

Caractérisation de l'altération de surface des pierres monumentales

Morgane Fanfone¹, Fanny Descamps², Laurent Debailleux¹, Jean-Marc Baele³

¹ Faculté Polytechnique de Mons, Service de Génie Architectural et Urbain

² Faculté Polytechnique de Mons, Service de Génie Minier

³ Faculté Polytechnique de Mons, Service de Géologie Fondamentale Appliquée

RESUME

Cette recherche exploratoire applique pour la première fois la technique innovante du poinçonnage (Descamps et Tshibangu, 2004 ; Tshibangu et al., 2014) pour quantifier de façon peu invasive l'intensité de l'altération mécanique de la pierre monumentale en fonction de la profondeur d'altération. La recherche se concentre sur l'analyse de calcaires originaires de Wallonie (Belgique). L'échantillonnage est réalisé sur des fragments d'éléments architecturaux provenant de monuments récemment démantelés et datés du 17^e, 18^e, 19^e et 20^e siècle. La méthodologie d'analyse intègre une étude préalable scientifique et technique. Les profils de résistance obtenus à l'aide de la technique du poinçonnage sont analysés et discutés à la lumière de l'examen pétrographique des échantillons (LIBS) afin de considérer les variations de compositions chimique et micro-structurale dans l'épaisseur des pierres de taille.

Keywords patrimoine, pierre monumentale, altération de surface, poinçonnage, LIBS

I. INTRODUCTION

Notre patrimoine bâti peut être considéré comme un grand laboratoire d'étude des phénomènes d'altération (Smith et al., 2005). L'étude de la détérioration des matériaux rocheux appliquée aux maçonneries en pierre a été développée dans la première moitié du vingtième siècle par Howe (1910) et Schaffer (1932) qui ont étudié l'altération des pierres de construction due à l'agressivité de leur environnement. Depuis, l'étude des altérations des structures historiques et des matériaux anciens reste un point crucial dans le diagnostic du patrimoine bâti (Binda et al., 2000).

La plupart des processus d'altération résultent des conditions environnementales (humidité, température) et de leurs fluctuations dans le temps (Smith et al., 2008). L'eau, qu'elle soit liquide ou solide, est connue comme une cause majeure d'altération de la pierre et des matériaux poreux en général. Elle induit l'érosion entre les grains et la dissolution des minéraux. Ce processus d'altération engendre à l'échelle du matériau une frange d'altération dont la profondeur est fonction des caractéristiques de la pierre et de l'intensité des facteurs de dégradation. L'altération peut donc être définie comme une modification chimique et physique de la surface de la pierre par sa réaction avec les gaz atmosphériques et les solutions aqueuses (Brady et Brown, 2005). À titre d'exemple, cette altération peut atteindre, en fonction des conditions et des caractéristiques du matériau, une profondeur de quelques dizaines de millimètres en quelques jours, mois ou

années (Robert et Hack, 2020). Toutefois, l'action de l'eau peut aussi renforcer l'épiderme de la pierre en formant une peau durcie mince et décolorée à sa surface, que l'on appelle calcin (Viles et Goudie, 2004). En Belgique, les caractéristiques géologiques des roches calcaires ont fait l'objet d'études exhaustives (Vandycke et Quinif, 2001). Cependant, les processus d'altération des roches calcaires restent encore mal définis et ne sont pas simplement liés à la dissolution du carbonate de calcium (Dubois et al., 2014 ; Rowberry et al., 2018).

II. OBJECTIFS

Cette recherche est exploratoire et vise à évaluer l'altération mécanique et chimique de blocs de pierre exposés au climat extérieur pendant des décennies, voire des siècles. Deux techniques habituellement utilisées sur les géomatériaux, le poinçonnage Schreiner et la spectrométrie d'émission optique de plasma induit par laser (LIBS), ont été appliquées et seront plus particulièrement discutées dans cet article. De manière générale, les performances des deux techniques pour la mise en évidence d'un gradient d'altération à travers le matériau sont évaluées. Les tests ont par ailleurs permis de mesurer l'effet induit par l'altération sur le matériau et la réduction de résistance mécanique entre zones saines et altérées. Enfin, les tests LIBS ont permis de caractériser l'altération du matériau sain en termes de composition chimique.

III. METHODOLOGIE ET TECHNIQUES

L'examen des propriétés physiques et mécaniques des échantillons comprend les phases suivantes : (1) échantillonnage, (2) observation macroscopique, (3) essais pétrophysiques, (4) tests de résistance mécanique à la compression et à la traction, (5) tests de poinçonnage, (6) tests LIBS. De manière à disposer de valeurs de référence pour les roches saines, les caractérisations pétrographiques, pétrophysiques et mécaniques sont d'abord réalisées sur des échantillons intacts. Une méthodologie originale de caractérisation des surfaces altérées est ensuite développée.

A. Echantillonnage

L'échantillonnage est constitué de quatre pierres monumentales datées de 1667, 1772, 1868 et 1948 et provenant d'édifices détruits ou démontés, situés dans différentes villes belges de Wallonie (Liège, Charleroi et Tournai). Les quatre échantillons étudiés sont des calcaires carbonifères.



FIGURE 1. Photographies des 4 calcaires étudiés. AVB, Abbaye du Val-Benoît (Liège). ESA, Eglise Saint-André (Liège). PB, Parc Bivort (Charleroi). PDT, Pont des Troues (Tournai).

B. Caractérisation des roches saines

Des tests de porosité et de densité, ainsi que des mesures ultrasoniques ont permis d'établir les propriétés physiques des échantillons. Des tests de résistance à la compression et à la traction ont été réalisés pour les caractériser mécaniquement. Les tests ultrasoniques permettent de mesurer la vitesse de propagation d'une onde dans le matériau et de calculer ses propriétés élastiques dynamiques. Les résultats obtenus sont habituellement corrélés avec les mesures de densité et permettent de mettre en évidence la présence d'hétérogénéités et de défauts au sein d'un échantillon.

La porosité des échantillons est déterminée selon :

$$\phi = \frac{m_{\text{saturée}} - m_{\text{sèche}}}{V_{\text{échantillon}} * \rho_{\text{eau}}} * 100 [\%]$$

avec $m_{\text{saturée}}$, la masse de l'échantillon saturé, $m_{\text{sèche}}$, la masse de l'échantillon sec et $V_{\text{échantillon}}$, le volume de l'échantillon. Les opérations de saturation et de séchage sont réalisées selon les standards de l'American Petroleum Institute (API 1998).

L'essai de compression uniaxiale est basé sur les normes décrites dans le domaine de la mécanique des roches, par ISRM (1981) et ASTM (1986). Les échantillons utilisés ont une hauteur égale à deux fois leur diamètre. L'essai de traction brésilienne, autrefois développé pour l'étude du béton, a été effectué sur des échantillons dont la hauteur vaut le diamètre.

C. La spectrométrie d'émission optique de plasma induit par laser

La spectrométrie d'émission optique de plasma induit par laser (ou LIBS pour Laser Induced Breakdown Spectroscopy), conçue dans les années 60, permet d'analyser la composition chimique et minéralogique d'échantillons. La cartographie LIBS, ou mapping, est une technique émergente de caractérisation des (géo)matériaux (Fabre et al., 2018). Un laser pulsé est focalisé sur la surface d'un matériau. La matière située dans la zone éclairée est vaporisée suite à l'augmentation pratiquement instantanée de la température jusqu'à des valeurs de l'ordre de 10000°C, ce qui entraîne une ablation d'une mince couche de matière. La vapeur se transforme ensuite en plasma, c'est-à-dire un gaz très chaud contenant des atomes, ions excités et des électrons libres. Dans un plasma, les électrons des atomes excités émettent des photons avec différentes longueurs d'onde caractéristiques des éléments chimiques, ce qui permet leur identification par spectroscopie optique. La composition chimique de l'échantillon peut ainsi être connue en étudiant le spectre d'émission du rayonnement plasma obtenu (Baele et al., 2021). Les photons émis par les différents éléments sont récoltés par une fibre optique reliée à un spectromètre optique. La lumière reçue par le spectromètre est séparée en plusieurs longueurs d'onde dans celui-ci, et le spectre obtenu est envoyé à un ordinateur. Ce spectre contient différents pics qui traduisent la présence d'un élément du tableau périodique dans l'échantillon analysé. La disposition du mapping sur les échantillons met en évidence la face altérée mais également le cœur de l'échantillon (Fig. 2).

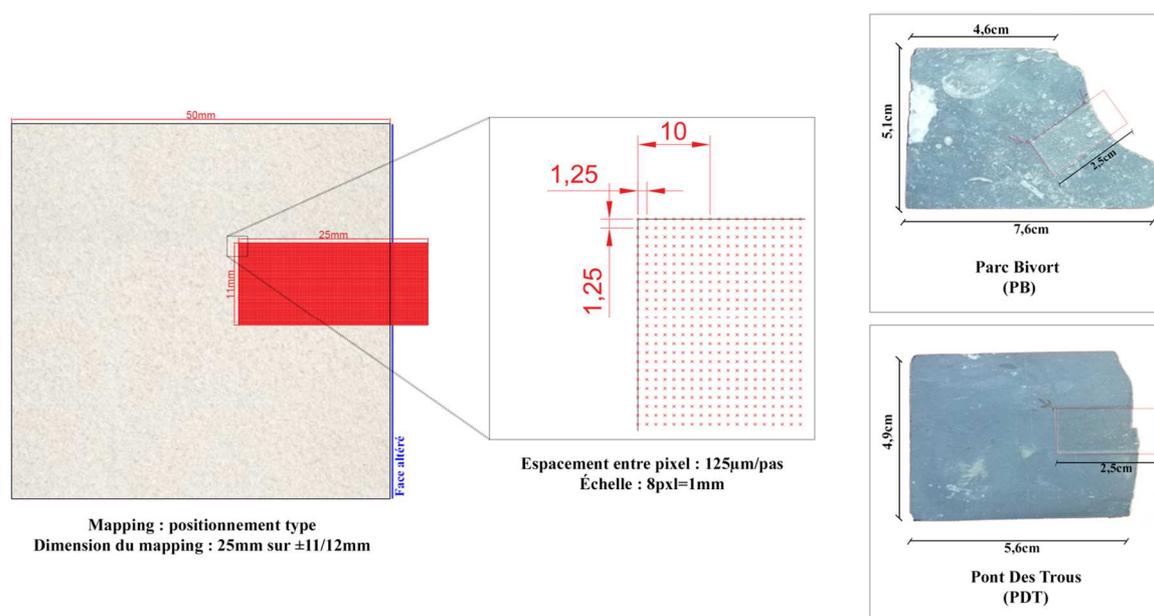


FIGURE 2. Schéma de principe et position des mappings sur les échantillons analysés par LIBS.

D. Le poinçonnage

La technique du poinçonnage Schreiner est une méthode de pénétration statique. Un pénétrateur cylindrique à bout plat (1 à 4 mm de diamètre) est enfoncé à la surface d'un échantillon de roche sous une charge croissante jusqu'à ce qu'une rupture locale se produise sous le pénétrateur.

Pendant l'essai, la charge appliquée et le déplacement du pénétrateur sont enregistrés, ce qui permet d'évaluer le comportement mécanique de la roche. Plusieurs paramètres sont déterminés à partir des courbes « force-enfoncement ». Parmi eux, la résistance au poinçonnage correspond à la force maximum divisée par la section du poinçon ; elle est corrélée à la résistance à la compression uniaxiale des roches (Tshibangu et al., 1999 ; Descamps, 2002 ; Faÿ-Gomord et al., 2018). Les résultats fournissent également des informations sur le type de comportement (fragile, plastique) et l'énergie nécessaire à la destruction de la roche. Le coefficient de plasticité (Cpl) est le rapport entre le travail total de destruction (aire sous-tendue à la courbe force-enfoncement) et le travail élastique. Il permet de qualifier le comportement mécanique de la roche : une roche dont le coefficient de plasticité est proche de 1 est considérée comme élasto-fragile, alors qu'une valeur comprise entre 2 et 5 est représentative d'une roche élasto-plastique. Deux échantillons ont été prélevés sur chaque bloc de pierre (Fig.3). Le premier est prélevé perpendiculairement à la surface exposée de façon à réaliser des tests sur la roche saine, c'est-à-dire à quelques centimètres de la surface exposée (type a). Le second échantillon est un bloc découpé parallèlement à la surface exposée de la pierre (type b). Pour chaque type d'échantillon, dix tests sont réalisés pour obtenir une moyenne statistique cohérente.

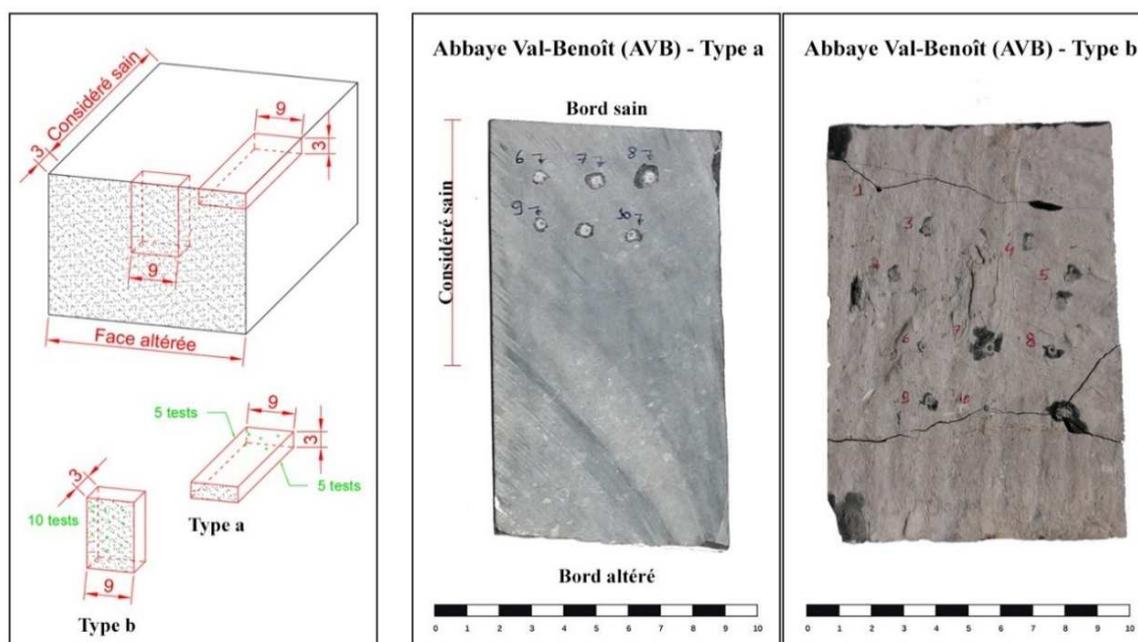


FIGURE 3. Positionnement des échantillons dans un bloc de pierre par rapport à la face altérée en vue des essais de poinçonnage. Type a : la roche altérée se situe sur une des tranches de l'échantillon. Type b : la roche altérée est une face à tester.

La ductilité et la porosité de la roche influencent sa réponse en poinçonnage. En effet, dans les roches très dures et denses, l'enfoncement du poinçon se traduit rapidement par le développement de fissures qui se propagent depuis la base du poinçon vers la surface selon une forme plus ou moins conique. Au contraire, dans les matériaux très ductiles et poreux, les

déformations peuvent être très importantes juste sous le poinçon, avec un écrasement de la porosité, et l’empreinte du poinçon se marque dans l’éprouvette. On observe parfois un refoulement de matière en surface en périphérie du poinçon.

IV. RESULTATS

A. Caractéristiques pétrophysiques et mécaniques des roches saines

Les principales caractéristiques des calcaires testés sont présentées dans le TABLEAU 1. Ces roches ont une porosité inférieure à 1% (faibles écarts-types entre 0,039 et 0,181% – TABLEAU 1), et des densités proches de la densité de la calcite pure (2.7). Les vitesses de propagation des ondes P à travers les échantillons sont comprises entre 4,47 (PB) et 6,24 km/s (AVB). Sur le plan mécanique, les essais de compression montrent un comportement élastique linéaire avec rupture fragile en observant la relation entre les contraintes appliquées et les déformations mesurées (Fig. 4). Les quatre roches possèdent des résistances élevées selon l’ISRM (entre 60 et 200 MPa) voire très élevées (plus de 200 MPa). La grande variabilité dans les valeurs peut être imputée à différents facteurs : provenance, origine, composition, défauts, hétérogénéité... La roche PB se distingue des autres échantillons par une vitesse sonique plus faible, qui traduit la présence de défauts et de fissures au sein du matériau, et aussi, assez logiquement, un module d’Young et une résistance mécanique plus faibles avec une dispersion importante des valeurs de résistance de compression de 52% (valeur : 113,32MPa - écart-type : 59,00MPa – TABLEAU 1).

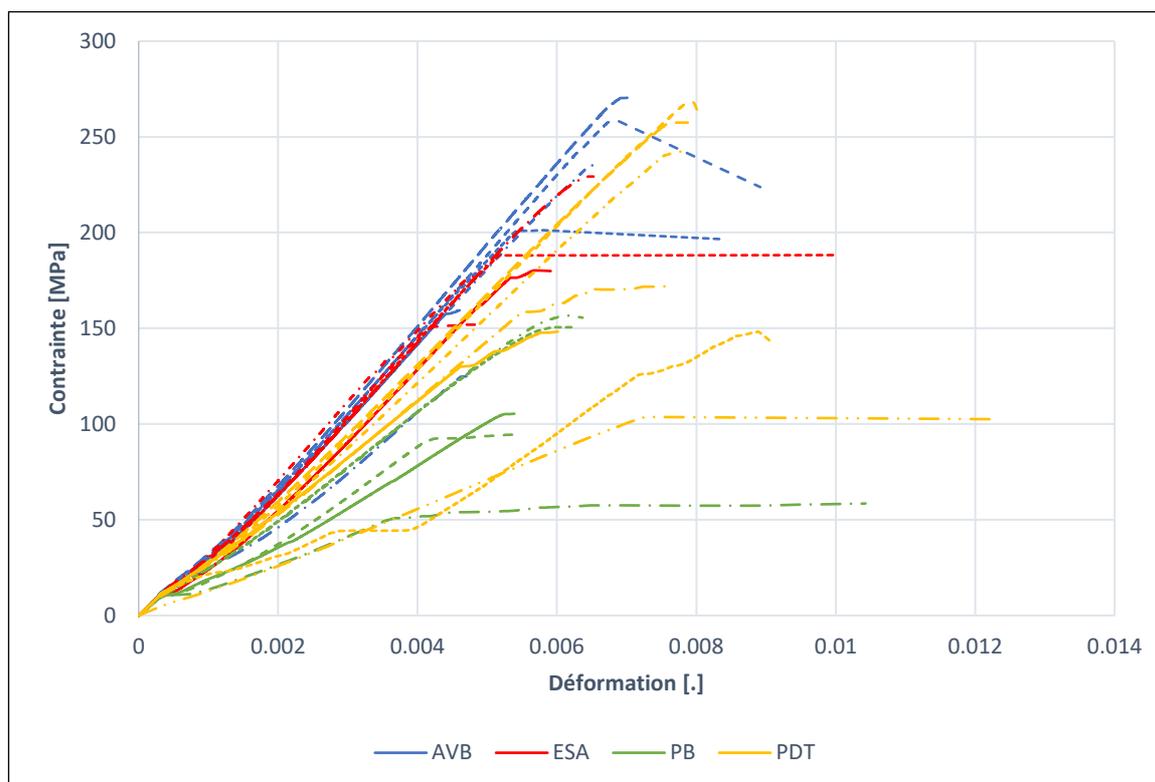


FIGURE 4. Courbes d'écrasement pour les quatre calcaires testés.

TABLEAU 1. Caractéristiques pétrophysiques et mécaniques de base des roches étudiées (roche intacte). ρ , masse volumique. Φ , porosité. C_p , vitesse des ondes ultrasoniques. E , module de Young. R_c , résistance en compression uniaxiale. R_t , Résistance à la traction.

Propriétés	ρ [kg/m ³] (écart-type)	Φ [%] (écart-type)	C_p [km/s] (écart-type)	R_c [MPa] (écart-type)	E_{el} [MPa] (écart-type)	R_t [MPa] (écart-type)
Roches						
Abbaye du Val-Benoît (AVB)	2687 (3,3)	0,119 (0,05)	6,241 (0,169)	208 (57)	38653 (3461)	-13 (1,6)
Eglise Saint-André (ESA)	2686 (8,6)	0,074 (0,039)	5,546 (0,793)	185,40 (80)	39316 (1278)	-10 (1,8)
Parc Bivort (PB)	2670 (11,8)	0,694 (0,181)	4,479 (0,748)	113,32 (59)	23631 (5296)	-10 (1,4)
Pont des Troues (PDT)	2670 (12)	0,446 (0,12)	5,732 (0,222)	198,70 (67)	31643 (3876)	-14 (4)

B. La LIBS

La base matricielle des quatre roches étudiées est évidemment la calcite. En surface, une couche de calcin recouvre la surface exposée des pierres. Son épaisseur est de l'ordre d'un demi-millimètre. La couche de calcin se compose de magnésium, carbone, hydrogène, phosphate et d'argiles.

Une seconde zone sous le calcin, dénommée frange dans cette étude, montre l'épaisseur totale de l'altération qui est millimétrique voire pluri-millimétrique. Elle contient soit un dépôt de minéraux (sodium, hydrogène, fer...) soit un défaut de minéraux (carbone, silicium...) sous le calcin. La Fig. 5 illustre deux ratios qui mettent en évidence la couche de calcin et la zone sous cette couche qui constitue la frange d'altération pour le bloc ESA. Ces rapports entre éléments chimiques ont un sens géologique, minéralogique ou géochimique. C/Ca révèle le carbone non lié au carbonate et H/C révèle la matière organique ou les inclusions de fluide.

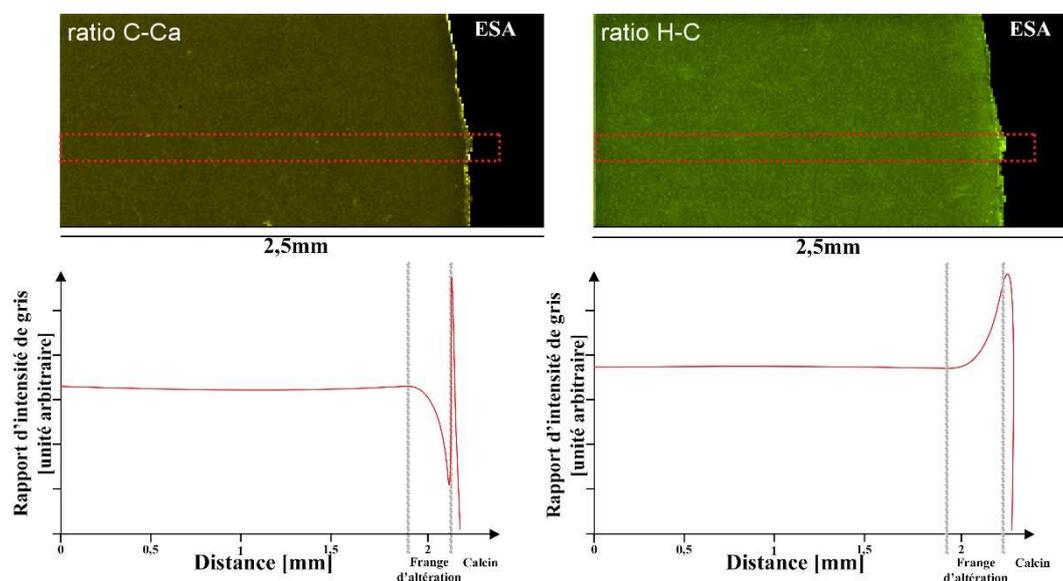


FIGURE 5. Profils linéaires d'intensité utilisés pour mettre en évidence les défauts ou les dépôts de minéraux dans la frange d'altération de l'échantillon ESA.

La LIBS permet de mesurer la frange d'altération visible sur des images pixellisées, où chaque pixel représente une distance connue en millimètre. Les dimensions sont reprises dans le TABLEAU 2.

TABLEAU 2. Estimation des épaisseurs du calcin et des franges d'altération sous le calcin sur base des tests de la LIBS

	Date de pose	LIBS – Épaisseur du calcin [mm]	LIBS – Épaisseur de frange [mm]
AVB	1667	< 0,5	1 - 2
ESA	1772	0,5	2,5 - 3
PB	1868	0,2 à 0,3	1
PDT	1948	0,3	1

C. Le poinçonnage

Les essais de poinçonnage ont été réalisés à la fois pour les échantillons sains (type a) et altérés (type b). Les courbes « effort-enfoncement » mettent en évidence un comportement élastique linéaire avec une composante plastique (pseudo-linéaire) avant une rupture fragile ($Cpl < 2$) pour les quatre calcaires. La Fig. 7 montre les courbes obtenues pour la pierre ESA. Les échantillons de type b présentent un écoulement plastique plus marqué avec un palier de durcissement plus important que les échantillons sains. L'effort appliqué pour indenter une roche altérée est toujours inférieur à celui nécessaire pour indenter une même roche saine (type a). Ainsi, les valeurs moyennes de résistance au poinçonnage sont modérées : elles sont comprises entre 1000 et 1400 MPa pour les faces saines et entre 700 et 1100 MPa pour les faces altérées. Pour les 4 roches, on observe systématiquement une réduction de la résistance au poinçonnage de 25% à 40% entre roches saines et altérées ainsi qu'une augmentation du coefficient de plasticité de 10 à 27% (Fig. 6), sans aucune corrélation avec la durée d'exposition des échantillons. La pénétration du poinçon à travers la roche altérée est également toujours plus importante. Pour chaque test, on observe une première chute de résistance qui correspond probablement à la pénétration du poinçon à travers la couche de calcin qui recouvre l'épiderme de toutes les surfaces exposées (type b).

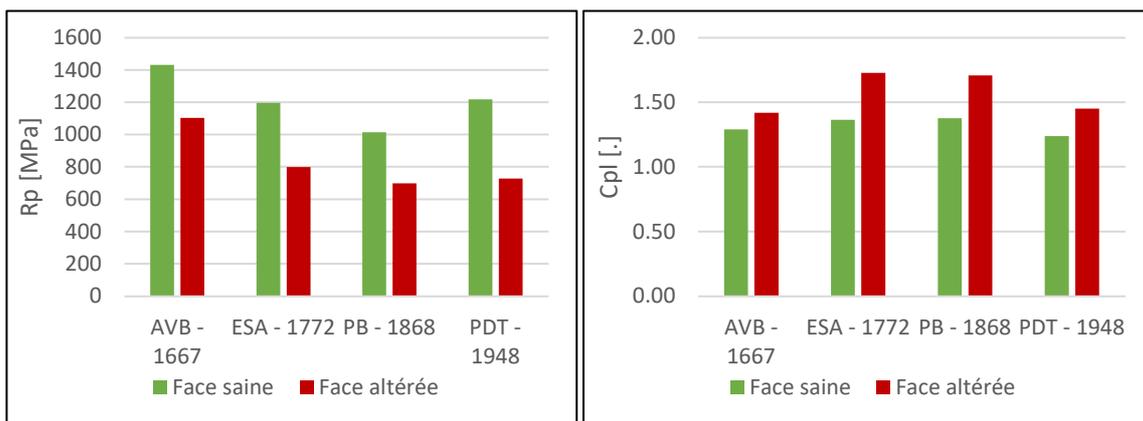


FIGURE 6. Valeurs moyennes des résistances au poinçonnage et des coefficients de plasticité (face saine et face altérée).

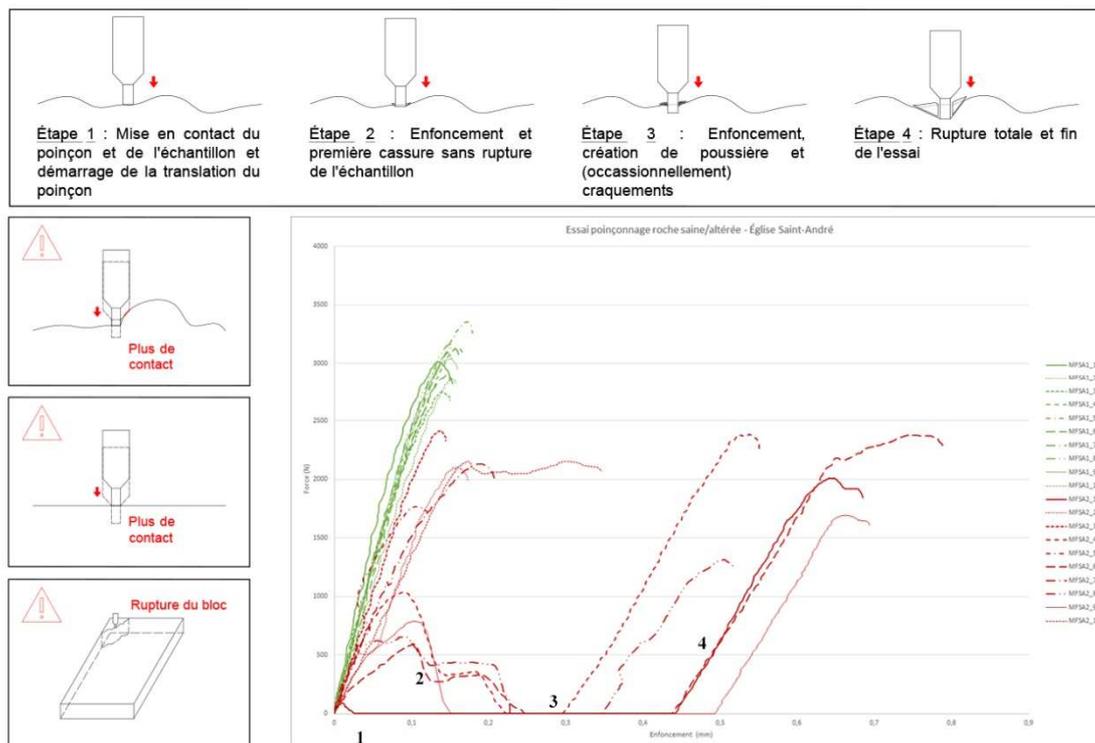


FIGURE 7. Mécanisme de rupture - Église Saint-André (ESA) : Comparaison des courbes complètes "effort- enfoncement" des tests de poinçonnage entre la pierre saine (verte) et la pierre altérée (rouge) - Attentions particulières

V. DISCUSSION

Les tests ont été réalisés sur quatre calcaires carbonifères qui présentent des propriétés physiques et mécaniques comparables. Sur l'épiderme de chaque échantillon, on observe des mécanismes d'altération semblables avec une épaisseur de calcin d'au plus 0,5 mm qui recouvre une frange d'altération millimétrique. Dans cette zone, on peut mesurer un gradient de composition. Cette frange d'altération semble beaucoup plus importante pour la pierre ESA qui provient d'un des deux monuments les plus anciens (TABLEAU 2).

D'un point de vue mécanique, l'essai de poinçonnage a montré que l'altération observée par la LIBS affecte bien les propriétés mécaniques de ces roches avec une réduction de résistance et une augmentation de la phase plastique, deux phénomènes que l'on peut mettre en lien avec une augmentation de porosité observée par LIBS. En effet, sous le calcin, la frange d'altération traduit une dissolution différentielle et une décohésion granulaire. L'acidité des pluies et la pollution atmosphérique jouent un rôle dans ce changement de porosité. On observe notamment ce phénomène pour les éléments suivants : Fe, C (autre que celui contenu dans le CaCO_3), Si, Al... Ce changement de porosité modifie la texture de la roche et favorise le transport de l'eau avec dépôt ou cristallisation possible d'autres minéraux tels que le potassium ou le sodium.

On remarque sur plusieurs courbes deux chutes de résistance à l'enfoncement (Fig. 7). L'ordre de grandeur de la pénétration du poinçon dans le matériau est millimétrique. Celui-ci est similaire

aux profondeurs d'altération mesurées par la LIBS (TABLEAU 2). Hypothétiquement, l'endroit où se produit la chute de résistance dans le matériau correspondrait à la transition calcin/matériau sain et le lieu de rupture serait situé dans l'épaisseur de la frange d'altération.

VI. CONCLUSION

Dans cette étude exploratoire, nous avons décrit et quantifié l'altération de surface de calcaires issus du patrimoine architectural de Wallonie. Une caractérisation des parties saines et altérées de pierres de construction a été proposée à l'aide de techniques émergentes pour le domaine du Patrimoine : la cartographie LIBS et le poinçonnage. L'adaptabilité de ces techniques est prometteuse. Leur association permet d'établir une quantification de perte de résistance et d'observer la profondeur d'altération.

En façade, les calcaires étudiés présentent une patine ou calcin, observable à l'aide de la LIBS, et constituée de minéraux et de particules provenant du matériau lui-même et de l'ensemble des polluants provenant de fluides ou de l'air environnant. La LIBS révèle la composition chimique de cette patine. Le carbone, qui provient probablement des suies des villes, est un des éléments présents en surface. Le poinçonnage met en évidence un changement de comportement du matériau entre la partie intérieure saine du bloc et sa face exposée. L'étude des diagrammes « effort-enfoncement » a permis de quantifier l'influence de l'altération sur les propriétés mécaniques des échantillons.

Les calcaires étudiés sont très peu poreux, la frange d'altération que l'on a observée est de l'ordre de plusieurs millimètres (1 à 4 mm) et la patine de l'ordre du demi-millimètre. Les futures recherches exploreront les performances de ces techniques sur d'autres types de roches.

REFERENCES

- Binda, L., Saisi, A. & Tiraboschi, C. (2000). Investigation procedures for the diagnosis of historic masonry. *Construction and Built Materials*, 14(4),199-233. [https://doi.org/10.1016/S0950-0618\(00\)00018-0](https://doi.org/10.1016/S0950-0618(00)00018-0)
- Brady, B.H.G. & Brown, E.T. (2005). *Rock Mechanics for underground mining*. Springer Science, Dordrecht.
- Descamps, F. (2002). Évaluation des propriétés mécaniques d'une roche à partir des tests peu destructifs : poinçonnage et grattage. Travail de fin d'études. UMONS.
- Descamps, F. & Tshibangu, J.P. (2004). Determination of rock properties using the punching test. *ISRM International Symposium 3rd Asian Rock Mechanics Symposium*, 2, 953-958.
- Dubois, C., Quinif, Y., Baele, J.M., Barriquand, L., Bini, A., Bruxelles, L., Dandurand, G., Havron, C., Kaufmann, O., Lans, B., Maire, R., Martin, J., Rodet, J., Rowberry, M.D., Tognini, P. & Vergari, A. (2014). The process of ghost-rock karstification and its role in the formation of cave systems. *Earth-Sciences Reviews*, 131, 116-148. <http://dx.doi.org/10.1016/j.earscirev.2014.01.006>

Faj-Gomord, O., Descamps, F., Soete, J., Vandycke, S., Tshibangu, K. & Swennen, R., (2018). Tight chalk: how does microtexture control petrophysical and geomechanical properties? The role of clay flakes and calcite cements. *Engineering in Chalk*, 229-234. <https://doi.org/10.1680/eiccf.64072.229>

Hack, H.R. (2020). Weathering, Erosion, and Susceptibility to Weathering. *Soft Rock Mechanics and Engineering*, 291–333. Springer, Switzerland. http://dx.doi.org/10.1007/978-3-030-29477-9_11

Howe, J.A. (1910). *The Geology of Building Stones*. Edward Arnold, London.

Rowberry, M., Dubois, C., Kaufmann, O., Baele, J.M. & Blahut, J. (2018). Weathering by dolomite dissolution responsible for the formation of an important paleontological locality in the Prague Synform. *Acta Geodynamica et Geomaterialia*, 3(191), 297-309. <http://dx.doi.org/10.13168/AGG.2018.0022>

Schaffer, R.J. (1932). *The Weathering of Natural Building Stones*. Building Research Establishment, Watford.

Smith, B.J., Gomez-Heras, M & McCabe, S. (2008). Understanding the decay of stone-built cultural heritage. *Progress in Physical Geography: Earth and Environment*, 32(4):439-461. <https://doi.org/10.1177/0309133308098119>

Smith, B.J., Turkington, A.V. & Curran, J.M. (2005). Urban stone decay: the great weathering experiment. *Stone Decay in the Architectural Environment*. Geological Society of America, *Special Papers*, 390, 1–9. doi:<http://dx.doi.org/10.1130/0-8137-2390-6.1>

Tshibangu, J.P., Descamps, F. & Di Paolo, G. (2014). Understanding the boundary effects by means of numerical modelling when performing punching test on small samples. *European Symposium of the International Society for Rock Mechanics, Eurock 2014*.

Tshibangu, J.P., Charlier, R. & Lamine, E. (1999). Mécanismes de destruction des roches et conception des outils de forage. *9th ISRM Congress, Paris, 1999-247*.

Vandycke, S., & Quinif, Y. (2001). Karst and Tectonics. *Geologica Belgica*, 3-4 (4). Online.

Viles, H.A., & Goudies, A. (2004). Biofilms and case hardening on sandstones from Al-Quwayra, Jordan. *Earth Surface Processes and Landforms*, 29, 1473-1485. <https://doi.org/10.1002/esp.1134>