant à une texture. Les cristaux de gypse se développent donc parallèlement à la membrane ce qui contribue à tapisser les surfaces de bulle. Ceci peut conduire à fermer totalement la surface dans les cas extrêmes.

## 5. Conclusions

L'introduction d'un tensio-actif dans une suspension de sulfate de calcium affect la configuration de la matrice de gypse. A fort dosage, le tensio-actif peut directement affecter la cristallisation du gypse, voire son hydratation. En tapissant les interfaces air – fluide au sein des mousses minérales, le tensio-actif joue le rôle d'une paroi guidant la cristallisation du gypse et lui conférant une texture. La méthode de moussage MTF conduit, avec le même dosage en tensio-actif, à une porosité plus élevée mais avec des bulles plus grandes. Elle génère une surface spécifique d'interface plus faible ce qui favorise la concentration du tensio-actif sur les interfaces et donc favorise le phénomène de couchage. Le principe de formation d'une membrane, avec une cristallisation non guidé par la notion de pression de cristallisation, permet également de justifier la forme prise par les cristaux de gypse lorsque des bulles sont au contact. Le rapprochement des membranes de chaque bulle peut conduire localement à l'exclusion de suspension sulfate de calcium. Après durcissement, ceci se traduit par une connexion entre bulles, voire à des structures à barres (figure 5) mécaniquement renforcées par ces surfaces compactes fortement texturées.

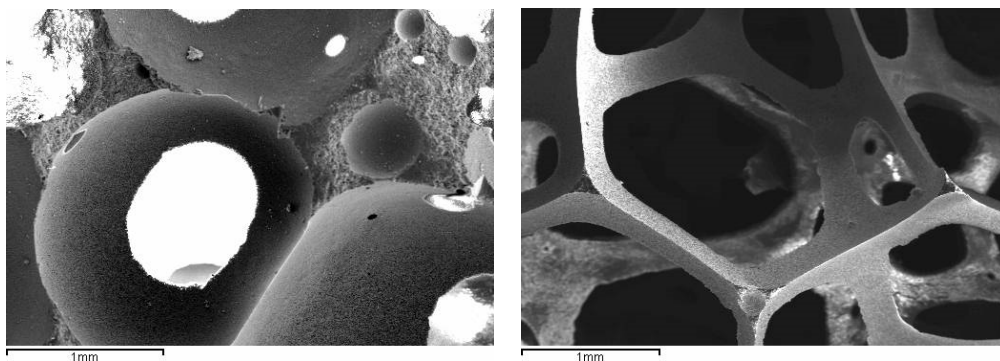


Figure 5. Textures constatées dans le cas de bulles jointives.

## 6. Bibliographie

- [ARA 12] ARAND B., Réactivité et durabilité à base de sulfate de calcium et de liants minéraux classiques, thèse de doctorat, 2012, INSA de Rennes.
- [SAM 15] SAMSON G., Synthèse et Propriétés des mousses minérales, thèse de doctorat, 2015, INSA de Rennes, France.
- [DES 09] DESARNAUD J. : Mécanisme de Croissance et de dissolution de cristaux de KCl sous Charge : Apport dans la connaissance des mécanismes d'altération des pierres par les sels, thèse de doctorat, 2009, Université Paul Cezanne Aix Marseille III.