

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(10) Numéro de publication internationale
WO 2013/156722 A1

(43) Date de la publication internationale
24 octobre 2013 (24.10.2013)

WIPO | PCT

- (51) Classification internationale des brevets :
C04B 28/18 (2006.01) E04C 1/40 (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2013/050822
- (22) Date de dépôt international :
15 avril 2013 (15.04.2013)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :
1253605 19 avril 2012 (19.04.2012) FR
- (71) Déposant : L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME
POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PRO-
CEDES GEORGES CLAUDE [FR/FR]; 75, Quai d'Or-
say, F-75007 Paris (FR).
- (72) Inventeurs : DEL-GALLO, Pascal; 5, rue de la Chapelle
St Laurent, F-91410 Dourdan (FR). GOUDALLE, Sébas-
tien; 9 Rue Victor Guichard, 89100 Sens (FR). RICHEL,
Nicolas; 21, rue Mozart, F-78330 Fontenay-le-fleury (FR).
- (74) Mandataire : BEROUD, Amandine; L'air Liquide S.A.,
Direction de la Propriété Intellectuelle, 75, Quai d'Orsay,
F-75321 Paris Cedex 07 (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,

AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU,
RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ,
TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA,
ZM, ZW.

- (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ,
UG, ZM, ZW), eurasiatique (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,
TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM,
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv))

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : POROUS MATERIAL FOR LINING A BUILDING BRICK

(54) Titre : GARNISSAGE DE BRIQUE DE CONSTRUCTION PAR UNE MATIÈRE POREUSE

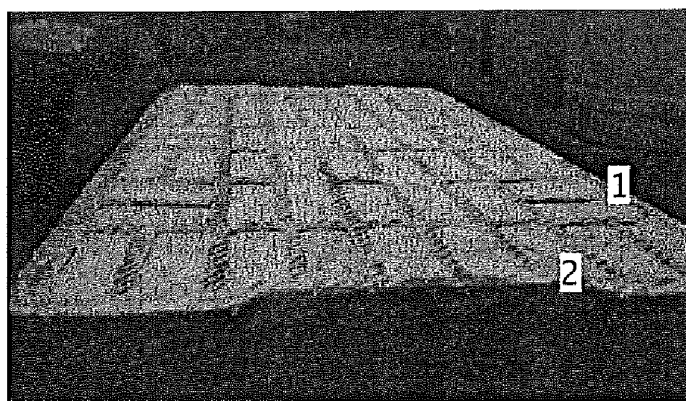


Figure 11

(57) Abstract : A building brick having a honeycomb structure comprising a porous material comprising 25% by mass to 75% by mass of silica, 75% by mass to 25% by mass of calcium hydroxide, and 0% to 5% by mass of magnesia and having a microstructure comprised of nodules and/or crystals in the form of needles so as to provide pores of an average diameter D50 of between 0.1 and 10 μm , and such that said porous material has a porosity of between 60% and 95%.

(57) Abrégé : Brique de construction à structure alvéolaire comprenant une matière poreuse comprenant 25% massique à 75% massique de silice, de 75% massique à 25% massique d'hydroxyde de calcium, et de 0 à 5% massique de magnésium et présentant une microstructure composée de nodules et/ou de cristaux sous forme d'aiguilles de manière à ménager des pores de diamètre moyen D50 compris entre 0,1 et 10 μm , et de manière à ce que ladite matière poreuse présente une porosité comprise entre 60 et 95%.

WO 2013/156722 A1



-
- *avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues (règle 48.2.h)*

Garnissage de Brique de construction par une matière poreuse

5 La présente invention a pour objet une brique de construction à structure alvéolaire comprenant une matière poreuse magnésio-silico-calcaire et pouvant être utilisée dans la construction de mur à haut pouvoir isolant.

Les briques en terre cuite, dites « monomur », ou en ciment, dites « parpaing », à structure alvéolaire, sont largement utilisées pour la construction de murs, de sols, de
10 cloisons ou autres éléments de bâtiments.

Ces briques sont habituellement composées d'alvéoles vides (non remplies) plus ou moins grandes, de forme plus ou moins différentes, destinées à augmenter l'isolation thermique. Ces structures sont composées d'alvéoles de taille réduite pour limiter la convection thermique et présentent de faibles épaisseurs de parois pour limiter l'effet de
15 conduction.

L'espace intérieur des alvéoles de ces briques de construction est généralement vide. Lorsqu'il existe un gradient de température au sein d'une alvéole, l'air contenu dans cette alvéole se déplace par convection. La conséquence directe est une diminution de la résistance thermique du système. Une des solutions mises en œuvre pour minimiser les
20 effets convectifs consiste à augmenter le nombre d'alvéoles, mais cette solution est limitée par (i) une mise en œuvre technique des briques de plus en plus complexe, (ii) des quantités de matière plus importantes, (iii) l'apparition de phénomènes de conduction plus important.

Pour limiter ce phénomène, il est possible de remplir ces alvéoles avec un matériau
25 inorganique de faible conductivité thermique et ainsi empêcher ces mouvements convectifs. Le rôle de ce matériau inorganique est du fait de sa microstructure de donner une « tenue mécanique à l'air ou au vide », à savoir emprisonner l'air (ou le vide) de manière à minimiser les effets de convection.

A titre d'exemple, le document FR 2521 197 A1, fait mention de briques en terre
30 cuite avec des alvéoles remplies « d'un matériaux cellulaire à haut pouvoir d'isolation thermique ». Les matériaux proposés pour le remplissage des alvéoles sont : « une mousse de polyuréthane, une mousse de polystyrène, ou tout autre matériaux fibreux (laine de verre ou de roche) ou divisé (agglomérat de liège) ».

L'inconvénient de cette solution est l'utilisation de matériaux organiques et/ou inorganiques qui soient (i) peuvent mal se comporter face au risque d'incendie : tenue au feu, résistance au feu, émission(s) de gaz toxique(s) et de débris enflammés (ii) soit sont potentiellement dangereux car classifiables à termes dans la catégorie des FCR (Fibres
5 Céramiques Réfractaires) nécessitant des conditions spécifiques de pose puis de gestion des déchets, (iii) soit perdre des propriétés d'isolation au cours du temps (tassement du garnissage, dégradation chimique des matériaux, ...), (iv) ne présentent pas ou peu de tenue mécanique ($< 5 \text{ kg/cm}^2$), (v) ne sont pas recyclables dans les filières traditionnelles, (vi) soit un mélange de points (i) à (vi). On peut également noter que dans certains cas le
10 garnissage se fait sur place pendant le chantier, cela est une contrainte et nécessite de la main d'œuvre supplémentaire.

Le document FR 2 876 400 décrit quant à lui l'utilisation de briques creuses remplie « avec un matériau isolant à base de produit(s) poreux en vrac ». La matière dite naturelle pour le garnissage est à base de perlite expansée ou de la vermiculite expansée
15 dans laquelle on utilise l'amidon comme épaississant. Ce document fait également mention de l'utilisation d'autres composants comme de la silice colloïdale, des agents hydrophobes, ou du plastique dispersé.

L'inconvénient de cette solution est la faible tenue mécanique des agglomérats, cela entraînant un risque de détérioration de ces masses de garnissage pendant le transport et le
20 montage de ces éléments. Il est à noter le faible pouvoir cohésif de cette structure induisant notamment des risques de perte de matière lors de perçage, de découpe, ... des murs par exemple. Il est à noter également le tassement des grains plusieurs années après la pose des éléments de construction, ce qui entraîne à terme la diminution du pouvoir isolant. Egalement l'emploi de liants organiques ou d'agent hydrophobe diminue sensiblement la
25 résistance thermique de ces matériaux et accroît le risque de tenue au feu.

Sur le même principe, on peut citer le document FR2 927 623 A1 qui divulgue des éléments de construction de type brique en terre cuite, garnie d'une mousse de chaux. Cette matière poreuse est constituée d'un mélange chaux-ciment 65 à 90% de la matière sèche, de fibres, de charges minérales, d'un durcisseur et d'un agent moussant. Le principe est de
30 faire prendre de la chaux avec un agent moussant pour créer des bulles d'air, de les emprisonner lors de la réaction et avoir ainsi une structure poreuse.

Une telle structure présente le désavantage d'avoir une tenue mécanique faible, ce qui limite la réduction du nombre de parois de la brique de terre cuite et entraîne des risques de dégradation de la matière poreuse pendant la pose des éléments de construction.

Dès lors, un problème qui se pose est de fournir une brique de construction qui ne présente pas les inconvénients mentionnés ci-dessus.

Une solution de la présente invention est une brique de construction 1 à structure alvéolaire comprenant une matière poreuse 2 comprenant 25% massique à 75% massique de silice, de 75% massique à 25% massique d'hydroxyde de calcium, et de 0 à 5% massique de magnésie et présentant une microstructure composée de nodules et/ou de cristaux sous forme d'aiguilles 3 de manière à ménager des pores de diamètre moyen D50 compris entre 0,1 et 10 μm , et de manière à ce que ladite matière poreuse présente une porosité comprise entre 60 et 95%.

10 Préférentiellement, la matière poreuse présente une porosité comprise entre 70 et 90%.

La microstructure de la matière poreuse, composée de nodules plus ou moins sphériques et reliés entre eux par des cristaux présentant la forme d'aiguilles, résultat d'une croissance cristallographique s'opérant au cours d'une synthèse hydrothermale, est représentée figure 1. Il est à noter également la présence potentielle de grains de matières premières non réagies ou en cours de réactions chimiques.

Notons que c'est cette microstructure qui permet de quasiment supprimer tout effet de convection de l'air.

La porosité totale de la matière poreuse peut être mesurée à l'aide d'un porosimètre à mercure.

La conductivité thermique peut être mesurée à l'aide d'un appareillage de type Paque Chaude Gardée à une température moyenne comprise entre 0 et 70°C.

La résistance mécanique à la compression peut être mesurée par l'élaboration d'un cube de 100 x 100 mm² de matière poreuse et application sur la face supérieure de celui-ci d'une force en pression tandis qu'elle est maintenue contre une plaque métallique horizontale. Cette force correspond à la pression (en kg/cm² ou MPa) à partir de laquelle la matière commence à se fissurer.

La figure 2 représente des courbes de résistance à la compression de plusieurs matériaux poreux à formulations chimiques telles que décrites dans l'invention mais à conditions opératoires différentes notamment la température (T), la pression (P), les rampes de montée et de descente en température (°C/min) et la durée (t) de la synthèse hydrothermale. La conséquence est, en fonction des paramètres procédé pour un mélange identique au départ des microstructures finales différentes, d'où des propriétés mécaniques différentes.

La figure 3 représente deux exemples d'échantillons identiques en termes de formulations chimiques initiales (mélange) mais différents en termes de conditions opératoires (T, t, P, °C/min). Ceci aboutit à des propriétés mécaniques finales différentes. La courbe supérieure de la figure 2 correspond à l'échantillon droit de la figure 3.

5 L'échantillon gauche de la figure 3 correspond aux autres courbes de la figure 2.

Selon le cas, la brique de construction selon l'invention présente une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- la matière poreuse présente une microstructure composée de nodules et/ou de cristaux sous forme d'aiguilles et éventuellement de grains élémentaires de manière à
10 ménager des pores de diamètre moyen D50 compris entre 0,1 et 1µm ;

- la matière poreuse présente une résistance mécanique comprise entre 5 et 40kg/cm² préférentiellement entre 10 et 30kg/cm² et une conductivité thermique comprise entre 50 et 150mW/°K.m préférentiellement inférieure à 100mW/°K.m ;

- la matière poreuse comprend au moins 70% en poids de phase cristalline ;

15 - la phase cristalline renferme en outre une ou plusieurs phases silico-calcaire représentant 0 à 50% du poids de la matière poreuse ;

- les phases silico-calcaires sont choisis parmi la xonotlite, la foshagite, la tobermorite 11A, la tobermorite 9A, la Riversideite 9Å, la Trabzonite [Ca₄Si₃O₁₀, 2H₂O], la Rosenhahnite [Ca₃Si₃O₈(OH)₂], la Kilalaite [Ca₆Si₄O₁₄, H₂O], et la Gyrolite. De manière
20 générale on peut utiliser toutes les phases du type Ca_xSi_yO_z(OH)_i., jH₂O avec 1 ≤ x ≤ 10 ; 1 ≤ y ≤ 10 ; 1 ≤ z ≤ 30 ; 0 ≤ i ≤ 2 , 0 ≤ j ≤ 50.

- la matière poreuse peut contenir des fibres carbone et/ou de verre et/ ou de cellulose ou toutes autres charges fibreuses.

- ladite brique comprend : une structure alvéolaire en terre cuite ou en ciment ; et
25 ladite matière poreuse contenue dans au moins une partie des alvéoles de la structure alvéolaire.

Notons que la phase cristalline peut renfermer en outre :

- une ou plusieurs phases du type Mg_wSi_yO_z(OH)_i., jH₂O représentant au total de 0 à 50% du poids total de la matière poreuse;

30 - une ou plusieurs phases du type Mg_wCa_xO_z(OH)_i., jH₂O représentant au total de 0 à 50% du poids total de la matière poreuse;

- une ou plusieurs phases du type Mg_wCa_xSi_yO_z(OH)_i., jH₂O représentant au total de 0 à 50% du poids total de la matière poreuse.

La présente invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une brique de construction selon l'une des revendications 1 à 8, comprenant les étapes successives suivantes :

5 - une étape a) de neutralisation de la porosité ouverte de la structure alvéolaire d'une brique alvéolée;

- une étape b) de préparation d'un mélange comprenant de la silice, de la chaux vive, et de l'eau de telle manière que le rapport massique eau/(CaO + SiO₂) est compris entre 2 et 60 et le rapport massique CaO /SiO₂ est compris entre 0,8 et 1,2 ;

10 - une étape c) d'étanchéification de la face inférieure de la brique alvéolée issue de l'étape a) ;

- une étape d) de remplissage des alvéoles de la brique alvéolée par ledit mélange préparé à l'étape b) ;

15 - une étape e) de synthèse hydrothermale de la brique par chauffage à une température comprise entre 80°C et 200°C, et sous une pression de vapeur d'eau saturante comprise entre 1.10⁵ Pa et 25.10⁵ Pa, pendant une durée comprise entre 1 heures et 40 heures, pour obtenir une masse céramique, et

- une étape f) de séchage de la brique à une température comprise entre 100 et 450°C pendant une durée de 1 à 30 heures.

20 Selon le cas, le procédé de fabrication selon l'invention présente une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- à l'étape b) le mélange comprend un agent de germination et est préparé de telle manière que le rapport massique (CaO + SiO₂ + agent de germination)/ H₂O est compris entre 15 et 30% et le rapport massique (CaO + agent de germination)/SiO₂ est compris entre 0,8 et 1,2 ;

25 - l'agent de germination est choisi entre la magnésie et la silice colloïdale ;

- ledit procédé comprend entre l'étape b) et l'étape d) une étape b1) de stockage du mélange préparé à l'étape b) ;

- pendant toute la durée de l'étape b1), le mélange est agité ;

30 - ledit procédé comprend après l'étape f) une étape g) d'imperméabilisation des faces de la brique où la matière poreuse est apparente par l'ajout d'un composé organique, d'un silicone ou d'un composé organique.

L'étape a) de neutralisation permet de s'affranchir de l'influence de la porosité de la structure alvéolaire de la brique. Les briques en terre cuite ont une porosité comprise entre 10 et 30%. Cette porosité, si elle n'est pas neutralisée, peut absorber par capillarité

l'eau du mélange après remplissage, il en résultera alors une baisse de niveau au sein des canaux d'une brique de la masse poreuse ce qui est une source de défauts. Pour éviter ce phénomène, la brique peut soit préalablement être immergée dans une piscine de manière à la saturer en eau, soit être recouverte à l'intérieur des canaux par un matériau organique (silicone, téflon,...) qui limitera les phénomènes de capillarité, soit un mélange des 2 solutions à savoir protection d'un revêtement étanche ou semi étanche et immersion dans une piscine pour saturer en eau la brique.

L'étape b) de préparation d'un mélange comprenant de la chaux, de la silice et de l'eau comprend :

- 10 - une première sous-étape de synthèse de chaux vive, par calcination à une température supérieure ou égale à 800°C de pavés de calcaire de taille moyenne comprise entre 1 mm et 15 mm ayant une pureté d'au moins 90% en poids et une porosité ouverte supérieure à 0% à inférieure ou égale à 25%, pour obtenir des particules de chaux vive ;
- une deuxième sous-étape de mélange de ladite chaux vive, d'eau et de silice pour 15 obtenir une crème desdits constituants; et éventuellement
- une troisième sous-étape d'introduction d'un agent de germination, tel que de la magnésie par exemple, dans la crème préparée à la deuxième sous-étape.

Notons que cette troisième sous-étape peut être incluse dans la deuxième sous-étape.

20 L'étape b) de préparation d'un mélange pourra conduire à des mélanges « tout en un » ou des mélanges « en 2 étapes ». Dans le cas du mélange « tout en un » les matières inorganiques et éventuellement organiques sont pré mélangés à sec. L'ensemble est ensuite introduit dans de l'eau chaude dont la température est comprise entre 30 et 50°C. Dans le cas du mélange « en 2 étapes » la chaux est éteinte dans un premier temps avec une partie 25 de l'eau, puis tous les autres constituants sont rajoutés ensemble avec l'eau complémentaire. Le choix de l'ordre d'introduction sera fixé par l'homme de l'art en fonction des propriétés spécifiques de la chaux (réactivité, viscosité, décantation). Ces propriétés spécifiques sont issues de la matière première (calcaire) et de l'historique de transformation (grillage) de celle-ci.

30 Il est à noter éventuellement si nécessaire l'ajout de composés organiques (dispersant, liant, anti moussant, ...). Un exemple de formulations chimiques comprenant les ratios des différents constituants est décrit ci-dessous. Le tableau 1 donne la proportion massique des constituants inorganiques et le tableau 2 la proportion massique entre matière

sèche et solvant. Les tableaux ne prennent pas en compte l'ajout éventuel de composés organiques dont le % massique est inférieur à 1% de celui des matières premières totales.

Matières Premières (inorganiques)	Pourcentage massique
CaO	46,5%
SiO ₂	48,5%
Agent de germination (MgO)	5%
Total	100%

Tableau 1

5

Proportion Matière premières /solvant	Pourcentage massique
Matières premières	22,3%
Solvant (Eau)	77,7%

Tableau 2

Dans les tableaux 1 et 2 les proportions des matières premières et le ratio matières premières / solvant sont fixés. Ce ratio et ses proportions sont à la base même des propriétés de la masse poreuse synthétisée sous conditions hydrothermales. Le mélange est classiquement réalisé dans un disperseur (vitesse de rotation de l'axe jusqu'à 1400 tr/min) équipé d'une tri-pale bidirectionnelle dont le diamètre est idéalement compris entre 1/3 et 1/2 du diamètre de la cuve dans laquelle a lieu le mélange. La durée du malaxage est comprise entre 10 et 40 minutes. Le dimensionnement des appareils est lié au volume de briques à garnir et dépendra donc de la ligne de production sur laquelle ils seront implantés.

La figure 4 montre un exemple de disperseur permettant de réaliser le mélange.

L'étape b1) de stockage du dit mélange consiste à transvaser le mélange (suspension) dans une cuve tampon sous agitation pour éviter la décantation du ce dernier. Le système d'injection sera implanté sur cette cuve tampon.

L'étape c) d'étanchéification de la face inférieure de la brique permet de garnir les canaux de suspension et maintenir le mélange au sein des alvéoles. La brique peut ensuite éventuellement être placée dans un système (wagon, glissière...) en vue de faciliter son enfournement ultérieur dans un autoclave basse pression/basse température dans lequel se déroulera la synthèse hydrothermale. Il est à noter que cette technique est très performante

si la brique à remplir a été rectifiée lors de procédé de fabrication. La figure 5 montre un exemple d'un système à base de film plastique permettant d'étanchéifier d'une brique avant remplissage du mélange.

5 L'étape d) de remplissage consiste à garnir les briques du mélange. Un système constitué de pompes et d'une buse d'injection permet le remplissage à la chaîne ou en parallèle de une ou plusieurs briques. Il peut être installé si nécessaire un système vibrant de manière à cisailer la pâte lors du remplissage et permettre ainsi une meilleure homogénéisation du mélange.

10 L'étape e) de synthèse hydrothermale consiste à réaliser une synthèse hydrothermale à une température comprise entre environ 80 et 200°C, préférentiellement entre 100 et 160°C, pendant une durée allant, de 2h à 40h, préférentiellement de 5 à 24h. La pression au sein de l'autoclave est la pression de vapeur saturante qui selon les conditions de cuisson peuvent varier entre 10^5 Pa et $25 \cdot 10^5$ Pa (1 et 25 bar), préférentiellement entre $1 \cdot 10^5$ Pa et $10 \cdot 10^5$ Pa (1 et 10 bar).

15 L'étape f) de séchage a pour fonction d'évacuer l'eau résiduelle piégée après la synthèse dans les pores de la microstructure formée. Cette opération est réalisée dans un four traditionnel électrique ou à gaz (qui peut ou non être le même que celui utilisé pour l'opération de synthèse hydrothermale), le séchage s'opère à la pression atmosphérique. Le cycle de séchage a lieu entre 100 et 450 °C, préférentiellement entre 100°C et 250°C sur
20 une durée comprise entre 1 et 30 heures, préférentiellement entre 2 et 24 heures. Le cycle de séchage peut avoir des rampes et des paliers à des températures intermédiaires.

25 L'étape g) d'imperméabilisation consiste à appliquer un agent imperméabilisant (silicone, durcisseur chimique, dépôt sol-gel à base Si, verni à base de cellulose) soit par pulvérisation soit à l'aide de rouleaux sur les faces ou la masse poreuse est apparente de manière à rendre ces dernières hydrophobes. Les briques garnies de matière poreuse peuvent au préalable être rectifiées si nécessaire et/ou poncer en surface.

30 Enfin la présente invention a également pour objet un assemblage comprenant une ou plusieurs briques de construction 1 selon l'invention. D'ailleurs, les briques ont une forme qui permette la construction d'éléments de bâtiment, tel que des murs, des sols, des plafonds, des toits.

L'invention va maintenant être décrite plus en détail par référence aux exemples suivants. L'exemple 1 concerne le garnissage de briques à partir d'un mélange dit « en 2 étapes ». L'exemple 2 concerne le garnissage de briques à partir d'un mélange dit « tout en un ».

Le choix du protocole de mélange (« tout en un » ou « en 2 étapes ») sera déterminé par l'homme de l'art en fonction des propriétés spécifiques de la chaux (réactivité, viscosité du lait de chaux, décantation).

5 EXEMPLES

Exemple 1 : Préparation d'une brique garnie de masse poreuse par un mélange dit en « 2 étapes »

1A. Neutralisation de la porosité

10 Dans un premier temps, une brique a été immergée dans de l'eau pendant 2 heures dans le but de saturer les tessons en eau et d'éviter ainsi la diffusion par capillarité de l'eau de la suspension dans les parois de la brique. La brique remplie dans cet exemple présente une porosité de l'ordre de 10-15%. Pour des briques porosées la porosité totale étant comprise entre 15 et 25% le temps d'immersion sera rallongé.

15 La figure 6 illustre l'immersion d'une brique dans un récipient contenant de l'eau.

1B. Préparation du mélange dit « en 2 étapes »

Le mélange se réalise en deux étapes dans un premier temps la chaux vive est éteinte dans de l'eau chauffée à 43°C, un malaxage à 900 tr/min est effectué pendant 20 minutes. Puis dans un second temps la silice et les autres constituants (magnésie, composés organiques) est introduite avec de l'eau à température ambiante. Afin d'homogénéiser le mélange un malaxage à 900 tr/min est effectué pendant 20 minutes.

Afin de caractériser le mélange une mesure de viscosité a été réalisée avec un rhéomètre Brookfield DVII à 20 tr/min, la viscosité mesurée est de 3875 cp. Le mélange a la composition indiquée dans le tableau 3.

25

Constituants	Pourcentage massique
CaO	10,2 %
SiO ₂	10,8 %
Agent de germination (MgO)	1 %
Eau à 43°C	49,6 %
Eau à 20°C	28,4%

Tableau 3

1C. Stockage dans une cuve tampon

Une fois le mélange terminé les 25 litres de pâte préparée sont stockés dans un récipient.

5 1D. Préparation de la brique pour le remplissage

La brique avant d'être remplie par le mélange est emballée à l'aide d'un film plastique de manière à étanchéifier le fond. La brique est ensuite posée dans un wagon qui sera directement placé dans une glissière dans l'autoclave.

10 1E. Remplissage de la brique

La brique est placée sur une table vibrante pour permettre un remplissage optimum des alvéoles en abaissant la viscosité du mélange par cisaillement.

La figure 7 montre un exemple de table vibrante permettant l'homogénéisation lors du remplissage de la brique et la figure 8 montre une brique avant enfournement dans
15 l'autoclave pour la synthèse hydrothermale.

1F. Synthèse hydrothermale du mélange contenu dans les alvéoles de la brique

La brique garnie a été placée dans un autoclave sous conditions de synthèse hydrothermales à 150°C soit une pression de vapeur saturante de 4 bars relatif.

20 La figure 9 représente le cycle de synthèse hydrothermale.

Le système initial : chaux, silice et eau ne peut spontanément cristalliser c'est pourquoi une synthèse hydrothermale est nécessaire dans le cadre du garnissage des briques. La modification des conditions de pression et température pendant une durée déterminée permet l'apport d'énergie qui est consommée par le système pour franchir la
25 barrière énergétique de cristallisation. L'ajout d'agents dit de germination tel que de la magnésie et/ou de la silice colloïdale permet de réduire les temps de synthèse hydrothermale.

1G. Elimination de l'eau contenu dans la masse poreuse par séchage

30 La brique est ensuite séchée selon le cycle présenté Figure 10 jusqu'à une température maximale de 235°C et pendant une durée de 24 h, à pression atmosphérique.

1H. Finitions

Après séchage, le surplus de masse poreuse est éliminé et un agent imperméabilisant est appliqué à l'aide de rouleaux sur la masse poreuse.

La figure 11 montre une brique après rectification et application d'un agent
5 d'imperméabilisation.

Exemple 2 : Préparation d'une brique garnie de masse poreuse par un mélange dit « tout en un »

Toutes les étapes à l'exception de l'ordre d'introduction des constituants du
10 mélange sont identiques à l'exemple 1. C'est pourquoi seule l'étape concernant la réalisation du mélange va être décrite.

Le mélange des composés inorganiques et organiques sont réalisés selon les proportions désirées à sec.

Les constituants sont introduits dans la cuve du malaxeur dans l'ordre suivant :
15 l'eau chauffée à 43°C, puis un agent modificateur de pH (soude ou chaux vive) l'objectif étant l'obtention d'une eau à pH compris entre 9 et 14, préférentiellement entre 11 et 12,5. Le mélange de poudres est ensuite introduit, le mélange étant malaxé à 900 tr/min pendant 40 minutes.

Afin de caractériser le mélange une viscosité a été réalisée avec un rhéomètre
20 Brookfield DVII à 20 tr/min, la viscosité mesurée est de 1080 cp. La viscosité étant bien plus faible, le remplissage peut être facilité, l'utilisation d'une table vibrante devient alors facultative.

Au final le mélange à la composition indiquée dans le ci-dessous (tableau 4) :

Constituants dans l'ordre d'introduction	Pourcentage massique
Eau à 43°C	78%
Agent modificateur de pH	0,3%
Mix de poudres (chaux vive, silice)	21%
Agent de germination (MgO)	0,7%

Revendications

5 1. Brique de construction (1) à structure alvéolaire comprenant une matière poreuse
(2) comprenant 25% massique à 75% massique de silice, de 75% massique à 25%
massique d'hydroxyde de calcium, et de 0 à 5% massique de magnésie et présentant une
microstructure composée de nodules et/ou de cristaux sous forme d'aiguilles (3) de
10 manière à ménager des pores de diamètre moyen D50 compris entre 0,1 et 10 μm , et de
manière à ce que ladite matière poreuse présente une porosité comprise entre 60 et 95%.

 2. Brique de construction selon la revendication 1, caractérisée en ce que la matière
poreuse présente une microstructure composée de nodules et/ou de cristaux sous forme
d'aiguilles et éventuellement de grains élémentaires de manière à ménager des pores de
15 diamètre moyen D50 compris entre 0,1 et 1 μm .

 3. Brique de construction selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce
que la matière poreuse présente une résistance mécanique comprise entre 5 et 40 kg/cm^2
préférentiellement entre 10 et 30 kg/cm^2 et une conductivité thermique comprise entre 50 et
20 150 $\text{mW}/^\circ\text{K}\cdot\text{m}$ préférentiellement inférieure à 100 $\text{mW}/^\circ\text{K}\cdot\text{m}$.

 4. Brique de construction selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce
que la matière poreuse comprend au moins 70% en poids de phase(s) cristalline(s).

25 5. Brique de construction selon la revendication 4, caractérisée en ce que la phase
cristalline renferme en outre une ou plusieurs phases silico-calcaire représentant 0 à 50%
du poids de la matière poreuse

 6. Brique de construction selon la revendication 5, caractérisée en ce que les phases
30 silico-calcaires sont choisis parmi la xonotlite, la foshagite, la tobermorite 11A, la
tobermorite 9A, la Riversideite 9Å, la Trabzonite $[\text{Ca}_4\text{Si}_3\text{O}_{10}, 2\text{H}_2\text{O}]$, la Rosenhahnite
 $[\text{Ca}_3\text{Si}_3\text{O}_8(\text{OH})_2]$, la Kilalaite $[\text{Ca}_6\text{Si}_4\text{O}_{14}, \text{H}_2\text{O}]$, et la Gyrolite.

7. Brique de construction selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que la matière poreuse peut contenir des fibres carbone et/ou de verre et/ ou de cellulose ou toutes autres charges fibreuses.

5 8. Brique de construction selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que ladite brique comprend ;

- une structure alvéolaire en terre cuite ou en ciment ; et
- ladite matière poreuse contenue dans au moins une partie des alvéoles de la structure alvéolaire.

10

9. Procédé de fabrication d'une brique de construction selon l'une des revendications 1 à 8, comprenant les étapes successives suivantes :

- une étape a) de neutralisation de la porosité ouverte de la structure alvéolaire d'une brique alvéolée;

15

- une étape b) de préparation d'un mélange comprenant de la silice, de la chaux vive, et de l'eau de telle manière que le rapport massique eau/(CaO + SiO₂) est compris entre 2 et 60 et le rapport massique CaO /SiO₂ est compris entre 0,8 et 1,2 ;

- une étape c) d'étanchéification de la face inférieure de la brique alvéolée issue de l'étape a);

20

- une étape d) de remplissage des alvéoles de la brique par ledit mélange préparé à l'étape b) ;

- une étape e) de synthèse hydrothermale de la brique par chauffage à une température comprise entre 80°C et 200°C, et sous une pression de vapeur d'eau saturante comprise entre 1.10⁵ Pa et 25.10⁵ Pa, pendant une durée comprise entre 1 heures et 40 heures, pour obtenir une masse céramique, et

25

- une étape f) de séchage de la brique à une température comprise entre 100 et 450°C pendant une durée de 1 à 30 heures.

10. Procédé de fabrication selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'à l'étape b) le mélange comprend un agent de germination et est préparé de telle manière que le rapport massique (CaO + SiO₂ + agent de germination)/ H₂O est compris entre 15 et 30% et le rapport massique (CaO + agent de germination)/SiO₂ est compris entre 0,8 et 1,2.

30

11. Procédé de fabrication selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'agent de germination est choisi entre la magnésie et la silice colloïdale.

12. Procédé de fabrication selon l'une des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que ledit procédé comprend entre l'étape b) et l'étape d) une étape b1) de stockage du mélange préparé à l'étape b).

13. Procédé de fabrication selon la revendication 12, caractérisé en ce que pendant toute la durée de l'étape b1), le mélange est agité.

14. Procédé de fabrication selon l'une des revendications 9 à 13, caractérisé en ce que ledit procédé comprend après l'étape f) une étape g) d'imperméabilisation des faces de la brique où la matière poreuse est apparente par l'ajout d'un composé organique, d'un silicone ou d'un composé organique.

15. Assemblage comprenant une ou plusieurs briques de construction (1) selon l'une des revendications 1 à 8.

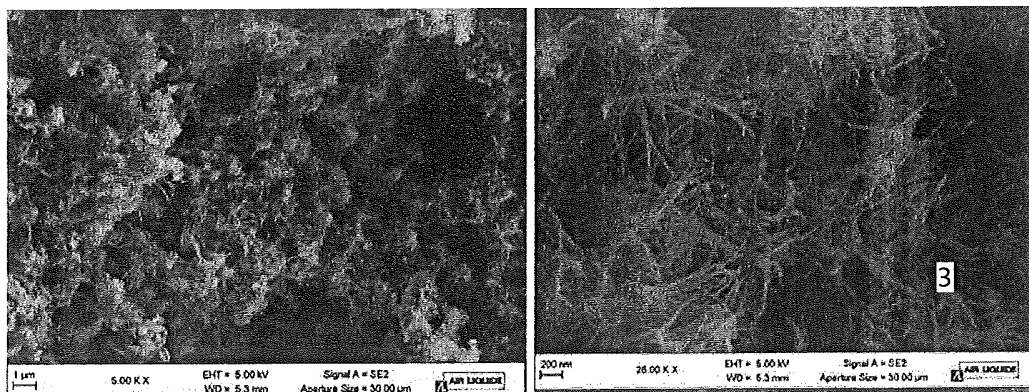


Figure 1

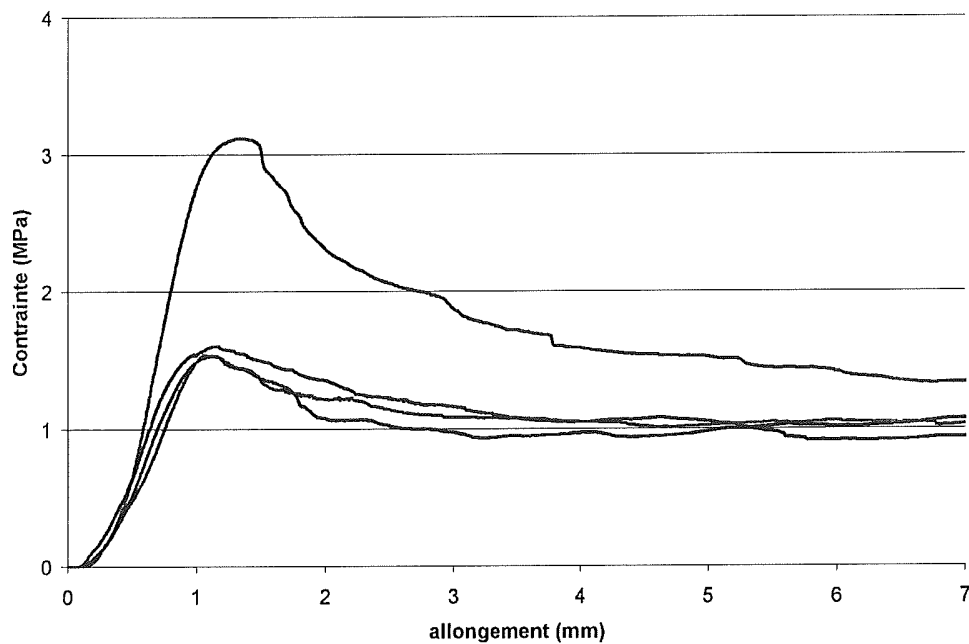


Figure 2



Figure 3



Figure 4

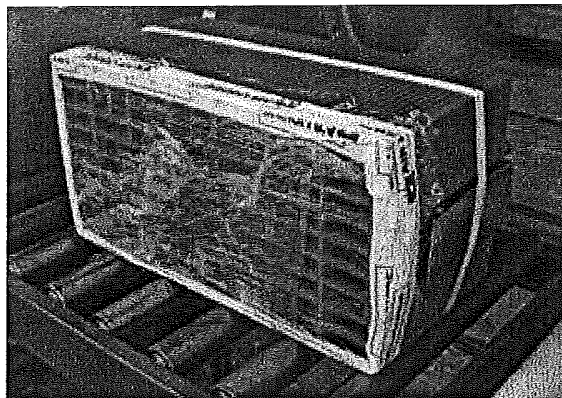


Figure 5

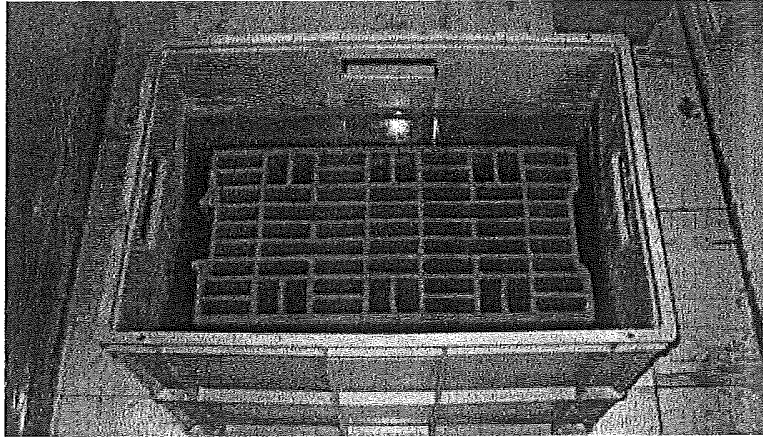


Figure 6

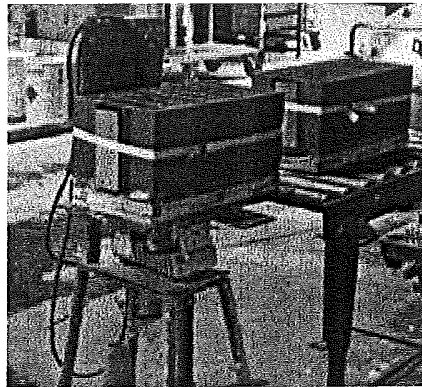


Figure 7



Figure 8

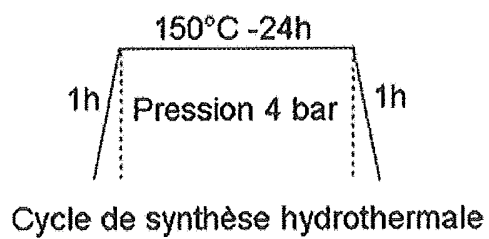


Figure 9

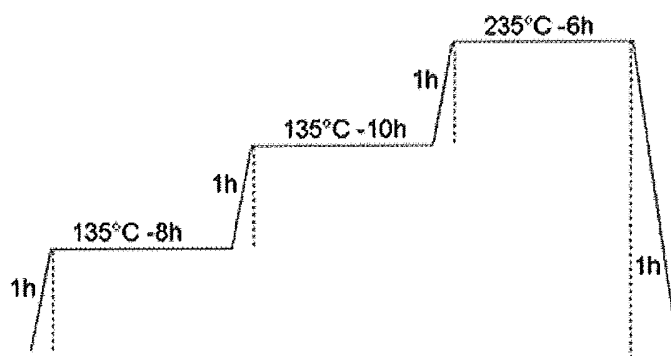


Figure 10



Figure 11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/FR2013/050822

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C04B28/18 E04C1/40 ADD.				
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC				
B. FIELDS SEARCHED				
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C04B E04C				
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched				
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data				
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT				
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
Y	DE 10 2007 027653 A1 (PUCKELWALDT HORST [DE]) 18 December 2008 (2008-12-18) paragraphs [0007] - [0017], [0041] - [0043] -----	1-15		
Y	JP 2003 160371 A (MITSUBISHI SHOJI CONSTRUCTION) 3 June 2003 (2003-06-03) paragraphs [0001], [0006] - [0011]; claim 21 -----	1-15		
Y	FR 2 927 623 A1 (IMERYS TC SOC PAR ACTIONS SIMP [FR] IMERYS TC [FR]) 21 August 2009 (2009-08-21) abstract -----	1-15		
X,P	EP 2 540 684 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 2 January 2013 (2013-01-02) the whole document ----- -/--	1-9,15		
<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none;"><input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.</td> <td style="width: 50%; border: none;"><input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.</td> </tr> </table>			<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.	<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.	<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.			
* Special categories of cited documents :				
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family			
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report			
12 September 2013	24/09/2013			
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Bonneau, Sébastien			

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2013/050822

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 98/02391 A1 (CHEMICAL LIME LTD [US]) 22 January 1998 (1998-01-22) page 2, lines 4-14 -----	1-15
A	EP 2 163 534 A1 (XELLA TECHNOLOGIE UND FORSCHUN [DE]) 17 March 2010 (2010-03-17) the whole document -----	1-15

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2013/050822

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 102007027653 A1	18-12-2008	AU 2008261269 A1 CN 101772471 A DE 102007027653 A1 EA 201000026 A1 EP 2164818 A2 US 2010180797 A1 WO 2008151825 A2	18-12-2008 07-07-2010 18-12-2008 30-08-2010 24-03-2010 22-07-2010 18-12-2008

JP 2003160371 A	03-06-2003	JP 4001478 B2 JP 2003160371 A	31-10-2007 03-06-2003

FR 2927623 A1	21-08-2009	EP 2093201 A2 FR 2927623 A1	26-08-2009 21-08-2009

EP 2540684 A1	02-01-2013	EP 2540684 A1 WO 2013000859 A1	02-01-2013 03-01-2013

WO 9802391 A1	22-01-1998	EP 0912456 A1 US 6395205 B1 WO 9802391 A1	06-05-1999 28-05-2002 22-01-1998

EP 2163534 A1	17-03-2010	DE 102008047160 A1 DE 202008017703 U1 EP 2163534 A1	15-04-2010 12-05-2010 17-03-2010

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2013/050822

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C04B28/18 E04C1/40 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE		
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C04B E04C		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	DE 10 2007 027653 A1 (PUCKELWALDT HORST [DE]) 18 décembre 2008 (2008-12-18) alinéas [0007] - [0017], [0041] - [0043] -----	1-15
Y	JP 2003 160371 A (MITSUBISHI SHOJI CONSTRUCTION) 3 juin 2003 (2003-06-03) alinéas [0001], [0006] - [0011]; revendication 21 -----	1-15
Y	FR 2 927 623 A1 (IMERYS TC SOC PAR ACTIONS SIMP [FR] IMERYS TC [FR]) 21 août 2009 (2009-08-21) abrégé -----	1-15
X,P	EP 2 540 684 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 2 janvier 2013 (2013-01-02) le document en entier ----- -/--	1-9,15
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents		
<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée		"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 12 septembre 2013		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 24/09/2013
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Bonneau, Sébastien

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2013/050822

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 98/02391 A1 (CHEMICAL LIME LTD [US]) 22 janvier 1998 (1998-01-22) page 2, ligne 4-14 -----	1-15
A	EP 2 163 534 A1 (XELLA TECHNOLOGIE UND FORSCHUN [DE]) 17 mars 2010 (2010-03-17) le document en entier -----	1-15

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2013/050822

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 102007027653 A1	18-12-2008	AU 2008261269 A1 CN 101772471 A DE 102007027653 A1 EA 201000026 A1 EP 2164818 A2 US 2010180797 A1 WO 2008151825 A2	18-12-2008 07-07-2010 18-12-2008 30-08-2010 24-03-2010 22-07-2010 18-12-2008
-----	-----	-----	-----
JP 2003160371 A	03-06-2003	JP 4001478 B2 JP 2003160371 A	31-10-2007 03-06-2003
-----	-----	-----	-----
FR 2927623 A1	21-08-2009	EP 2093201 A2 FR 2927623 A1	26-08-2009 21-08-2009
-----	-----	-----	-----
EP 2540684 A1	02-01-2013	EP 2540684 A1 WO 2013000859 A1	02-01-2013 03-01-2013
-----	-----	-----	-----
WO 9802391 A1	22-01-1998	EP 0912456 A1 US 6395205 B1 WO 9802391 A1	06-05-1999 28-05-2002 22-01-1998
-----	-----	-----	-----
EP 2163534 A1	17-03-2010	DE 102008047160 A1 DE 202008017703 U1 EP 2163534 A1	15-04-2010 12-05-2010 17-03-2010
-----	-----	-----	-----