

Rapport 04/520S

Essais sur une pierre « bleue » chinoise pour le compte de la Fédération de Pierre bleue de Belgique

Je soussigné, Prof. Dr Jean Pierre Cnudde, du Laboratoire de Géologie Appliquée de l'Université de Gent, déclare avoir été prié par la Fédération de Pierre bleue de Belgique, par lettre du 19 décembre 2003 (réf. FG/JPD/vn Cde 394/03 c/YD/VN) signée par F. GALER, de procéder aux essais suivants sur des échantillons d'une pierre chinoise fournis par eux-mêmes :

- résistance au SO₂
- détermination des minéraux Fe susceptibles de s'altérer.

Nous avons découpé les 2 grands échantillons afin de nous permettre de les soumettre à un essai de vieillissement par action de SO₂ et à un essai de vieillissement par choc thermique.

Les 2 séries d'échantillons ont subi des essais selon :

- NBN EN 13919 :2003 – Méthodes d'essai pour éléments en pierre naturelle – Détermination de la résistance au vieillissement accéléré au SO₂ en présence d'humidité.
- NBN EN 14066 :2003 – Méthodes d'essai pour éléments en pierre naturelle – Détermination de la résistance au vieillissement accéléré par chocs thermiques.

Les échantillons :

In fine, il nous a été fourni 2 séries d'échantillons :

Tous les échantillons avaient une superficie d'environ 120x60x10 mm.

Un échantillon « témoin » a été sélectionné et n'a pas été soumis aux essais.

Les autres échantillons ont été répartis en 2 groupes égaux sur base de leur aspect.

3 échantillons de chaque série ont été exposés à la solution A et

3 échantillons de chaque série ont été exposés à la solution B.

Ces échantillons ont subi :

Détermination de la résistance au vieillissement accéléré au SO₂ en présence d'humidité - NBN EN 13919 :2003 – Méthodes d'essai pour éléments en pierre naturelle.

Au moins 2 échantillons de chaque série ont subi :

Détermination de la résistance au vieillissement accéléré par chocs thermiques - NBN EN 14066 :2003 – Méthodes d'essai pour éléments en pierre naturelle.

Justification des essais :

Ces essais sont des essais standardisés sur de la pierre naturelle selon des normes européennes et belges. Ils ont également été utilisés pour toutes les pierres naturelles homologuées par l'UBAtc : tant pour toutes les sortes de Pierre Bleue Belge que pour la pierre bleue irlandaise (Erinstone) et les ardoises naturelles. En ce qui concerne l'essai d'acidité, il n'a été fait usage dans le passé que de l'exposition à la solution A.

L'essai de vieillissement accéléré selon la NBN EN 13919 (2003) donne une description détaillée de la procédure à suivre afin d'examiner la résistance relative de la pierre naturelle à l'action de SO₂ et de l'humidité.

Il décrit également en détail la façon d'établir le rapport d'essai.

Ce rapport consiste en 2 parties, à savoir :

- A. quantification de la perte de poids des échantillons lors de l'exposition de 3 échantillons pendant (au moins) 21 jours à
solution A : 500 ml H₂SO₃ (dilué à 5-6 % dans de l'eau) et 150 ml H₂O
solution B : 150 ml H₂SO₃ (dilué à 5-6 % dans de l'eau) et 500 ml H₂O
- B. le caractère visuel d'éventuelles altérations de couleur, de taches, de rouille, de gonflement, de fissures, de dépôts ou d'écaillages en surface, etc...

La NBN EN 13919 (2003), n'indique pas comment interpréter correctement les résultats. Il n'est également fait aucune mention du genre de vieillissement que l'on veut obtenir.

Commentaires concernant les essais :

Faisant partie de la délégation belge impliquée dans l'élaboration des normes européennes, nous souhaitons fournir une information complémentaire. L'utilisation des 2 solutions a un but double.

D'une part, la solution B (qui est peu acide) peut simuler un vieillissement normal dans un environnement pas trop pollué, ce qui donne parfois un vieillissement suffisant pour des pierres qui consomment peu de SO₂ (p. ex. granit, grès, quartzite, gneiss, basalte, schiste ou ardoise).

En effet, l'action de l'acide n'a ici d'influence que sur très peu de minéraux.

La solution A (qui est plus acide) s'utilise lorsque l'on veut imiter un milieu industriel fortement pollué. Des centaines d'essais sur du schiste ardoisier et sur de granit à l'occasion d'expertises (e.a. au Luxembourg), ont démontré que la solution fortement acide donne des résultats qui se vérifiaient dans la réalité quelques années plus tard.

La solution A plus acide est également la plus indiquée pour des essais sur des pierres calcaires (elle a donc été effectivement utilisée lors de l'homologation des pierres bleues belge et irlandaise).

Du fait que les pierres calcaires ont normalement une haute teneur en calcite (et éventuellement en dolomite), elles consomment naturellement beaucoup de SO₂.

Une solution peu acide n'aura donc qu'une influence réduite et très limitée dans le temps (relativement peu de SO₂ pour une grande quantité de minéraux à corroder).

Par une exposition de 21 jours à une plus forte concentration d'atmosphère acide, on parvient à imiter le vieillissement de plusieurs années d'exposition à une plus faible concentration d'acide. L'expérience nous apprend que ce que l'on peut retrouver sur les déchets de quelques années en carrière ou dans des réalisations qui datent de plusieurs années, est comparable aux résultats des essais. Bien sûr, nous savons tous que la pollution en montagne est nettement moins importante que celle que l'on retrouve en zone industrielle.

Il n'y a pas d'instruction pour la description purement macroscopique.

Il n'est pas indiqué non plus ce que l'on entend exactement par « laver les échantillons » avant et après les essais. Lors de l'élaboration des normes, on entendait par cela : rincer abondamment et enlever les poussières avant l'essai ou les éventuels dépôts après l'essai (p.ex. dépôt de S sur la surface, ce qui arrive parfois avec des échantillons mouillés que l'on laisse sécher) et préalable à toute description.

Après un lavage rigoureux des échantillons, ceux-ci ont été séchés à 70° jusqu'à poids constant.

La perte de poids a été déterminée et l'aspect extérieur et la couleur ont été décrits. Bien qu'il ne soit mentionné nulle part que l'ensemble doit être photographié, cela a quand même été fait scrupuleusement. Voici les résultats avec photos des 2 côtés après l'essai d'acidité (solution A) et le témoin lavé et séché, la description macroscopique et la couleur selon les « revised standard soil color charts » (selon descriptif de couleurs PCCS). A noter que la couleur peut changer selon le côté que l'on observe : ceci est dû à la finition de base initiale.

L'ensemble est toujours comparé au témoin (échantillon de référence).

Résultats des essais à l'eau et à la chaleur

Mis à part quelques oxydations très locales d'un oolithe ou d'un fin stylolithe, les échantillons testés à l'eau et à la chaleur sont tellement peu différents des échantillons de référence, que l'on peut conclure que la pierre ne vieillit pas assez dans l'essai pour la considérer, sur base de cet essai, comme inférieure à une pierre homologuée. L'oxydation dans le fin stylolithe est probablement évitable par une meilleure sélection de la matière à tester. Nous pouvons néanmoins difficilement ignorer l'oolithe corrodé occasionnellement (photos 1 – 3).

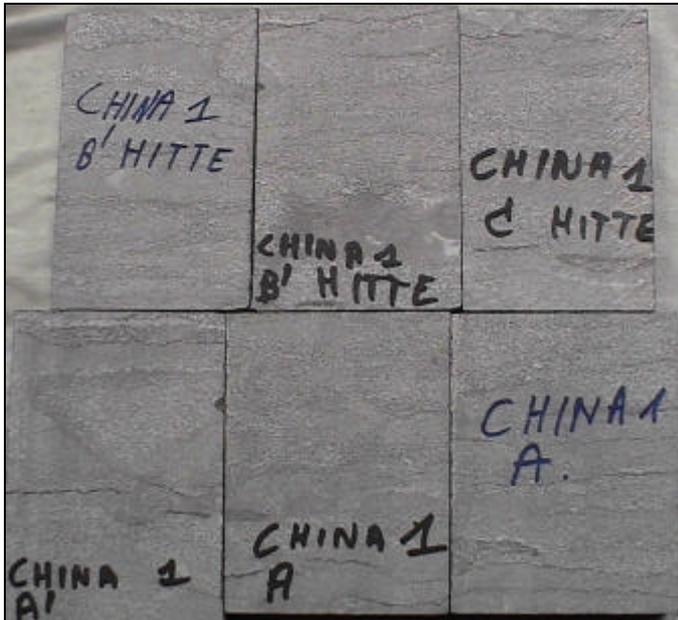


Photo 1 : Série 1 :

En bas : les échantillons de référence.

En haut : les échantillons après l'essai à l'eau et à la chaleur. Seul un stylolithe finement oxydé à hauteur de B' dans l'échantillon du milieu en haut, prouve que ces échantillons ont subi l'essai.



Photo 2 : Série 1 (autre côté) :

En bas : les échantillons de référence.

En haut : les échantillons après l'essai à l'eau et à la chaleur. Seul un oolithe oxydé dans l'échantillon gauche en haut, prouve que ces échantillons ont subi l'essai.



Photo 3 : Série 2 :

En bas : les échantillons de référence.

En haut : Les échantillons après l'essai à l'eau et à la chaleur.

Rien ne laisse supposer que ces échantillons ont subi l'essai.

Résultats de l'essai à l'acidité

Série 1 (photos 4-5)

Référence : couleur homogène, gris clair N7.

Après l'essai avec la solution A : couleur hétérogène, allant du gris moyen N5, gris moyen clair N6, olive grisâtre 5Y5/3, jaune grisâtre 5Y7/2 au jaune foncé 2.5Y6/6. Il n'y a pas d'efflorescence blanche (enlevée lors du lavage), pas d'effritement ni d'écaillage, rouille limitée, pas de gonflement ni de fissuration, les oolithes légèrement oxydées donnent aux échantillons un aspect plus poreux.

Après l'essai avec la solution B : couleur hétérogène, allant du gris moyen N5, gris moyen clair N6, olive grisâtre 5Y5/3, jaune grisâtre 5Y7/2 au jaune foncé 2.5Y6/6. Il n'y a pas d'efflorescence blanche (enlevée lors du lavage), pas d'effritement ni d'écaillage, rouille très limitée, pas de gonflement ni de fissuration.

La description des couleurs est rendue très difficile par la grande hétérogénéité.



Photo 4 : Série 1 :

En bas : les échantillons de référence.

En haut, à gauche : les échantillons exposés à la solution A, à droite : les échantillons exposés à la solution B.

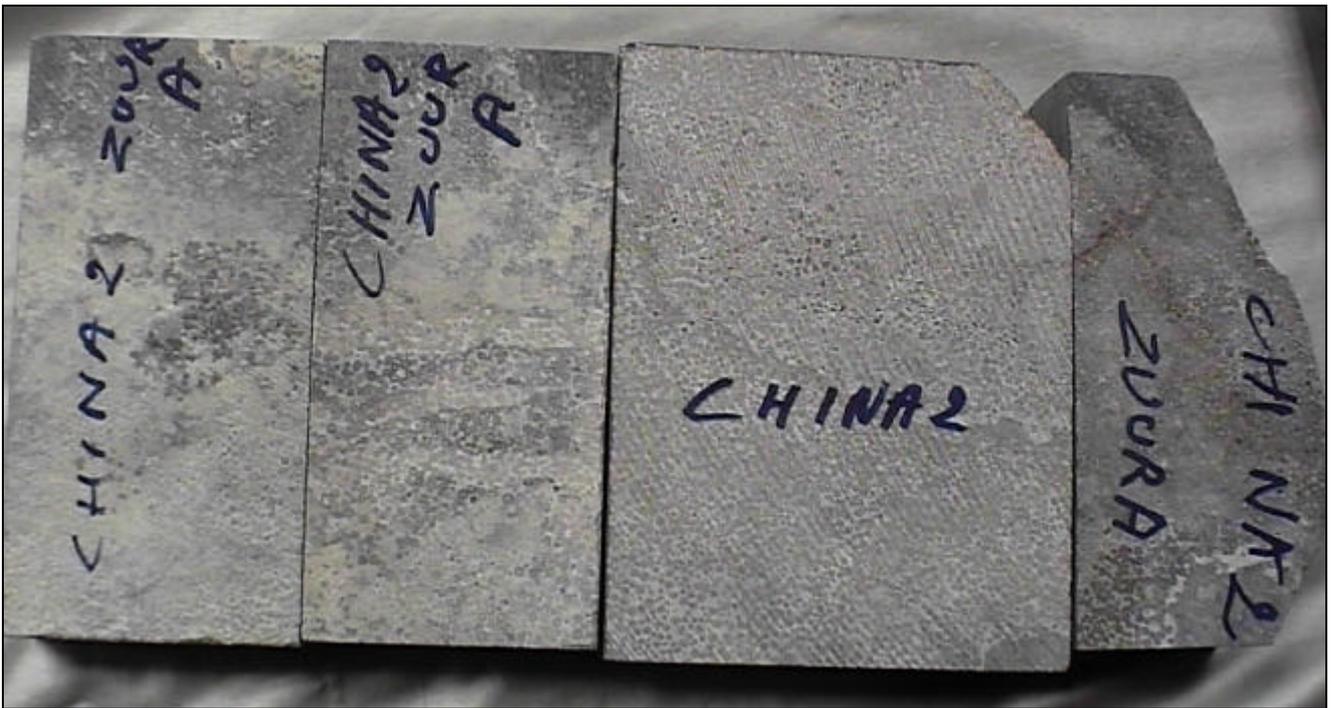


Photo 6 : Série 2 :
Deuxième de droite : l'échantillon de référence.
Les autres échantillons ont été exposés à la solution A.

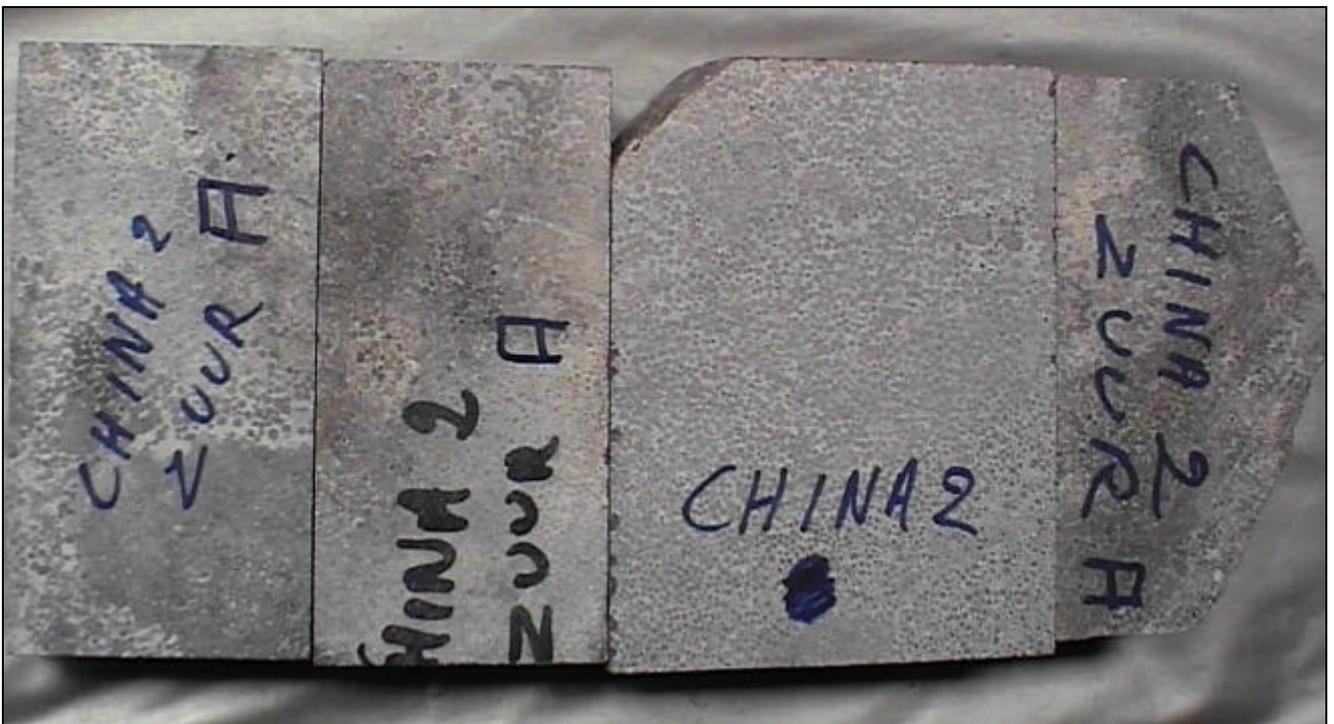


Photo 7 : Série 2 (verso) :
Deuxième de droite : l'échantillon de référence.
Les autres échantillons ont été exposés à la solution A.



Photo 8 : Série 2 :
Deuxième de gauche : l'échantillon de référence.
Les autres échantillons ont été exposés à la solution B.

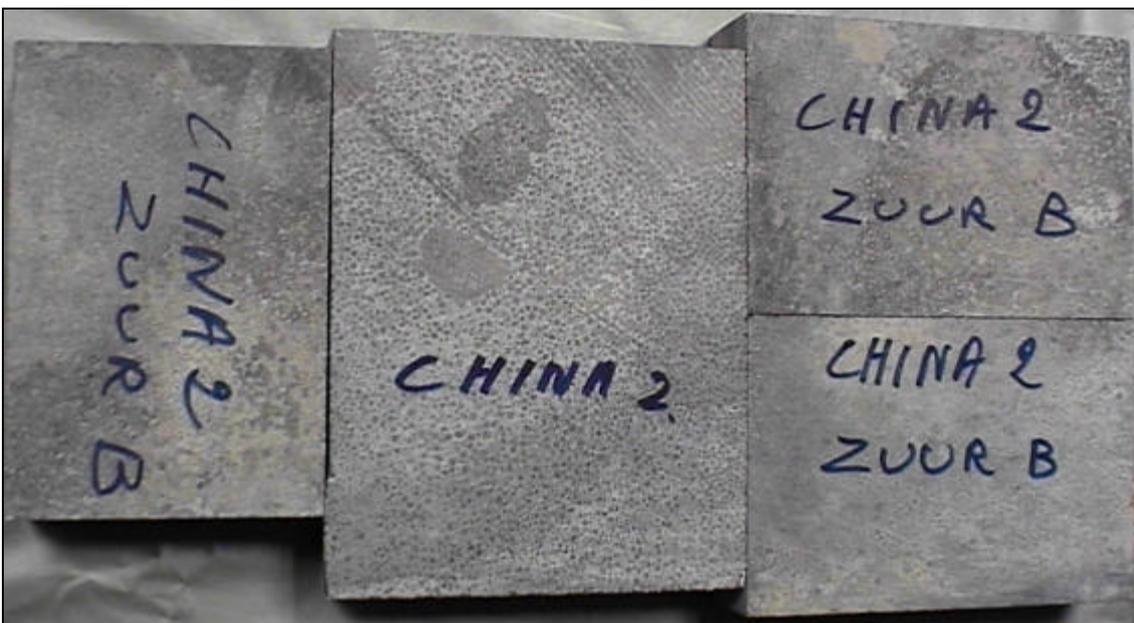


Photo 9 : Série 2 (verso) :
Deuxième de gauche : l'échantillon de référence.
Les autres échantillons ont été exposés à la solution B.

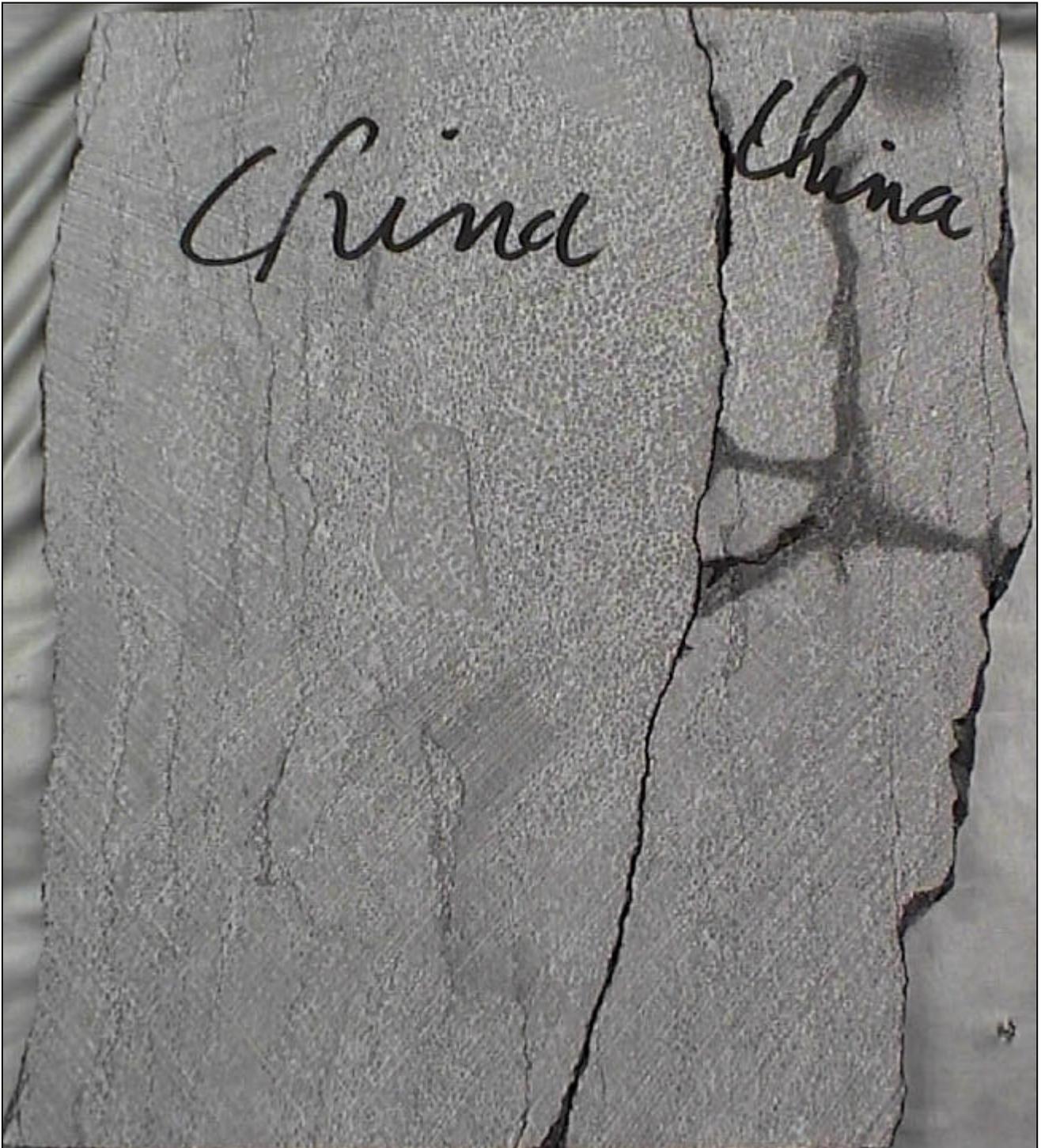
Perte de poids par action du SO₂ avec solution A

Solution A	? m (% m/m)	Solution B	? m (% m/m)
série 1 échantillon 1	- 0,63	série 1 échantillon 1	- 0,27
série 1 échantillon 2	- 0,47	série 1 échantillon 2	- 0,23
série 1 échantillon 3	- 0,41	série 1 échantillon 3	- 0,31
Série 1 moyenne	- 0,51		- 0,27
série 2 échantillon 1	- 0,67	série 2 échantillon 1	- 0,22
série 2 échantillon 2	- 0,42	série 2 échantillon 2	- 0,20
série 2 échantillon 3	- 0,38	série 2 échantillon 3	- 0,32
Série 2 moyenne	- 0,49		- 0,25

Commentaire général

Les résultats de l'action du SO₂ et de l'humidité sur les échantillons démontrent une forte dégradation de tous les échantillons séparés, surtout avec la solution A.

Il est parfaitement clair que les minéraux présents eux-mêmes ont subi une importante modification de couleur. En regardant les échantillons de près, on constate que certaines parties des échantillons ont reçu un caractère poreux. De plus, certains stylolithes sont tellement dégradés qu'ils se sont ouverts, ce qui comporte un risque certain de gélivité, de plus qu'il y a bel et bien une présence d'argile dans les stylolithes. Ces stylolithes forment clairement des zones de faiblesse et retiennent l'eau, ce qui renforce le risque d'endommagement par l'action du gel (photo 10).



**Photo 10 : Stylolithes et veines retenant l'eau.
Les stylolithes contiennent de l'argile et sont très ouverts.**

Un des échantillons s'est déjà brisé le long d'un stylolithe lors du sciage (photos 11-12).



**Photos 11 et 12 : Stylolithes et veines retenant l'eau.
Les stylolithes contiennent de l'argile et sont très ouverts.**

La dégradation des échantillons se réduit dans la plupart des cas à l'épaisseur de l'oolithe scié, mais certains changements de couleurs (même s'ils n'apparaissent que très localement) ont une profondeur dans la pierre de plus de 5 mm.

Les résultats de l'action du SO₂ et de l'humidité sur les échantillons démontrent le caractère très hétérogène des échantillons, avec des zones jaunes-blanches et brunes.

Ces zones s'expliquent par, entre autres, la forte concentration en dolomite. Celle-ci se monte, pour certains échantillons, à plus de 50 % du carbonate. Il en résulte qu'on ne peut même plus parler de pierre calcaire, mais plutôt de calcaire dolomitique ou même d'une dolomite contenant de la calcite. De telles phases de dolomites n'apparaissent jamais dans la pierre bleue belge ou irlandaise. En plus de la dolomite dans la masse, il apparaît aussi de la pyrite framboïdale finement éparpillée (d'origine bactérienne), mais aussi de la dolomite, de la pyrite et de la dolomite contenant du fer sans les noyaux des oolithes, ainsi qu'une concentration de dolomite et de pyrite dans les stylolithes.

Les résultats de l'action du SO₂ et de l'humidité sur les échantillons démontrent également le caractère poreux de ces séries.

Nos essais démontrent que la porosité moyenne des échantillons a augmenté de moitié de 0,40 % à 0,60 %, tandis que celle des échantillons belges évoluait de 0,26 % à 0,33 %. Il apparaît aussi que les minima et les maxima des échantillons chinois sont beaucoup plus éloignés de l'un l'autre que pour les échantillons de pierre bleue homologuée d'origine belge ou irlandaise. Nous avons constaté à plusieurs reprises avec des échantillons des mêmes carrières chinoises que cette dispersion peut être très grande, avec des valeurs allant jusqu'à 1 %. Ceci s'explique par une corrosion sélective des parties minérales, principalement des noyaux de certains oolithes.

Quiconque examine cette pierre chinoise au microscope constatera que les oolithes ont une composition très hétérogène. Ils se composent parfois de calcite, de dolomite, de dolomite riche en fer, ou de sulfures de fer oxydés et parfois seuls les contours se composent de ces sulfures de fer oxydés et les noyaux contiennent une des autres substances minérales précitées.

Conclusion générale

Les résultats de l'action du SO₂ et de l'humidité démontrent que les 2 séries d'échantillons ont un caractère très hétérogène, avec de fortes modifications de couleur et une dégradation sélective des échantillons. Il en résulte que la résistance finale à l'usure et les résultats des essais mécaniques préalables aux essais de vieillissement accéléré, peuvent éventuellement aussi être influencés.

Le vieillissement de cette pierre sous l'influence de la pollution, des pluies acides, éventuellement en combinaison avec le gel et le sel de déneigement, ne mènera pas à l'aspect traditionnel de la pierre bleue et ne prédit rien de bon quant à sa pérennité. Suite à la plus grande porosité de la pierre chinoise, certainement après l'essai à l'acide, il est clair que sa dégradation (et particulièrement le vieillissement sous l'influence de circonstances polluées, entre autres des sels de déneigement) aura une influence plus importante sur la pierre chinoise plus hétérogène que sur les pierres homologuées d'origine belge ou irlandaise.

Une plus grande altération sélective dans certaines zones ne mènera pas à une meilleure résistance générale, mais dégradera certaines zones de façon plus sélective.

Il est de notoriété publique que les pierres dolomites (en tant que pierres de construction) ont une qualité inférieure à celle des pierres calcaires et que leurs propriétés mécaniques diminuent plus rapidement.

In tempore non suspecto, il y a au moins 10 ans, le CSTC a émis un avis négatif par rapport à un investisseur pour l'extraction d'un marbre riche en dolomite.

Cette pierre chinoise convient plus à un usage intérieur, ou éventuellement à un usage extérieur à des endroits peu fréquentés avec peu de pollution, et à condition que l'aspect, ainsi que les caractéristiques mécaniques soient d'importance secondaire.

Ces conclusions sont basées sur notre expertise en la matière et sur l'étude pétrographique.

Elles ont été prises en réponse à la demande qui nous a été faite d'examiner le vieillissement des échantillons respectifs.

J'ai trop peu d'années d'expérience avec ce matériau pour pouvoir prendre la responsabilité de certifier que la durée de vie de cette pierre chinoise sera aussi longue que celle des pierres homologuées d'origine belge ou irlandaise. Ceci est certainement valable pour l'usure anormale ou autres dommages. Personne ne peut néanmoins prédire la durée de vie, sauf s'il est en possession de suffisamment de données d'utilisation de pierre similaire, dans des circonstances similaires, et après une exposition d'au moins 50 années.

Notre expérience nous apprend que cette dégradation est réelle.

Cette dégradation n'est pas toujours reconnue comme telle aux endroits où elle va de pair avec l'usure, ce qui est parfois le cas dans des endroits à fort trafic piétonnier.

Je déclare avoir effectué cette étude de façon précise et avoir établi mon rapport en mon âme et conscience.

Prof. Dr Jean Pierre CNUDE

Université de Gent

Laboratoire de Géologie Appliquée

Département Matériaux Naturels

Membre de la délégation belge au TC 246, la commission européenne pour l'élaboration des normes européennes pour pierres naturelles

Membre de la délégation belge au TC 128, la commission européenne pour l'élaboration des normes européennes pour ardoises naturelles et accepté comme laboratoire de référence.

Gent, le 29 février 2004