

Méthodes d'essai pour l'évaluation de l'efficacité de l'impregnation des pierres de revêtement avec des solutions hydrofuges et stabilisatrices

ZAVÈNE HATSAGORTSIAN

Pour augmenter la durabilité des revêtements en pierre des monuments historiques et architecturaux, on les imprègne de solutions hydrofuges et stabilisatrices. Cependant, il n'existe pas encore de technique établie permettant d'évaluer expérimentalement l'efficacité de l'impregnation réalisée avec divers produits et selon des technologies différentes.

Selon les normes en vigueur, la durabilité des pierres de revêtement est déterminée par leur résistance au gel. Cependant, cet indice ne peut caractériser indiscutablement la résistance du revêtement aux facteurs destructifs, même les plus importants, de l'environnement. Les recherches récentes ont démontré qu'il y a lieu de distinguer les facteurs physiques suivants:

1. Humidification et séchage alternés.
2. Gel et dégel alternés.
3. Cristallisation des sels dissous dans les solutions aqueuses circulant dans le système capillaire de la pierre.

Parmi les agents chimiques, le plus important est le gaz sulfureux contenu dans l'atmosphère des zones industrielles qui est responsable de la corrosion des revêtements, particulièrement ceux faits de roches calcaires ou carbonatées. Pour l'essai comparatif de l'efficacité de l'impregnation des pierres de revêtement, compte tenu de quatre facteurs physiques et chimiques de l'environnement ci-dessus mentionnés, on peut proposer les méthodes suivantes, qui sont basées sur la généralisation des résultats des recherches effectuées dans l'Union Soviétique et à l'étranger.¹

1. Humidification et séchage alternés (résistance à l'eau)

Définition: La résistance à l'eau des pierres se caractérise par la perte de volume et de résistance des échantillons soumis à un nombre déterminé

¹ Voir Hatsagortsian, Z.A., 'La prolongation de la longévité des revêtements en tufs et autres pierres, au moyen de leur traitement par des produits organo-siliciés', *Comptes-rendus de l'Institut de la Pierre et des Silicates* (1970), v; Hatsagortsian, Z.A., Dañian, G.P., Hambartsoumian, N.V., Gabrielian, I.H., 'Exigences pour la longévité des matériaux de construction', *Stroitelnye materialy* (1972), No. 11; Hatsagortsian, Z.A., Chemanovian, E.H., Hambartsoumian, N.V., Tchatchoghlian, A.G., 'Exigences techniques pour les pierres de revêtement', VIII^e session des Instituts de Recherches Transcaucasiens pour le bâtiment, Tbilissi, 1973; Commission 25 PEM-Protection et Erosion des Monuments. Essais recommandés pour mesurer l'altération des pierres et évaluer l'efficacité des méthodes de traitement, *Matériaux et Construction* (1980), xiii; GOST 8269-76, *Pierres cassées naturelles; graviers et graviers concassés pour travaux de construction. Méthodes d'essais.*

de cycles d'humidification et de séchage alternés. Il est recommandé d'effectuer 25 cycles d'essais. Les expériences ont montré que dans certains cas, pour un même nombre de cycles d'essais, l'humidification et le séchage alternés des pierres produisent plus de changements que le gel et le dégel alternés.²

Appareillage: Récipient métallique pour l'humidification des échantillons de pierre. Etuve de séchage à thermorégulateur. Balance commune. Presse hydraulique d'essai.

Dimensions et nombre des échantillons: La résistance à l'eau est déterminée sur des échantillons de forme cubique, de 4-5 cm d'arête, ou encore, sur des échantillons de forme cylindrique de 4-5 cm de diamètre et de hauteur. Le nombre des échantillons de pierre ne doit pas être inférieur à douze, dont six pour la pierre imprégnée et six pour la pierre non imprégnée.

Préparation des échantillons: Toute la surface extérieure des échantillons doit être imprégnée en laboratoire, en observant strictement la technologie proposée. Cette opération doit être suivie du maintien nécessaire à la température ambiante. Tous les échantillons, imprégnés ou non, doivent être séchés, préalablement à l'essai, jusqu'à un poids constant, à une température de $60^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

Mode opératoire: Les échantillons séchés et refroidis à la température ambiante, d'un nombre non inférieur à six pour chaque type, dont trois non imprégnés et trois imprégnés, sont immergés dans l'eau potable pendant une heure,³ et après y avoir été pesés (hydrostatiquement) sont retirés et essuyés à l'aide d'un chiffon humide. Ils sont ensuite pesés à l'air et séchés à $60^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$, pendant 22 heures. On refroidit alors à l'air jusqu'à la température ambiante et on immerge de nouveau dans l'eau. De cette façon, un cycle d'essai s'achève en 24 heures. Après le nombre de cycles requis d'humidification et de séchage alternés, les échantillons sont de nouveau pesés dans l'eau et à l'air. La différence entre ces deux poids permet de déterminer le volume des échantillons. La réduction de volume peut être évaluée par rapport au volume initial. Les échantillons sont ensuite séchés à poids constant, pour déterminer, à sec, leur limite de résistance à la compression. Les six autres échantillons, n'ayant pas subi les cycles d'humidification et de séchage, sont également soumis, à sec, à l'essai de résistance à la compression.

Résultats: Le coefficient de la résistance à l'eau (C_b), pour les pierres imprégnées et non imprégnées, est calculé par la formule: $C_b = R_{b1}/R_s$.⁴ On calcule en outre le taux moyen de la réduction de volume des échantillons après les cycles d'essai pour la pierre imprégnée et non imprégnée. L'efficacité de l'imprégnation de la pierre pour améliorer sa résistance à l'eau peut être évaluée en comparant les valeurs des coefficients de la résistance à l'eau et des pertes de volume.

2. Gel et dégel alternés (Résistance au gel)

Définition: La résistance de la pierre au gel se caractérise par la perte du volume et de la résistance des échantillons soumis à un nombre déterminé de cycles de gel et de dégel alternés. Il est recommandé d'effectuer 25 cycles d'essais.

Appareillage: Récipient métallique pour l'humidification des échantillons de pierre. Etuve de séchage à thermorégulateur. Balance commune. Cuve de gel. Presse hydraulique d'essai.

Dimensions et nombre des échantillons: La résistance au gel est déterminée sur les échantillons de forme cubique de 4-5 cm d'arête, ou encore sur des échantillons de forme cylindrique de 4-5 cm de diamètre et de hauteur. Le nombre des échantillons pour chaque type de pierre ne doit pas être inférieur à douze dont six pour la pierre imprégnée et six pour la pierre non imprégnée.

Préparation des échantillons: Ils doivent être imprégnés en laboratoire sur toute leur surface extérieure, en observant strictement la technologie proposée, avec maintien correspondant, à la température ambiante. Toutes les échantillons, imprégnés ou non, doivent être séchés, préalablement à l'essai, jusqu'à un poids constant, à une température de $60^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$ et refroidis à l'air jusqu'à la température ambiante.

Mode opératoire: Les échantillons, d'un nombre non inférieur à six pour chaque type, dont trois non imprégnés et trois imprégnés, sont immergés dans l'eau potable pendant une heure, et après y avoir été pesés (hydrostatiquement), sont retirés, et essuyés avec un chiffon humide. Ensuite, ils sont pesés à l'air et placés dans un sachet de polyéthylène individuel qui est attaché. Dans cet emballage, ils sont soumis à une température de $-15^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ durant quatre heures, après quoi les échantillons, dans leur sachet, sont dégelés à l'air et à la température ambiante durant 20 heures.⁵ De cette façon, le cycle d'essai s'achève en 24 heures. Après le nombre de cycles requis de gel et de dégel alternés, les échantillons sont retirés des sachets de polyéthylène et repesés dans l'eau et à l'air. La différence entre les deux poids permet de déterminer le volume des échantillons. La réduction de volume peut être appréciée par comparaison au volume initial. Sur les échantillons saturés d'eau, on détermine, ensuite, la limite de résistance à la compression. Simultanément, on soumet à l'essai de compression les échantillons non soumis aux cycles de gel et de dégel, après les avoir immergés pendant une heure dans l'eau potable.

Résultats: Le coefficient de la résistance au gel (C_g) pour les pierres imprégnées et non imprégnées est calculé par la formule: $C_g = R_g/R_b$.⁶ On calcule en outre le taux moyen de la réduction de volume des échantillons après les cycles d'essais pour la pierre imprégnée et non imprégnée. La comparaison des valeurs obtenues permet de mettre en

air Stroitelnye materialy,

³ Cette immersion est effectuée afin de reproduire les conditions d'humidification du revêtement par la pluie.

⁴ R_b représente la limite moyenne de résistance à la compression de la pierre, à l'état sec, soumise au nombre requis de cycles d'humidification et de séchage alternés. R_s représente la limite moyenne de résistance à la compression de la même pierre, à l'état sec, mais n'ayant pas subi les cycles d'humidification et de séchage.

⁵ Le dégel des échantillons réalisé dans l'eau, conformément aux exigences de la méthode courante de l'essai pour mesurer la résistance au gel, masque les avantages de la pierre imprégnée.

⁶ R_g représente la limite moyenne de résistance à la compression de la pierre, à l'état humide, soumise au nombre requis de cycles de gel et de dégel; R_b représente la limite moyenne de résistance à la compression de la même pierre, à l'état humide, mais n'ayant pas subi les cycles de gel et de dégel.

évidence l'amélioration de la résistance au gel de la pierre sous l'effet de l'imprégnation.

3. Cristallisation des sels dissous dans les solutions aqueuses circulant dans le système capillaire de la pierre (Résistance aux sels)

Définition: La résistance aux sels caractérise la résistance de la pierre à l'altération physique sous l'action des sels, et s'exprime par le taux de la réduction du volume des échantillons par rapport au volume initial après un nombre déterminé de cycles faisant alterner leur immersion dans une solution de sulfate de sodium avec leur séchage. Il est recommandé d'effectuer dix cycles d'essais.

Appareillage et préparations: Récipient métallique pour l'immersion des échantillons dans la solution saline, étuve de séchage à thermorégulateur, balance commune, sulfate de sodium (anhydre ou cristallin).

Dimensions et nombres des échantillons: La résistance aux sels est déterminée sur des échantillons de forme cubique de 4–5 cm d'arête, ou encore sur des échantillons de forme cylindrique de 4–5 cm de diamètre et de hauteur. Le nombre des échantillons pour chaque type de pierre ne doit pas être inférieur à douze, dont six pour la pierre imprégnée et six pour la pierre non imprégnée.

Préparation des échantillons: Ils doivent être imprégnés en laboratoire en observant strictement la technologie proposée. L'imprégnation doit se faire sur deux faces adjacents de l'échantillon cubique ou bien sur la mi-hauteur de l'échantillon cylindrique. Pour les pierres stratifiées, une des faces imprégnées des échantillons cubiques, ou les axes des échantillons cylindriques doivent être parallèles aux stratifications. Les échantillons imprégnés doivent être maintenus à la température ambiante pendant le temps nécessaire. Tous les échantillons, imprégnés ou non, sont immergés pendant une heure dans l'eau potable, préalablement à l'essai. Ils sont pesés dans l'eau (hydrostatiquement), retirés, essuyés à l'aide d'un chiffon humide et pesés à l'air. Ils sont ensuite séchés jusqu'à un poids constant à une température de $60^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

*Préparation de la solution de sulfate de sodium:*⁷ Dissoudre 250–300 g de sulfate de sodium anhydre ou 700–1000 g de sulfate de sodium cristallin dans un litre d'eau potable tiède, en ajoutant le sel progressivement et en mélangeant constamment, jusqu'à saturation de la solution. Refroidir à la température ambiante.

Mode opératoire: Les échantillons de pierre séchés et refroidis à la température ambiante sont immergés dans la solution saturée de sulfate de sodium pendant de quatre heures. Ils sont ensuite essuyés à l'aide d'un chiffon humide, et placés dans l'étuve, à une température de $60 \pm 5^{\circ}\text{C}$ pour quatre heures. Ils sont ensuite refroidis à l'air jusqu'à la température

⁷ voir GOST 8269–76, op.

ambiante et réimmergés dans la solution saline. Tous les deux cycles, les échantillons sont lavés à trois reprises à l'eau chaude, et leurs volumes sont déterminés par pesée hydrostatique. Les essais sont poursuivis jusqu'à une perte de volume de 5%.

Résultats: On calcule la réduction moyenne du volume des échantillons soumis au nombre requis de cycles de l'essai pour mesurer la résistance aux sels, ainsi que le nombre moyen de cycles indispensables pour entraîner une réduction de volume de 5%.

4a. Résistance chimique à l'action du gaz sulfureux (évaluée d'après la réduction du volume de la pierre)

Définition: La résistance chimique à l'action du gaz sulfureux est caractérisée par la réduction du volume des échantillons maintenus dans une solution diluée d'acide sulfurique pour une période déterminée.

Appareillage, réactifs: Etuve de séchage à thermorégulateur, dessiccateur. Acide sulfurique conforme aux normes soviétiques GOST 4204–66, chimiquement pur, solution à 5%; méthylorange conforme aux normes soviétiques GOST 10816–64, solution à 0.1%.

Dimensions et nombre des échantillons: La résistance chimique de la pierre est déterminée sur des échantillons de forme cubique de 4–5 cm d'arête, ou encore sur des échantillons de forme cylindrique de 4–5 cm de diamètre et de hauteur. Le nombre des échantillons pour chaque type de pierre ne doit pas être inférieur à douze, dont six pour la pierre imprégnée et six pour la pierre non imprégnée.

Préparation des échantillons: Toute la surface extérieure des échantillons doit être imprégnée en laboratoire, en observant strictement la technologie proposée, avec maintien correspondant à la température ambiante. Le volume de chaque échantillon doit être déterminé par pesée hydrostatique, après un séjour d'une heure dans l'eau potable. Les échantillons sont pesés dans l'eau et après séchage à l'aide d'un chiffon humide, à l'air. Ils doivent ensuite être séchés jusqu'à un poids constant, à la température de $60^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$ et refroidis à la température ambiante.

Mode opératoire: Les échantillons, d'un nombre non inférieur à six, dont trois non imprégnés et trois imprégnés, sont immergés dans une solution diluée d'acide sulfurique à 5% et placés dans un dessiccateur sous couvercle pour 48 heures. Ensuite ils sont lavés à l'eau à 50–60°C, jusqu'à réaction négative à l'acide d'après le méthylorange. Les échantillons sont alors pesés dans l'eau, retirés de l'eau, essuyés à l'aide d'un chiffon humide et pesés à l'eau.

Résultats: On calcule la valeur moyenne de la réduction de volume pour les échantillons imprégnés et non imprégnés, selon les données des pesées hydrostatiques avant et après l'essai. L'efficacité de l'imprégnation de la

pierre pour améliorer sa résistance aux agents chimiques peut être évaluée en comparant les valeurs moyennes de la réduction de volume.

4b. Résistance chimique à l'action du gaz sulfureux (évaluée d'après la perte de l'éclat de la pierre polie)

Définition: Pour les pierres polies, la résistance chimique à l'action du gaz sulfureux peut être caractérisée par la perte de l'éclat de la surface polie des échantillons immergés dans une solution diluée d'acide sulfurique.

Dimensions et nombre des échantillons: Six au moins sont préparés en forme de plaque de $10 \times 10 \times 2$ cm, dont trois non imprégnés et trois imprégnés.

Préparation des échantillons: La surface polie des plaques est imprégnée en laboratoire, en observant strictement la technologie proposée. Avant l'essai, les échantillons sont séchés à poids constant, à $60^\circ \pm 5^\circ\text{C}$, et refroidis à la température ambiante. La qualité du poli est évaluée par n'importe quel modèle d'appareil de mesure de l'intensité de l'éclat.

Mode opératoire: Six échantillons au moins, dont trois imprégnés et trois non imprégnés, sont immergés dans un dessiccateur contenant une solution diluée d'acide sulfurique à 5% et y sont maintenus sous couvercle pendant 24 heures. Ils sont ensuite lavés à l'eau chauffée à $50\text{--}60^\circ\text{C}$, jusqu'à réaction négative à l'acide d'après le méthylorange. Les échantillons sont alors séchés à l'étuve sous $60^\circ \pm 5^\circ\text{C}$ jusqu'à un poids constant et refroidis à l'air jusqu'à la température ambiante. La qualité du poli de la surface est évaluée avec le même appareil.

Résultats: On calcule la valeur moyenne de la perte de l'éclat pour les échantillons imprégnés et non imprégnés, selon les données de l'intensité de l'éclat avant et après l'essai. L'efficacité de l'imprégnation de la pierre pour améliorer sa résistance aux agents chimiques peut être évaluée en comparant la perte de l'éclat.

Conclusion: La conclusion générale sur l'efficacité de l'imprégnation est tirée d'après les résultats des quatre essais ci-dessus mentionnés.

Resumen

El autor describe métodos de pruebas comparativas respecto a la eficacia de consolidantes para piedra, teniendo en cuenta los efectos ambientales en monumentos históricos y arquitectónicos.

El artículo describe las pruebas de someter muestras a la humedad y al secado ('estabilidad al agua'), al hielo y al deshielo ('estabilidad a heladas'), a la cristalización de sales ('estabilidad a la sal'), y de exponer superficies a gases sulfúricos. El resultado de las pruebas se compara con relación a pérdidas de volumen y pérdidas de brillo en superficies pulimentadas. Las comparaciones se efectúan entre piedra tratada y sin tratar.

Summary

The author describes methods of comparative tests on the efficiency of stone consolidants, taking into account the environmental effects on historical and architectural monuments.

The paper describes testing by subjecting samples to wetting and drying ('water stability'), freeze-thawing ('frost stability'), salt crystallisation ('salt stability') and exposing surfaces to sulphur gases. Test results are compared by losses of volume and losses of surface brightness on polished faces. Comparisons are made between treated and untreated stones.