



**ÉCOLE DOCTORALE ENERGIE, MATERIAUX, SCIENCES DE LA TERRE ET DE
L'UNIVERS / CENTRE D'ETUDES DOCTORALES RECHERCHE ET INNOVATION POUR
LES SCIENCES DE L'INGENIEUR**

Laboratoire PRISME / Laboratoire Mécanique, Mécatronique et Commande

THÈSE EN COTUTELLE INTERNATIONALE présentée par :

Issam AALIL

soutenue le : 05 décembre 2017

pour obtenir le grade de :

Docteur de l'université d'Orléans et l'université Moulay Ismail

Discipline/ Spécialité : Génie civil

**Contribution à l'étude du patrimoine bâti : méthodes de
diagnostic des pathologies des structures et moyens
de restauration.**

Etude de cas : site archéologique Volubilis au Maroc

Devant le jury :

CHERRADI Toufik	PES à l'Ecole Mohammadia d'Ingénieurs	Président
PANTET Anne	Professeur à l'université du Havre en France	Rapporteur
YOTTE Sylvie	Professeur à l'université de Limoges en France	Rapporteur
EL HARROUNI Khalid	PES à l'Ecole Nationale d'Architecture Maroc	Rapporteur
BECK Kévin	Maitre de conférence à l'université d'Orléans	Examineur
HADDAD Mustapha	PES à la faculté des sciences Meknès	Examineur
AL-MUKHTAR Muzahim	Professeur à l'université d'Orléans en France	Directeur de thèse
CHAABA Moulay Ali	PES à l'ENSAM Meknès	Directeur de thèse

Remerciements

Louange au tout Miséricordieux, Seigneur de l'univers, pour Ses bienfaits indénombrables.

Cette thèse est le fruit d'une collaboration entre l'ENSAM Meknès au Maroc et l'école Polytech'Orléans en France avec l'aide financière de l'Institut Français du Maroc et le Centre National pour la Recherche Scientifique et Technique au Maroc. Elle s'est déroulée aux laboratoires PRISME, ICMN à Orléans et à l'ENSAM Meknès, dont je remercie les directeurs qui m'y ont accueilli et permis de bien mener mes recherches. Mes remerciements vont également à l'Institut Français du Maroc et le Centre National pour la Recherche Scientifique et Technique pour leur support financier.

Je tiens à adresser mes remerciements les plus sincères à mes directeurs de thèse Moulay Ali Chaaba et Muzahim Al-Mukhtar, non seulement pour leur disponibilité et leur accompagnement scientifique mais aussi pour leur gentillesse et leur encouragement le long de ces années. J'exprime ma reconnaissance envers Kévin Beck, Xavier Brunetaud et Khalid Cherkaoui, qui ont m'ont guidé et accompagné au cours de cette thèse. Merci pour leur encadrement et leur support.

J'adresse également mes remerciements à l'ensemble des membres de mon jury, d'avoir accepté de lire et d'évaluer ce travail, ainsi que pour leurs questions, leurs remarques et leurs suggestions constructives et enrichissantes. Grand merci aux professeurs Khalid El Harrouni et Anne Pantet et Sylvie Yotte d'avoir été rapporteurs. Je remercie chaleureusement le professeur Toufik Cherradi d'avoir présidé mon jury de thèse en plus de sa tâche de rapporteur. Merci également aux professeurs Mustapha Haddad et Kévin Beck d'avoir accepté d'examiner mon travail.

Un immense merci à toutes et tous qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail: Mustapha Atki et Mohammed Alilou de la Conservation du site Volubilis, Mohammed Makdoune et David Dessandier de l'association Medistone, Naima Belayachi, Dashnor Hoxha, Marwen Bouasker et Duc Phi Do de l'école Polytech'Orléans, Alain Pineau et Sandrine Delpoux du laboratoire ICMN, Philippe Penhoud du laboratoire ISTO. Je remercie également ceux qui m'ont dépanné et aidé pour la réalisation des essais ou la préparation des matières premières : Mustapha Maarad, Mohamed Ezziani, Charaf El Akili, Ali Bamou, Mustapha Salbi, Brahim Salhi, Nouredine Boutammachte, Sarah Janvier.

Je remercie aussi évidemment tous mes collègues et mes amis avec qui j'ai partagé des moments durant cette thèse, que ça soit au Maroc ou en France : Brahim & Hachimi (restau à volonté, Zdeem ☺), Baba (vive Tiranga), Mohammed Chikhaoui, Ahmed (Bou7), Marouen (Same7), Dalal, Iulia, Nam, Lam, Sarah, Romain, Abdelhak, Amine (Highbrow), Soufiane Lazfi (1^{ère} nuitée à Orléans), Mohammed (l3zaoui), Abdessamad (L7aaaj), Radouane (Aghochaf), El Mostapha (Tobib), Hamid (Abou Mohammed), Othmane (moul Lmhraz ☺), Abderrahmane & Omar (colocataires Meknès), Rachid Elwali, Assou Ousri, Youssef Ouzizi & Hamza Benfares

(1^{ère} arrivée à Meknès), Yassine & Radouane (nuitées passées) et l'équipe Skndel (Jalal, Mohammed, Jaouad (jibou lih tbiba ☺)). Mes salutations profondes vont également à tous les instituteurs et les professeurs qui m'ont enseigné à différents stades (primaire, collège, lycée, CPGE, EHTP).

J'exprime finalement ma gratitude à mes familles paternelle et maternelle : AALIL et FISSAA, qui m'ont encouragé et soutenu constamment pour franchir les différentes épreuves et réussir la thèse. Merci surtout à mes parents Said et Fatima, à mon frère Adnan et mes sœurs Mariam, Noura, Souad et Hasna.

Sommaire

Remerciements.....	I
Sommaire	III
Liste des figures	VII
Liste des tableaux	XI
Introduction générale.....	1
I Etude du site Volubilis	5
I.1 Site Volubilis	5
I.1.1 Histoire du site	5
I.1.2 Géologie régionale et locale du site	7
I.1.3 Géographie et climat du site	10
I.1.4 Importance socio-économique du site.....	11
I.2 Monuments et matériaux	12
I.2.1 Types de monuments et leur répartition	12
I.2.2 Techniques et matériaux de construction	16
I.2.3 Provenance des pierres	20
I.3 Interventions antérieures et état de conservation	22
I.3.1 Travaux d'intervention	22
I.3.2 Matériaux utilisés	23
I.3.3 Etat de conservation du site	24
I.4 Conclusion	26
II Caractérisation et étude de durabilité de la pierre prépondérante saine.....	27
II.1 Caractérisation des faciès de calcarénite.....	28
II.1.1 Propriétés pétrographiques et minéralogiques	28
II.1.2 Propriétés physiques	32

II.1.3	Propriétés mécaniques.....	48
II.2	Durabilité de calcarénite	52
II.2.1	Introduction	52
II.2.2	Indices de durabilité.....	53
II.2.3	Essais de vieillissement artificiel.....	55
II.3	Essais non destructifs et corrélations avec les propriétés de la calcarénite	59
II.3.1	Vitesse ultrasonore.....	59
II.3.2	Colorimétrie.....	62
II.3.3	Absorption d'eau par le tube de Karsten.....	64
II.3.4	Dureté.....	67
II.4	Conclusion.....	70
III	Altération de la pierre calcarénite sur site : étude de cas de la maison de Vénus	73
III.1	Les dégradations dans la maison de Vénus.....	73
III.1.1	Architecture et matériaux.....	73
III.1.2	Climat local	74
III.1.3	Désordres structuraux et altérations de la pierre calcarénite.....	76
III.2	Etude des pierres altérées	79
III.2.1	Effet de l'altération sur des mesures non-destructives : dureté et absorption d'eau.....	79
III.2.2	Effet de l'altération sur la composition minéralogique	85
III.3	Les principales causes des altérations de la calcarénite à la maison de Vénus	94
III.3.1	Cristallisation des sels.....	94
III.3.2	Contraintes thermiques	102
III.4	Conclusion.....	105
IV	Mortiers pour la restauration des pierres calcarénites	107
IV.1	Etude préliminaire	107

IV.1.1	Caractérisation des matières premières et formulation des mortiers.....	107
IV.1.2	Caractérisation des mortiers et évaluation de leur durabilité.....	112
IV.2	Etude des mortiers par un plan de mélange	118
IV.2.1	Présentation de la démarche et formulation des mortiers.....	118
IV.2.2	Caractérisation des mortiers.....	121
IV.2.3	Choix optimal d'un mortier compatible à la calcarénite	137
IV.3	Conclusion.....	148
	Conclusion générale et perspectives.....	151
	Références.....	155
	Annexes	173

Liste des figures

Figure I-1 Etapes d'occupation du site Volubilis [Pannetier2002]	6
Figure I-2 Les restes du site Volubilis (Windus 1725) les ruines de l'Arc de Triomphe (Augustin 1838).....	7
Figure I-3 Carte géologique de la région de Volubilis (Roldán et al. 2014) modifiée	8
Figure I-4 Lithostratigraphies dans le bassin Volubilis (Roldán et al. 2014)	9
Figure I-5 Fissurations du sol probablement dues à un glissement vers oued Fertassa	9
Figure I-6 Variations mensuelles de température, d'humidité relative et de pluie à la station de Meknès (1999-2013)	10
Figure I-7 Plan des principaux quartier du site Volubilis (Panetier & Liman 2002)	13
Figure I-8 Principaux édifices du centre monumental de Volubilis: Arc de Triomphe (à gauche) et la Basilique (à droite)	14
Figure I-9 Maisons de Volubilis avec ou sans péristyle : a)Maison de Au Buste De Bronze (Panetier & Liman 2002) b) Maison Au Compas et sa maison voisine (Rebuffat 2006)	15
Figure I-10 a) Voûte en brique cuite b) Elévation en brique crue	16
Figure I-11 Techniques de construction : a) Grand appareil en calcarénite b) Grand appareil en calcaire gris c) Mur en appareil mixte (opus africanum) d) Mur en petit appareil.	17
Figure I-12 Exemple d'un mur à Volubilis composé de différentes pierres	18
Figure I-13 Les six principaux lithotypes au site Volubilis : a) Lithotype A, b) Lithotype B, c)Lithotype C, d) Lithotype D, e) Lithotype E, f) Lithotype F.....	19
Figure I-14 Localisation des anciennes carrières des pierres de construction de Volubilis (Dessandier et al. 2008) 21	
Figure I-15 Remplacement des parties manquantes : a) par un mortier à base de ciment gris (colonne de l'Arc de Triomphe) b) par de la brique (colonne Basilique)	24
Figure I-16 Traces de la rouille au niveau du mur pilote à la maison de Vénus.....	24
Figure I-17 a) Alvéolisation d'une calcarénite b)Patines d'oxalates et colorations noires en haut de l'Arc de Triomphe c) Erosion touristique (Fentress et al. 2004)	25
Figure II-1 Carrière historique Ain Schkor identifiée comme carrière d'origine des pierres de construction de Volubilis.....	27
Figure II-2 Aspect visuel des trois sous faciès de calcarénite sur 4 échantillons (disques de diamètre 5cm, blanchâtre (à gauche), jaunâtre (à droite) et intermédiaires (au milieu).....	28
Figure II-3 Images des faciès blanchâtre (à gauche) et jaunâtre (à droite) par microscope optique à un grossissement $\times 200$	28
Figure II-4 Images MEB sur fracture pour le faciès blanchâtre (à gauche) et le faciès jaunâtre (à droite).....	29
Figure II-5 Diffractogrammes des faciès blanchâtre et jaunâtre : C calcite, Q quartz, M microcline, R rutile	30
Figure II-6 Analyse thermogravimétrique des faciès blanchâtre et jaunâtre	31
Figure II-7 Distribution porale obtenue par porosimétrie au mercure pour les trois faciès de la calcarénite	34
Figure II-8 Exemples de courbes d'imbibition capillaire de trois échantillons cubiques de différents facies de la calcarénite suivant les directions de coefficient d'absorption maximal et minimal.....	37
Figure II-9 Courbes types d'évaporation de trois pierres de faciès différents de la calcarénite : a) Evolution de la teneur en eau b) Evolution de degré de saturation.	39
Figure II-10 Schéma explicatif et photographie du dispositif de mesure de la perméabilité à la vapeur [Beck 2006]	40
Figure II-11 Exemples de courbes de diffusion de la vapeur d'eau pour les trois faciès.....	42
Figure II-12 Courbes de rétention d'eau des deux faciès blanchâtre et jaunâtre :	44

Figure II-13 Conductimètre du fil à chaud.....	45
Figure II-14 Appareillage d'analyse thermomécanique	47
Figure II-15 Exemples d'éprouvettes de calcarénites destinées à l'essai de résistance à la compression.....	48
Figure II-16 Rupture du faciès blanchâtre durant les essais de compression et de traction indirecte	49
Figure II-17 Dispositif expérimental utilisé pour la détermination des propriétés élastiques de la calcarénite : jauge de déformation, presse, carte et logiciel d'acquisition.....	51
Figure II-18 Essais de vieillissement artificiel: a) Choc thermique (b) Cristallisation de Na_2SO_4	55
Figure II-19 Appareil à ultrasons Pundit.....	56
Figure II-20 Variation de la masse sèche des trois faciès en fonction du nombre de cycles thermiques	56
Figure II-21 Variation de la vitesse ultrasonore en fonction du nombre de cycles thermiques.....	57
Figure II-22 Variations moyennes de masse des échantillons des trois faciès durant l'essai de cristallisation de sulfate de sodium.....	57
Figure II-23 Illustration des dégradations des cubes $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$ résultant de l'essai de cristallisation de Na_2SO_4 ...	58
Figure II-24 Relation entre la porosité et la vitesse des ondes ultrasonores des pierres calcarénites à l'état sec et l'état totalement saturé	61
Figure II-25 Relation entre la porosité et la vitesse ultrasonore des pierres calcarénites à l'état ambiant.....	61
Figure II-26 a) Colorimètre utilisé b) Coordonnées colorimétriques L^* , a^* et b^*	62
Figure II-27 Relation entre la porosité et les coordonnées chromatiques L^* , a^* et b^* des pierres calcarénites	63
Figure II-28 Tube de Karsten.....	64
Figure II-29 Relation entre le coefficient d'absorption capillaire et le coefficient d'absorption par le tube de Karsten des pierres calcarénites selon les trois directions D1, D2 et D3	65
Figure II-30 Relation entre le coefficient d'absorption capillaire et le coefficient d'absorption par le tube de Karsten des trois faciès de calcarénite (directions confondues).....	66
Figure II-31 Relation entre le volume d'eau absorbé W_{15-2} et l'absorption d'eau W_{atm}	67
Figure II-32 Duromètre Pico 2.....	68
Figure II-33 Relation entre la porosité et la dureté des pierres calcarénites.....	68
Figure II-34 Evolution de dureté pour trois pierres des trois faciès de calcarénite	69
Figure II-35 Evolution du coefficient de détermination R^2 de la corrélation entre la porosité et la dureté	70
Figure III-1 Plan de la maison de Vénus	74
Figure III-2 Boutons enregistreurs de température et d'humidité	75
Figure III-3 Variations mensuelles de température à la maison de Vénus et Meknès (Avril 2015-Mars 2016).....	75
Figure III-4 Variations mensuelles d'humidité à la maison de Vénus et Meknès (Avril 2015-Mars 2016).....	76
Figure III-5 Exemples de désordres structuraux : effondrement, fracture au pied de mur, bombement et inclinaison.....	77
Figure III-6 Distribution de désordres structuraux au niveau de la maison de Vénus en 2015 et positions des boutons de température et d'humidité.....	77
Figure III-7 Distribution des altérations de la pierre calcarénite au niveau de la maison de Vénus en 2015	78
Figure III-8 Altérations d'une colonne sur la maison de Vénus: a) Zone 1-PN b) Zone 1-CE c) Zone 1-H d) Zone 1-L.....	80
Figure III-9 Evolution de la dureté des quatre zones de la colonne étudiée	81
Figure III-10 Altération et chute d'une partie du chapiteau d'une colonne à la maison de Vénus : a) Zone 2-PN b) Zone 2-C c) Zone 2-L.....	82
Figure III-11 Evolution de la dureté des trois zones du chapiteau étudié.....	83
Figure III-12 Partie à lichens du chapiteau avec des trous submillimétriques (pitting).....	83

Figure III-13 Calcarénites affectées partiellement par une patine jaunâtre : a) Pierre1 b) Pierre2.....	84
Figure III-14 Evolution de la dureté des parties altérées et saines de deux calcarénites étudiées	84
Figure III-15 Désagréations sableuses (S1a,S1b,S2,S3) et zone de prélèvement du mortier MS	86
Figure III-16 Desquamations en feuillets et alvéolisation (F1, F2, F3, A) et zones de prélèvement des mortiers MF1, MF2 et MA.....	86
Figure III-17 Lichen et rubéfaction avec desquamations en feuillets (L, RF)	87
Figure III-18 Diffractogrammes des pierres altérées par les lichens ou la désagréation sableuse	88
Figure III-19 Diffractogrammes des pierres altérées par les desquamations en feuillets, l'alvéolisation et la rubéfaction couplée à une desquamation	88
Figure III-20 Courbes thermogravimétriques des pierres altérées par la désagréation sableuse	92
Figure III-21 Courbes thermogravimétriques des pierres altérées par les desquamations en feuillets, l'alvéolisation, les lichens et la rubéfaction avec desquamations	93
Figure III-22 Diffractogrammes RX des trois sols étudiés.....	95
Figure III-23 Diffractogrammes RX des quatre mortiers analysés.....	96
Figure III-24 courbes thermogravimétriques des quatre mortiers étudiés.....	97
Figure III-25 Imperméabilisation des murs par des mortiers à base du ciment Portland.....	100
Figure III-26 Distribution de contraintes thermiques maximales estimées pour les trois faciès de la calcarénite pendant la période (Avril 2015-Mars 2016).....	104
Figure IV-1 Carrière du sable de Moussawa	108
Figure IV-2 Analyse granulométrique des matières premières	108
Figure IV-3 Diffractogrammes RX des matières premières : A anhydrite, Au augite, C calcite, D dolomite, Di diopside, F fluorapatite, K oxyde de potassium, M microcline, Q quartz.....	109
Figure IV-4 Coefficient d'absorption capillaire des mortiers	114
Figure IV-5 Résistance à la compression des mortiers	115
Figure IV-6 Résistance à la flexion des mortiers.....	115
Figure IV-7 Evolution de la masse des échantillons des mortiers durant les cycles de cristallisation de l'halite	116
Figure IV-8 Etat de quelques échantillons des mortiers après l'essai de cristallisation de l'halite	116
Figure IV-9 Evolution de la masse des échantillons des mortiers durant les cycles du choc thermique.....	117
Figure IV-10 Etat de quelques échantillons des mortiers à la fin de l'essai du choc thermique	117
Figure IV-11 Représentation d'un mélange ternaire	119
Figure IV-12 Domaine expérimental effectif des mélanges secs de mortiers avec 9 points expérimentaux	119
Figure IV-13 Diffractogramme de la chaux CAEB de Calcia	120
Figure IV-14 Dispositif de mesure de retrait : a) Etalonnage b) Mesure de retrait	121
Figure IV-15 Evolution de retrait des mortiers après démoulage	122
Figure IV-16 Evolution de la perte de masse des mortiers après démoulage.....	122
Figure IV-17 Relation entre le retrait et la perte de masse des mortiers à 28 jours après démoulage	123
Figure IV-18 Diffractogrammes RX des neuf mortiers à 3 mois.....	124
Figure IV-19 Porosité des mortiers à 1 mois et à 3 mois	125
Figure IV-20 Coefficients de capillarité et degrés de saturation atteints en fin d'imbibition (en %) des mortiers à 1 mois et 3 mois.....	126
Figure IV-21 Dilatations hydrique (Hr=100%) et hygriques (Hr<100%) des mortiers à différentes humidités relatives.....	127

<i>Figure IV-22 Courbe de désorption des neuf mortiers.....</i>	<i>128</i>
<i>Figure IV-23 Résistance à la flexion des mortiers à 1 mois et 3 mois.....</i>	<i>129</i>
<i>Figure IV-24 Résistance à la compression des mortiers à 1 mois et 3 mois.....</i>	<i>130</i>
<i>Figure IV-25 Vitesse ultrasonore à l'état sec des neuf mortiers.....</i>	<i>131</i>
<i>Figure IV-26 Vitesse ultrasonore à l'état partiellement saturé des neuf mortiers</i>	<i>131</i>
<i>Figure IV-27 Vitesse ultrasonore à l'état totalement saturé des mortiers formulés</i>	<i>132</i>
<i>Figure IV-28 Module de Young dynamique des mortiers.....</i>	<i>133</i>
<i>Figure IV-29 Coefficient de dilatation thermique des mortiers</i>	<i>133</i>
<i>Figure IV-30 Conductivité thermiques à l'état sec des mortiers</i>	<i>134</i>
<i>Figure IV-31 Corrélation entre la conductivité thermique à l'état sec et la porosité des mortiers</i>	<i>134</i>
<i>Figure IV-32 Conductivité thermiques à l'état partiellement saturé des mortiers.....</i>	<i>135</i>
<i>Figure IV-33 Conductivité thermiques à l'état totalement saturé des mortiers.....</i>	<i>135</i>
<i>Figure IV-34 Aspect des mortiers à l'état sec à l'âge de trois mois</i>	<i>136</i>
<i>Figure IV-35 Emplacement des quatre points tests A, B, C et D</i>	<i>141</i>
<i>Figure IV-36 Les courbes iso-réponses.....</i>	<i>143</i>
<i>Figure IV-37 Profils de courbes des désirabilités partielles</i>	<i>147</i>
<i>Figure IV-38 Courbes de désirabilité globale dans le domaine expérimental étudié</i>	<i>147</i>

Liste des tableaux

Tableau II-1 Teneurs en éléments majeurs des deux faciès jaunâtre et blanchâtre déterminées par XRF.....	30
Tableau II-2 porosité et densités apparente et du squelette solide des trois faciès.....	33
Tableau II-3 Résultats de la porosimétrie à mercure effectuée sur les trois faciès de calcarénite	35
Tableau II-4 Absorptions d'eau et degré de saturation des trois faciès.....	36
Tableau II-5 résultats d'essais d'imbibition : coefficients de capillarité et degrés de saturation atteints des trois faciès.....	38
Tableau II-6 Propriétés d'évaporation des trois faciès de calcarénite	40
Tableau II-7 densités de flux de diffusion pour les trois faciès suivant différents gradients d'humidité relative	41
Tableau II-8 Perméabilités à la vapeur d'eau δ (10^{-12} kg/Pa.m.s) et facteurs de résistance à la vapeur d'eau μ des trois faciès selon différents gradients d'humidité relative.....	43
Tableau II-9 Conductivité thermique des trois faciès à différents états de saturation	46
Tableau II-10 Coefficients linéaires de dilatation thermique des trois faciès.....	47
Tableau II-11 Résistance à la compression aux états sec et saturé sous vide des trois faciès de calcarénite	49
Tableau II-12 Résistance à la traction indirecte aux états sec et saturé sous vide des trois faciès de calcarénite	50
Tableau II-13 Module de Young et coefficient de Poisson des trois faciès de calcarénite	52
Tableau II-14 Comparaison de la durabilité des trois faciès en utilisant les principaux indices de durabilité : (1) le plus durable, (3) le moins durable.....	54
Tableau II-15 Résultats de l'essai de vitesse ultrasonore P sur les trois faciès de calcarénite	60
Tableau II-16 Coordonnées chromatiques mesurées des trois faciès de calcarénites	62
Tableau II-17 Résultats d'absorption d'eau par le tube de Karsten pour les trois faciès de calcarénite.....	65
Tableau II-18 Dureté des trois faciès de calcarénite	67
Tableau III-1 Coefficients d'absorption par le tube de Karsten mesurés et d'imbibition capillaire estimé	81
Tableau III-2 Coefficients d'absorption par le tube de Karsten mesurés et d'imbibition capillaire estimés.....	83
Tableau III-3 Coefficients d'absorption par le tube de Karsten mesurés et d'imbibition capillaire estimés des deux calcarénites	85
Tableau III-4 Teneurs en ions dans les calcarénites saine et altérées déterminées par la chromatographie ionique	89
Tableau III-5 Teneurs extrêmes en gypse et en halite estimées à partir de la chromatographie ionique.....	90
Tableau III-6 Les teneurs en calcite et en gypse estimées à partir de l'analyse thermogravimétrique	92
Tableau III-7 Teneurs en ions par CI dans les trois sols étudiés.....	95
Tableau III-8 Teneurs en ions par CI dans les quatre échantillons de mortiers étudiés	96
Tableau III-9 Teneurs en gypse et en halite estimées à partir de la chromatographie ionique et l'analyse thermogravimétrique.....	98
Tableau III-10 Teneurs en CO ₂ et l'inverse de ratio d'hydraulicité des quatre mortiers étudiés	98
Tableau III-11 Teneurs en ions dans l'échantillon de l'Oued Fertassa	99
Tableau III-12 les centiles des contraintes thermiques maximales (1990-2016) et les résistances caractéristiques des trois faciès.....	104
Tableau IV-1 Teneurs en éléments majeurs des matières premières déterminées par XRF	109
Tableau IV-2 Classification des chaux en fonction de l'indice d'hydraulicité	110
Tableau IV-3 Densités apparentes et réelles des matières premières	111
Tableau IV-4 Surfaces spécifiques de la chaux et des ajouts.....	111
Tableau IV-5 Dosages des sept mortiers formulés.....	112

<i>Tableau IV-6 Densités apparentes et réelles des mortiers formulés</i>	<i>113</i>
<i>Tableau IV-7 Teneurs en ions de quelques mortiers formulés.....</i>	<i>118</i>
<i>Tableau IV-8 Dosages correspondant aux neuf points expérimentaux et quantités d'eau ajoutées.....</i>	<i>121</i>
<i>Tableau IV-9 densités apparentes et réelles des mortiers</i>	<i>125</i>
<i>Tableau IV-10 Coordonnées colorimétriques des mortiers à différents états de saturation.....</i>	<i>136</i>
<i>Tableau IV-11 Tableau type de l'analyse de variance</i>	<i>140</i>
<i>Tableau IV-12 Exemples de types de modèles étudiés</i>	<i>141</i>
<i>Tableau IV-13 Modèles établis et réponses aux points tests.....</i>	<i>142</i>
<i>Tableau IV-14 Exigences pour un mortier de restauration de joints par rapport aux propriétés de la pierre (Sasse & Snethlage 1997; Snethlage 2008)</i>	<i>145</i>
<i>Tableau IV-15 Hiérarchisation des critères d'un mortier de restauration des joints de pierres (Hughes et al. 2012)</i>	<i>145</i>
<i>Tableau IV-16 Critères choisis et hiérarchisés pour les mortiers de restauration du Volubilis</i>	<i>146</i>

Introduction générale

« Le patrimoine est l'héritage du passé dont nous profitons aujourd'hui et que nous transmettons aux générations à venir. Nos patrimoines culturel et naturel sont deux sources irremplaçables de vie et d'inspiration» énonce (UNESCO n.d.). Entre autres, le patrimoine bâti, représentatif de l'identité d'un territoire et des modes de vies ancestraux, mérite une attention particulière. Il témoigne de la richesse architecturale d'un territoire et constitue un bien collectif retraçant l'histoire et se transmettant de génération en génération. C'est une trace des savoir-faire et des techniques, des modes de vie et de pensée, et de leurs évolutions (Benhamou et al. 2011). Exposé aux processus d'altération et de dégradation au fil du temps, le patrimoine bâti perd son intégrité et ses valeurs esthétique et historique. Ces processus sont dus à des facteurs naturels et des facteurs anthropogéniques. Ainsi, la restauration d'un patrimoine bâti s'impose afin d'assurer sa pérennité et de le transmettre aux générations futures. Au-delà de son importance historique, le patrimoine bâti peut être un moyen de développement économique. Un monument bien entretenu invite davantage les visiteurs que des façades sales, des édifices ruinés, des ouvrages délabrés et dangereux. Il assurerait des revenus importants dans différents domaines tels que commercial, touristique et culturel. Par ailleurs, les actions en faveur de la mise en valeur du patrimoine favorisent la création d'emplois multiples, liés à son entretien, à sa mise en valeur et aux activités touristiques.

La restauration du patrimoine bâti est une opération complexe. En effet, d'une part, les monuments anciens sont construits en utilisant des techniques et des matériaux traditionnels. Ces matériaux ont subi des altérations et des dégradations pour de longues périodes. En outre, il s'agit de monuments historiques uniques et irremplaçables donc ils nécessitent plus de vigilance et le respect du tissu historique. Des restaurations, manquant d'une étude approfondie, peuvent conduire à des problèmes plus graves que ceux qu'elles étaient censées résoudre, résultant d'un choix inadéquat des matériaux de substitution ou des traitements inefficaces. Par réaction, les interventions actuelles se caractérisent par des objectifs et des principes beaucoup plus prudents. En fait, suite à des opérations de restauration non adaptées du dix-neuvième et vingtième siècles, un ensemble de principes et de lignes directrices ont été élaborés, sous forme de chartes internationales (ICOMOS 2003; ICOMOS 1964) pour éviter des interventions inappropriées.

L'intervention de restauration doit s'étaler sur plusieurs étapes. Comme en médecine, des études doivent être mises en œuvre et organisées suivant une démarche itérative de phases précises basées sur des analyses qualitatives et quantitatives : l'anamnèse puis le diagnostic ensuite la thérapie et le contrôle (ICOMOS 2003). L'anamnèse correspond à la collecte des données et des informations sur la structure, notamment sur son histoire, son environnement, ses matériaux de construction et les interventions antérieures (Acun et al. 2006). Le diagnostic consiste à identifier les causes de désordres. Il s'agit d'observer visuellement les désordres afin d'établir leurs cartographies, de réaliser des essais in situ non destructifs et des échantillonnages et d'effectuer des analyses et des simulations de la dégradation au laboratoire (Santos 2010). Ces

deux phases permettent ensuite de choisir des mesures à entreprendre tout en contrôlant leur efficacité (nettoyage, réparation, dessalement, remplacement des pierres...) (Fitzner 2002).

Comme le souligne les principes de la charte (ICOMOS 2003), les effets négatifs de toute action sur un édifice historique doivent être évalués avant de l'entreprendre et tous les matériaux à utiliser durant les interventions doivent être testés. Ces derniers doivent être durables et compatibles avec les matériaux du tissu historique. En d'autres termes, les matériaux de restauration doivent maintenir leurs propriétés pour une longue période de vie et ne doivent pas modifier les caractéristiques de la structure, non plus provoquer l'apparition de nouvelles pathologies dues à la différence de comportements physique et chimique entre les matériaux d'origine et les matériaux de restauration. Une autre exigence s'ajoute, c'est la réversibilité : les matériaux à utiliser doivent être faciles à remplacer ou à éliminer sans endommager les édifices. Ces exigences permettent d'éviter le cycle vicieux de la restauration des restaurations et de minimiser le volume et la fréquence des travaux de dépenses colossales.

Le travail de recherche rapporté dans ce mémoire s'intéresse à l'étude des monuments en pierres maçonnées, en l'occurrence ceux du site archéologique Volubilis au Maroc. Il a pour objectif principal de caractériser sa pierre prépondérante, d'étudier ses dégradations et de proposer des mortiers pour la restauration de ses monuments.

Ce manuscrit est organisé en quatre chapitres. Le premier chapitre est consacré à l'établissement d'une anamnèse du site Volubilis en se basant sur diverses ressources notamment des archives, des livres et des témoignages. Cette synthèse englobe une présentation de l'histoire du site et de son environnement géologique et climatique. Elle s'articule également sur des données sur la typologie des monuments du site, les matériaux et techniques de construction utilisés et la provenance de ses pierres. Sa dernière partie présente un bilan des interventions antérieures avec les matériaux utilisés et l'état de conservation actuel du site.

L'organisation des autres chapitres se base sur une approche chronologique. Le deuxième chapitre porte tout d'abord sur une caractérisation multi-échelle des faciès sains de la calcarénite, la pierre la plus prépondérante du site. Ensuite, nous exposons les résultats d'une étude de leur durabilité moyennant des essais de vieillissement artificiel. Et enfin, nous présentons une investigation d'utilisation de certains essais non destructifs pour distinguer les différents faciès en déterminant leurs propriétés.

Le troisième chapitre est consacré au diagnostic de l'un des somptueux monuments du site Volubilis : la maison de Vénus. Il jumèle des essais in-situ et des études au laboratoire pour évaluer le niveau d'altération de la pierre calcarénite. Les travaux in-situ s'intéressent principalement à répertorier visuellement les différentes dégradations affectant la calcarénite et à étudier grâce aux essais non destructifs leurs effets sur certaines propriétés. Ensuite, nous examinerons les causes de dégradation à travers des analyses chimiques et minéralogiques d'une part et l'évaluation des contraintes thermiques d'autre part.

Introduction générale

Le quatrième chapitre s'articule sur la formulation des mortiers pour la restauration des maçonneries en calcarénites. Il débute par une étude préliminaire visant à caractériser les matières premières des mortiers réalisés et d'évaluer la pouzzolanité de certains ajouts régionaux. Suite à une caractérisation fine des matériaux et la réalisation des essais de vieillissement accéléré, la poudre de brique a été retenue. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous proposons une démarche basée sur les plans de mélanges permettant d'étudier les effets du dosage en différents constituants sur les propriétés des mortiers moyennant des modèles et de déterminer des mortiers compatibles à la pierre calcarénite.

Ce manuscrit se termine par une conclusion générale rappelant les principaux résultats de cette thèse ainsi que des perspectives visant à approfondir certains aspects pour guider les travaux de conservation du site Volubilis.

I Etude du site Volubilis

Volubilis est un site archéologique situé aux environs de la ville de Moulay Idriss Zerhoun à une trentaine kilomètres au Nord de Meknès. Il est l'un des sites les mieux conservés et les plus visités au Maroc. Depuis 1997, le site apparaît parmi le patrimoine mondial de l'UNESCO. Cette inscription s'est faite grâce à la richesse du site en termes culturel et architectural (UNESCO 1997). Il s'agit de l'un des sites d'Afrique du nord les plus représentatifs de la période romaine en vestiges et données épigraphiques. Il témoigne également des interactions entre les cultures romaine et indigène. Dans ce chapitre, nous présenterons une étude anamnèse sur le site Volubilis.

I.1 Site Volubilis

I.1.1 Histoire du site

Des matériels caractéristiques de la période préhistorique néolithique (haches polies, outillages en silex, meules dormantes...) ont été recueillis parmi les débris provenant des fouilles au site Volubilis, mais leur rareté et dispersion n'ont pas permis d'attester que le site est une station préhistorique (Panetier & Liman 2002). Cependant, la ville remonte au moins au III^{ème} siècle av J.C comme en témoignent les vestiges architecturaux et une inscription punique trouvée dans la ville (Royaume du Maroc 1996). Parmi ces vestiges architecturaux, figurent un mausolée à la partie nord de la ville et des temples au centre (Akerraz & Lenoir 1990). Elle a été probablement la capitale du royaume de la Maurétanie du III^{ème} siècle av. J.C à l'an 40 ap. J.C (Royaume du Maroc 1996). La ville s'est développée sur le modèle romain surtout sous les règnes de Juba II et Ptolémée (25 av.J.C à 40 ap. J.C) (Royaume du Maroc 1996). Après l'annexion du royaume de Maurétanie Tingitane par les romains en 40 ap. J.C, la ville a connu une véritable expansion urbaine et s'est dotée de plusieurs bâtiments (Figure I-1), publics et privés à destination résidentielle et industrielle tels que des maisons, des boulangeries, des huileries...etc. (Royaume du Maroc 1996). La ville s'est étendue ensuite pendant le deuxième siècle et s'est entourée d'un rempart en 168-169 (Panetier & Liman 2002). A la fin du II^{ème} siècle et au début du III^{ème} siècle, la ville a été enrichie par un nouveau centre monumental, comprenant le Capitole, la Basilique et l'Arc de Triomphe, pour atteindre son extension maximale d'environ 40 hectares (Akerraz & Lenoir 1990). Vers 285 ap. J.C, la province tingitane, y compris Volubilis, a été évacuée par l'autorité romaine (Royaume du Maroc 1996). Les IV^{ème} et V^{ème} siècles constituent une phase de la période post-romaine, qui est moins documentée avec des données archéologiques bien rares (Brahmi 2008; Ichkhakh 2006). Durant la première partie de la phase post-romaine, l'occupation s'est continuée, par les berbères imprégnés de culture romaine, avec des remaniements progressifs : réparation des maisons avec des matériaux de réemploi, transformation de péristyles en pièces d'habitation, modification des tracés des rues (Panetier & Liman 2002). Ensuite, suite à la démolition de l'aqueduc, la population s'est repliée dans les quartiers occidentaux de l'ancienne cité romaine près de l'Oued Khoumane, devenu probablement la principale source d'alimentation en eau (Royaume du Maroc 1996; Panetier & Liman 2002).

Ce nouveau périmètre urbain a été séparé du centre romain initial par une enceinte tardive, de longueur d'environ 660m et de largeur variant de 1,50 m à 1,80 m, pour le défendre à l'est, tout en renforçant l'enceinte romaine au nord et en la prolongeant vers l'oued (Akerraz 1998). Le cimetière de la communauté tardive se retrouve à l'est de l'enceinte, surtout au niveau de l'Arc de Triomphe (Royaume du Maroc 1996; Akerraz 1998). Des inscriptions funéraires provenant de cette zone attestent l'utilisation du latin et la pratique du Christianisme par une partie de la population romano-amazighe (Brahmi 2008).

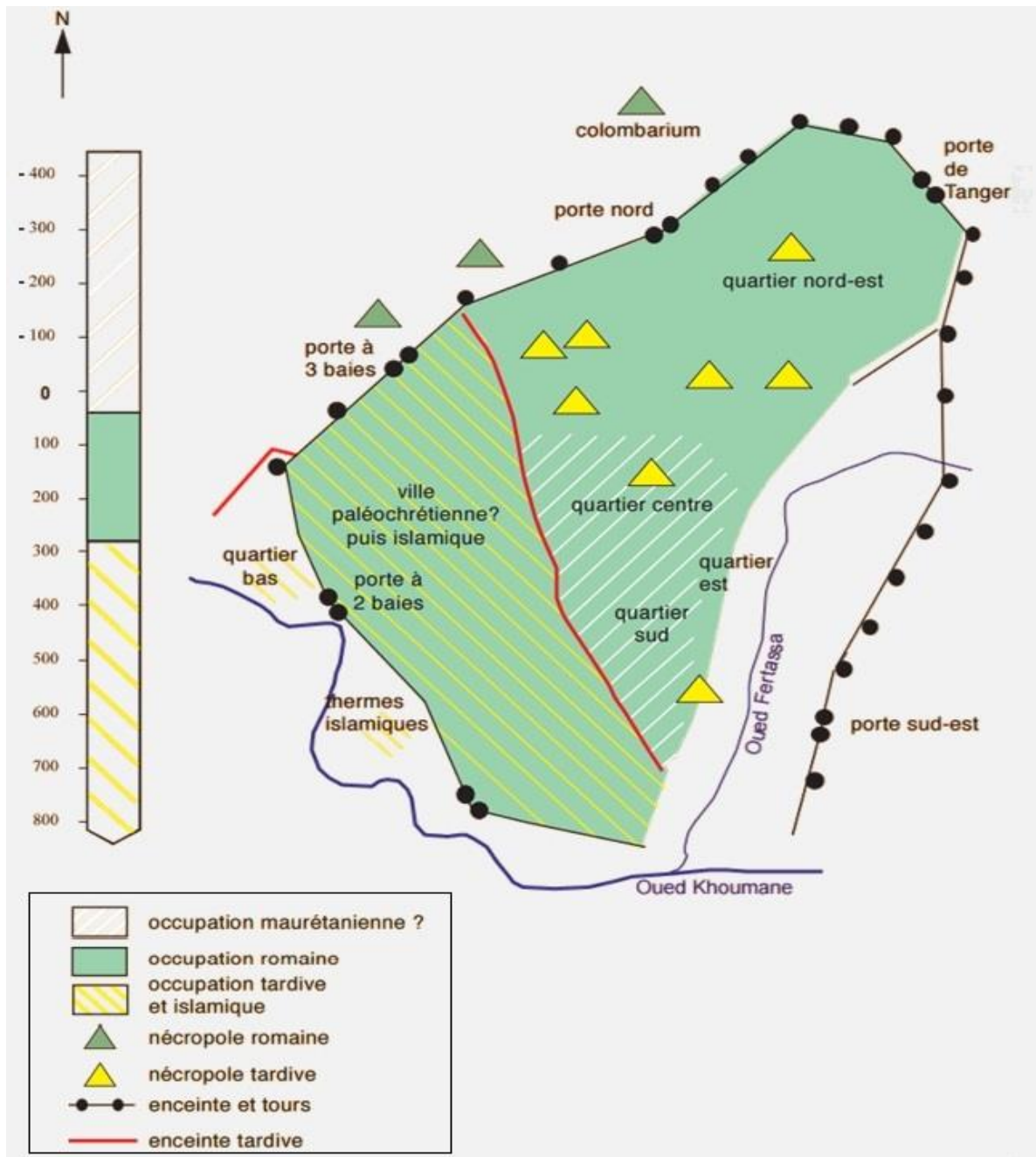


Figure I-1 Etapes d'occupation du site Volubilis [Pannetier2002]

L'occupation islamique de la ville, éventuellement liée aux conquêtes arabes des VII-VIII^{ème} siècles avant l'arrivée des Idrissides, la fait se développer au-delà de l'enceinte réduite. D'après (Akerraz 1998; Limane & Fentress 2006), cette occupation est composée de deux grandes phases: Abbasside puis Idrisside. Cette dernière a commencé avec l'arrivée du fondateur de la dynastie Idrisside vers 788, qui s'y établit et la choisit comme capitale de son royaume pour brève période, et fonda une nouvelle ville à Fès. Après son assassinat, son fils a préféré Fès à Volubilis. La ville a perdu ainsi son importance et s'est vidée progressivement de ses habitants jusqu'à la période Almoravide (XI-XII^{ème} siècles) (Royaume du Maroc 1996). Les chroniques du voyageur Britannique John Windus ont fait référence à Volubilis et ont décrit et fourni des croquis de l'Arc de Triomphe, de la Basilique et de la Porte de Tanger en 1721 (Figure I-2a) (Windus 1725). Le site a été vraisemblablement détruit lors du tremblement de terre de 1755, qui a mis à ruine également Lisbonne (Royaume du Maroc 1996; Moratti et al. 2003). Dans son récit d'un voyage fait en 1830, le baron autrichien Von Augustin transmet un dessin des ruines de l'Arc de Triomphe (Figure I-2) (Augustin 1838). En 1874, le géographe français Charles Joseph Tissot a identifié le site Volubilis et a fourni une description des ruines avec des mesures (Tissot 1877). Quelques années plus tard, des vestiges et des inscriptions ont été mis à découvert par M. de La Martinière, qui a exécuté les premières fouilles au site en 1887-1892 (Royaume du Maroc 1996; Doutté 1914). Durant le XX^{ème} siècle, multiples travaux de fouilles ont été permis de dégager une grande partie du site. Le site a été classé parmi le patrimoine mondial par l'UNESCO depuis 1997.

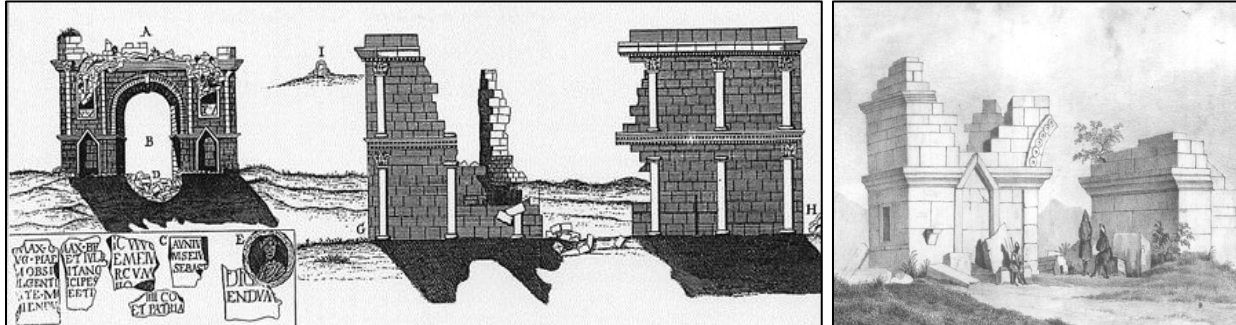


Figure I-2 Les restes du site Volubilis (Windus 1725) les ruines de l'Arc de Triomphe (Augustin 1838)

I.1.2 Géologie régionale et locale du site

Le site Volubilis est situé dans une dépression, appelée bassin de Volubilis, entourée partiellement des rides pré-rifaines. Ces derniers consistent en deux arcs : le premier formé des rides de Bou Draa, Outita, Bou Fri et Kefs-Kheloua, et le deuxième formé de Tselfat, Ken-foud, Dhar N'our and Nesrani (Figure I-3). Actuellement, ces rides sont chevauchées sur les bassins du Saïs et du Gharb donnant lieu à une tectonique active, confirmée par la sismicité de la région. En effet, la destruction du site Volubilis est liée au séisme de Meknès en 1755 (Moratti et al. 2003) et il y a eu 7 séismes mineurs de magnitude comprise entre 3 et 4 entre 1991 et 2002 selon le département du globe de l'institut scientifique de Rabat.

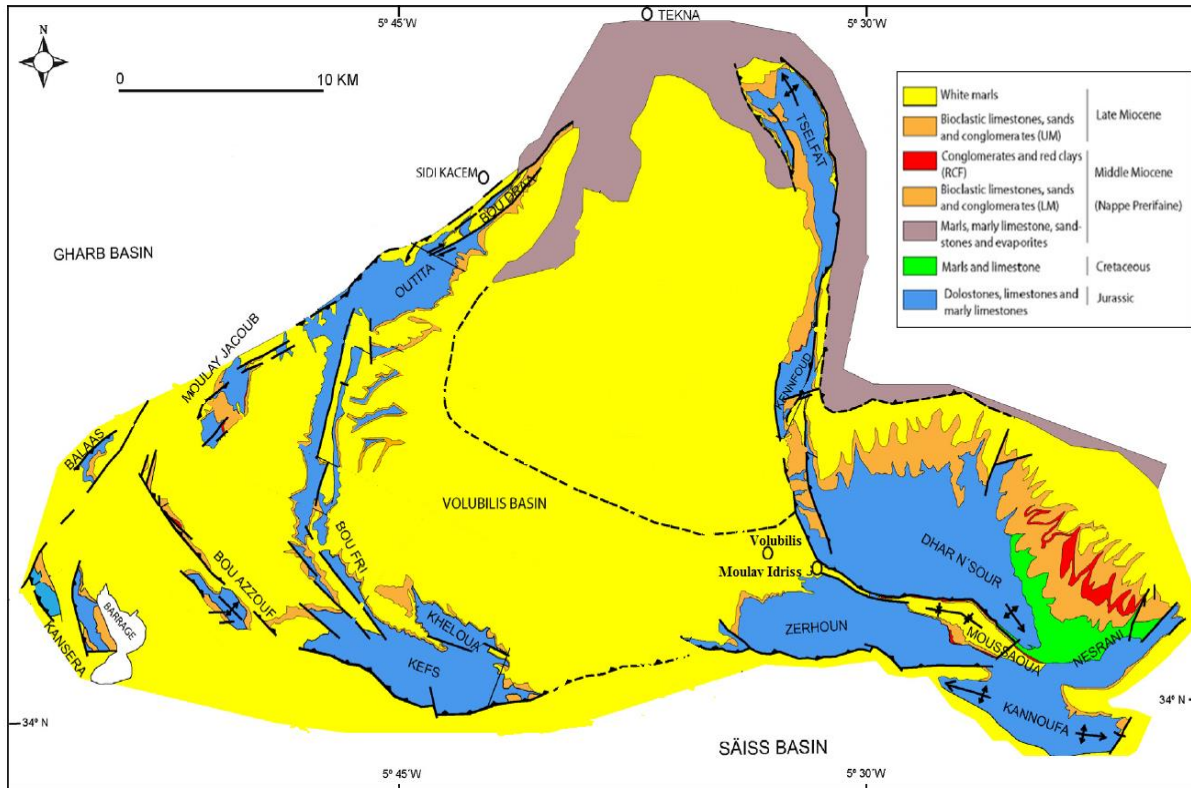


Figure I-3 Carte géologique de la région de Volubilis (Roldán et al. 2014) modifiée

La région est principalement constituée des unités du Jurassique au Miocène, entourées par des dépôts du Trias composés des argiles, des évaporites (anhydrite et halite) et des basaltes (Sani et al. 2006; Roldán et al. 2014). Les séries sédimentaires du Jurassique sont composées de calcaires, de calcaires marneux et de dolomites. Ces dépôts sont recouverts par des formations du Miocène (Figure I-4). Selon (Roldán et al. 2014), les formations du Miocène ont été décrites par (Faugères 1978) à partir du haut vers le bas comme suit :

- Des marnes grisâtres ou bleuâtres avec plus ou moins du gypse et de microfaune,
- Des marnes et des sables marneux blanchâtres intercalés par des calcaires bioclastiques en bas, Ces marnes sont situées directement au-dessus des pierres de molasse supérieure et de Jurassique,
- Des unités de molasse supérieure qui consistent en calcaires marins bioclastiques, d'une épaisseur variant de 0 à 20m,
- Des formations continentales rouges constituées d'argiles ou marnes rouges, des grès et des conglomérats de galets à taille centimétrique à décimétrique issues des rides. Ces formations témoignent d'une phase tectonique. Leur épaisseur est très variable, allant de 0 à 50 m,
- Des unités de molasse inférieure composées de calcaires bioclastiques avec des lits de graviers, d'une épaisseur variant de 0 à 40m.

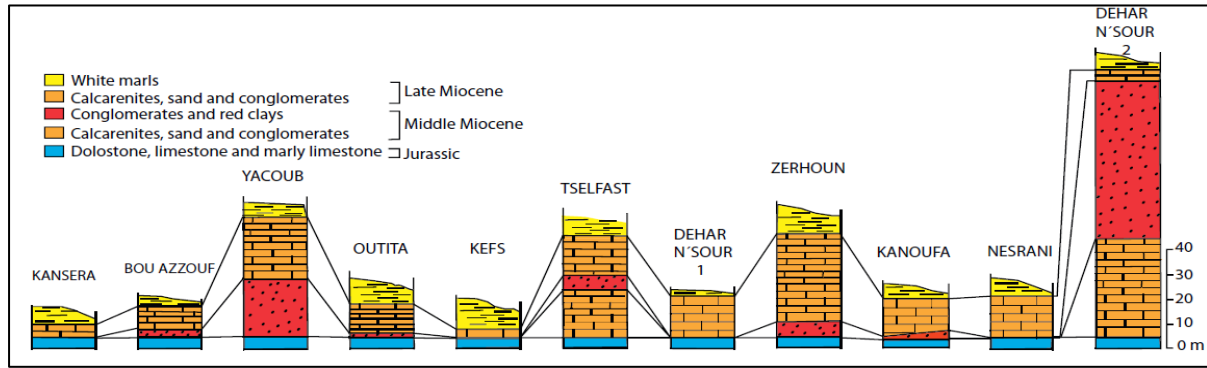


Figure I-4 Lithostratigraphies dans le bassin Volubilis (Roldán et al. 2014)

Au niveau local, le site Volubilis a été édifié sur un terrain légèrement accidenté constitué principalement des marnes appartenant au miocène supérieur (Figure I-4). Une partie du site (quartiers sud et ouest) repose sur une couche de sables, de cailloutis et de conglomerats continentaux (Desruelles et al. 2012). L'étude des marnes du miocène au niveau d'une carrière à 25 km du site, a montré qu'elles contiennent des smectites, ainsi sont-elles sensibles à la présence d'eau (Attima et al. 2014). D'ailleurs, (Ponsich 1960) a mentionné que le sol est argileux, par conséquent la dépose des mosaïques du site s'est faite sur des dalle en béton de 10 à 15 centimètres d'épaisseur, en plus des doubles murettes sous formes de croix au-dessous servant de drain lorsque la surface est grande. Ce problème est plus avancé au niveau du quartier nord-est où le sous-sol se gonfle et se soulève, car les fondations l'empêchent de se dilater horizontalement, en faisant éclater les mosaïques (Thouvenot 1958). De plus, il existe une nappe d'argile gonflable qui tend à glisser vers l'oued Fertassa (Thouvenot 1977) (Figure I-5). Les travaux d'aménagements entrepris en 2005 ayant pour objectif la construction des nouveaux bâtiments administratifs et un centre d'interprétation, ont confirmé l'argilosité du sol « le caractère argileux des sols exige, entre autres, l'aménagement des talus à proximité des ouvrages pour éviter les problèmes de poussée et de glissement autour des ouvrages » (Rizzi 2005).



Figure I-5 Fissurations du sol probablement dues à un glissement vers oued Fertassa

I.1.3 Géographie et climat du site

Le site Volubilis est situé à (34° 4' 26" nord et 5° 33' 25" ouest) sur un plateau d'altitude moyenne 390 m près de Moulay Idriss Zerhoun, à une trentaine de kilomètres au nord de Meknès et à peu près à 100 km et 150 km à vol d'oiseau de l'Océan atlantique et de la Méditerranée respectivement. Il est traversé par l'Oued Fertassa qui se jette dans l'Oued Khoumane passant à l'ouest du site. La région est caractérisée par la fertilité de ses sols : les céréales, les légumes, les fruits et surtout les olives constituent ses principales richesses (Dresch 1930). Les sources d'eau sont très nombreuses, grâce une alternance stratigraphique de roches plus ou moins poreuses et perméables (Desruelles et al. 2012). L'une des sources les plus importantes est celle de Fertassa. Elle a alimenté Volubilis par l'intermédiaire d'un aqueduc (Chatelain 1929; Panetier & Liman 2002). D'après (Desruelles et al. 2012), en se basant sur des mesures de débit en 2009-2010, la source de Fertassa aurait permis d'approvisionner 12 240 habitants à raison d'une consommation de 20 litres par personne, considérée conforme aux estimations fournies pour des cités antiques méditerranéennes. L'alimentation du site en eau était assurée aussi par d'autres sources, des deux oueds Khoumane et Fertassa et également de rares puits et citernes utilisés par des particuliers (Panetier & Liman 2002).

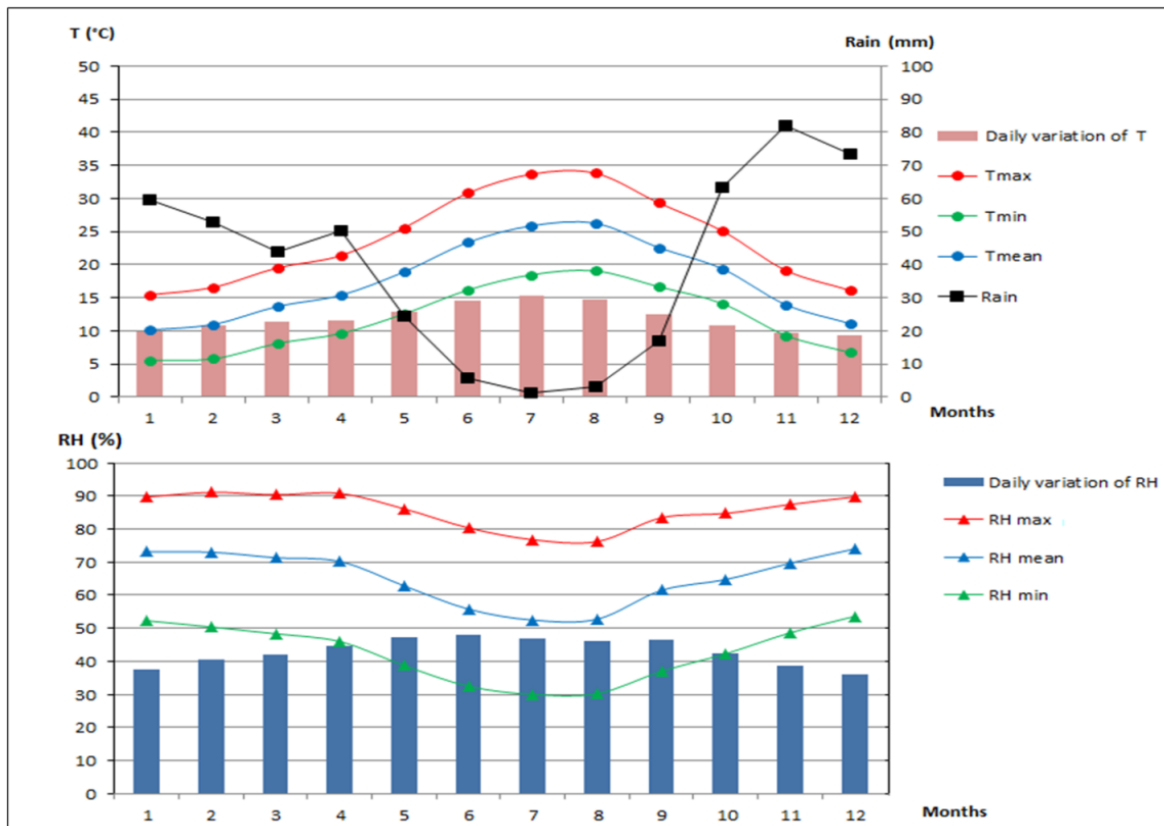


Figure I-6 Variations mensuelles de température, d'humidité relative et de pluie à la station de Meknès (1999-2013)

Un climat continental semi-aride règne dans la région. Il est caractérisé par une variabilité saisonnière et interannuelle de la pluviométrie et des amplitudes thermiques importantes (Desruelles et al. 2012; Vallet et al. 2011). La saison froide-humide s'étend d'octobre à mai et la saison sèche s'étend de juin à septembre. Selon des mesures de la station météorologique de Moulay Idriss pour la période de 1975-1976 à 2008-2009, les précipitations ont une moyenne annuelle de 583 mm avec un maximum en 2008-2009 de 1019,8 mm et un minimum de 308 mm en 1975-1976 (Desruelles et al. 2012). A 30 km du site, les données météorologiques de la station Meknès pour la période 1999-2013 indiquent que la température moyenne varie de 5 à 34°C (Figure I-6). Elle atteint 45°C pendant certains jours de juillet et août et tombe très rarement au-dessous de 0°C. Le temps d'ensoleillement est important, d'environ 3249 heures annuellement, variant de 207 heures en octobre à 363 heures en juillet. Les variations journalières d'humidité sont importantes, excédant 40 % pendant 229 jours par année. Leurs moyennes annuelles des extrêmes et des moyennes sont 86 %, 65 % and 42 %.

I.1.4 Importance socio-économique du site

Plusieurs études ont montré que les touristes s'attachent aux valeurs d'authenticité (Benhamou et al. 2011). Volubilis, un siège de la civilisation romaine au nord d'Afrique, avec ses belles mosaïques, a ébloui plusieurs touristes et voyageurs depuis le premier tiers du XX^{ème} siècle (Ghiati 2011). Selon les données officielles (Cour des Comptes Marocain 2006), le nombre de visiteurs des monuments et des sites historiques au Maroc entre 2001 et 2004, a atteint un plafond de 30 % du nombre global des touristes. Le site Volubilis par ses richesses culturelle et architecturale fait partie de tous les circuits « villes impériales » proposées par les agences de voyages (Malzac 2015). En 2006, le site vient en troisième position des sites et monuments historiques les plus visités au Maroc après le Palais El Bahia et les Tombeaux Saadiens à Marrakech, avec un nombre de visiteur de l'ordre de 179 567 (Lahbil Tagemouati et al. 2010), représentant à peu près 15 % de fréquentations de monuments historiques. Selon la direction de conservation du site, Volubilis accueille près de 250 000 personnes par an récemment (Malzac 2015), principalement d'Europe occidentale, du Japon, de la Chine et des Etats-Unis d'Amérique. Ces nombres sont sous-estimés car les visites pendant le vendredi et les jours fériés sont gratuites pour les Marocains. Il ne s'agit pas seulement des touristes ordinaires mais également des touristes de domaines d'archéologie et d'antiquité. Un petit café-restaurant, une boutique des produits d'artisanat local et de cartes postales et des guides constituent des services mis à disposition des touristes à l'entrée du site. Concernant l'hébergement sur la commune de Walili où est situé le site, en plus de quelques maisons d'hôtes à quelques centaines de mètre du site, un hôtel classé 4 étoiles offre une vue panoramique sur le paysage culturel et naturel. Ils proposent également des services de restauration. Le site a ainsi des retombées dans les domaines de l'hôtellerie, de la restauration et des transports sur l'économie de la population locale et régionale. De plus, puisque l'entrée au site est payante, les droits d'entrée des touristes constituent un revenu financier. Ce dernier est partagé équitablement entre le ministère de la culture et la commune rurale Walili où est situé le site (Lahbil Tagemouati et al. 2010). Cependant, les potentialités du site et de sa région ne sont pas assez exploitées pour attirer plus de touristes.

D'après une enquête réalisée dans le cadre des activités de la mission Maroco-anglaise de 2000 à 2005 (Fentress et al. 2004) et les avis des touristes sur le site internet de voyage www.tripadvisor.fr, beaucoup d'entre eux espèrent que le site soit mieux entretenu : protection des mosaïques, désherbage régulier, mise en place des panneaux informatifs...etc. Il serait intéressant aussi d'équiper le centre d'interprétation du site par les différents objets trouvés lors des fouilles archéologiques, qui sont actuellement soit dans les réserves du site ou dans le musée de Rabat. Des aménagements supplémentaires comme la création des petites aires de repos, la mise en place des balisages autour des zones fouillées, la diversification des itinéraires de visite, la mise en place des renseignements sur les monuments sous forme de flashcodes... seraient bénéfiques pour le site. Du surcroît, le développement de la région du site principalement la ville de Zerhoun et ses montagnes et l'investissement en promotion et publicité touristiques pourraient attirer plus de sportifs et d'écotouristes vers la région, voire le site Volubilis.

I.2 Monuments et matériaux

I.2.1 Types de monuments et leur répartition

Le site présente une voie principale orientée est-ouest (Decumanus Maximus) avec deux rues secondaires qui lui sont à peu près parallèles, dont l'une contient l'aqueduc qui mène l'eau des collines aux fontaines publiques au centre monumental. Les contraintes du terrain et l'agglomération mauritanienne déjà établie ont empêché les urbanistes romains de tracer une autre voie principale orientée sud-nord pour respecter le principe romain du Cardo nord-sud et du Decumanus est-ouest (Thouvenot 1949; Panetier & Liman 2002). Le rempart entourant la ville s'étend sur une longueur de 2km 600m, avec une épaisseur allant de 1.50 m à 1.80 m et d'une hauteur supposée 5 à 6 m, contenant 6 portes et plusieurs tours (Thouvenot 1949).

Le site est constitué de différentes catégories d'édifices selon leur architecture et leur destination, surtout au niveau des quatre quartiers les plus étudiés : le quartier nord-est, le centre monumental, le quartier de l'Arc de Triomphe et le quartier sud (Figure I-7). Parmi ces catégories, on en trouve :

- Les monuments politiques : Il s'agit principalement de l'Arc de Triomphe, la Basilique et le Forum (Figure I-8). L'Arc de Triomphe est construit en blocs taillés et soigneusement ajustés. D'après les deux exemplaires identiques de l'inscription sur les deux façades de l'arc, sa construction a été réalisée vers 216-217 en l'honneur de l'empereur Caracalla et de sa mère (Domergue 1963). Il a été mis au jour entre 1915 et 1917 lors des premières fouilles. Quinze ans plus tard, il a fait l'objet d'une restauration. Dans son état actuel, l'Arc de Triomphe est un édifice massif faisant 19,28 m de largeur, 4,74 m de profondeur, sa hauteur devrait être de 14 m et il est doté d'un passage voûté d'environ 5,33 m en largeur et 8 m en hauteur (Domergue 1963). La Basilique constitue une bâtisse importante du site Volubilis. Elle a été construite également durant le règne de Caracalla, vers 217 [(Lenoir et al. 1987)]. Les murs des grands côtés sont en grand appareil. Elle a une longueur de 43,89 m et une largeur de 25,20 m de

largeur (Tissot 1877). Elle comportait un double étage de colonnes en deux rangées avec une abside semi-circulaire à chaque extrémité. Sa façade ouest contient 8 portes surmontées d'un arc en plein centre et séparées par des colonnes, s'ouvrant sur le Forum. Ce dernier est une place dallée au centre de Volubilis, accessible seulement par des escaliers. Il est d'une forme trapézoïdale de superficie d'environ 1300 m². Il a été construit à la fin du II^{ème} siècle et consacrée aux assemblées politiques et religieuses (Panetier & Liman 2002).

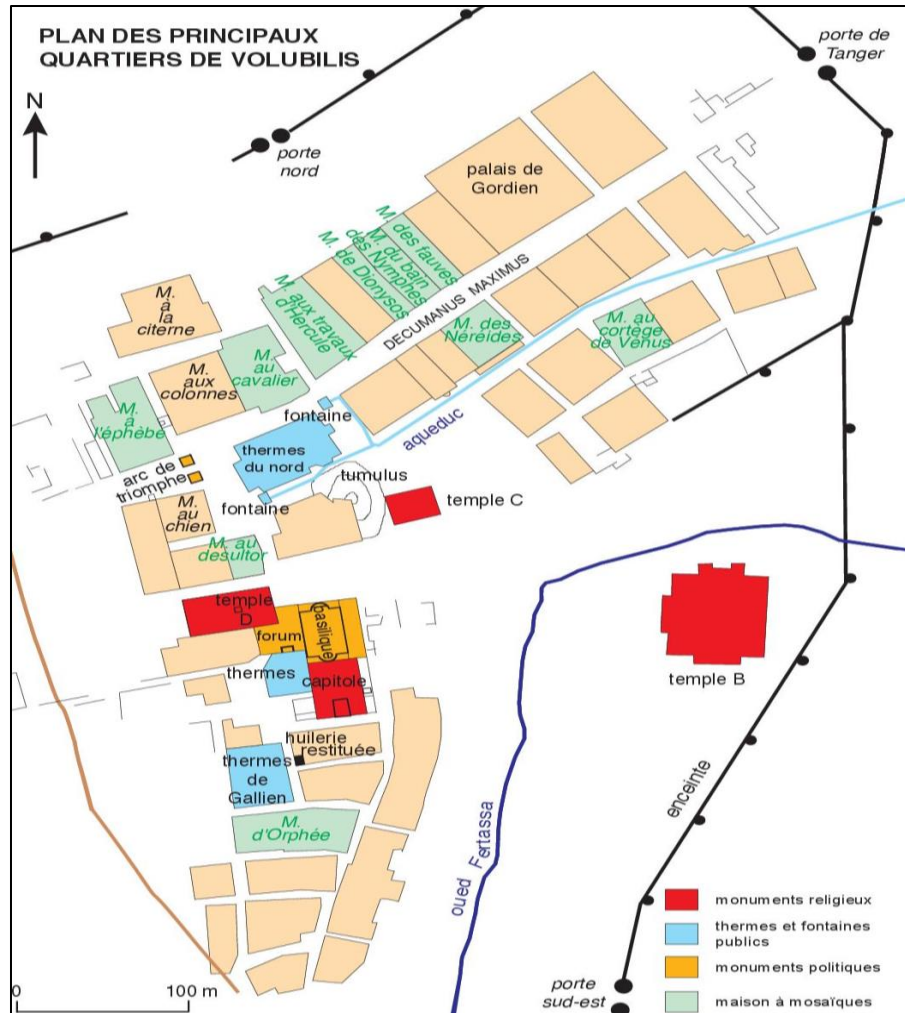


Figure I-7 Plan des principaux quartier du site Volubilis (Panetier & Liman 2002)

- Les monuments religieux : Le Capitole est un monument construit vers 217 pour assurer le culte officiel de la ville (Brahmi 2008). Il est situé dans une aire sacrée délimitée au Nord par la Basilique, au sud et à l'est par deux ruelles. Il s'agit d'un temple rectangulaire, élevé sur un podium, qu'on peut accéder par un escalier de treize marches. Il est constitué d'un vestibule dallé délimité par quatre colonnes en façade et deux colonnes de chaque côté latéral, donnant sur un sanctuaire accueillant les statues des divinités (Brahmi 2008). Le sanctuaire devait être couvert d'un toit à deux pans d'après l'architecture romaine des temples (Panetier & Liman 2002). D'autres monuments ont été construits pour remplir la fonction de cultes. Il s'agit des

temples, dont le plus important est le temple B. Ce dernier est situé au nord-est de Volubilis. C'est un vaste monument de Volubilis, occupant une surface d'environ 3200 m², ayant livré plus de huit cents de stèles (Morestin 1980). D'après des recherches menées en 1996, la construction du temple a été initiée entre la fin du I^{er} s. avant J.-C. et le début du I^{er} s. après J.-C puis il a été reconstruit et agrandir après le milieu du II^{ème} siècle (Brouquier-Reddé et al. 1998).

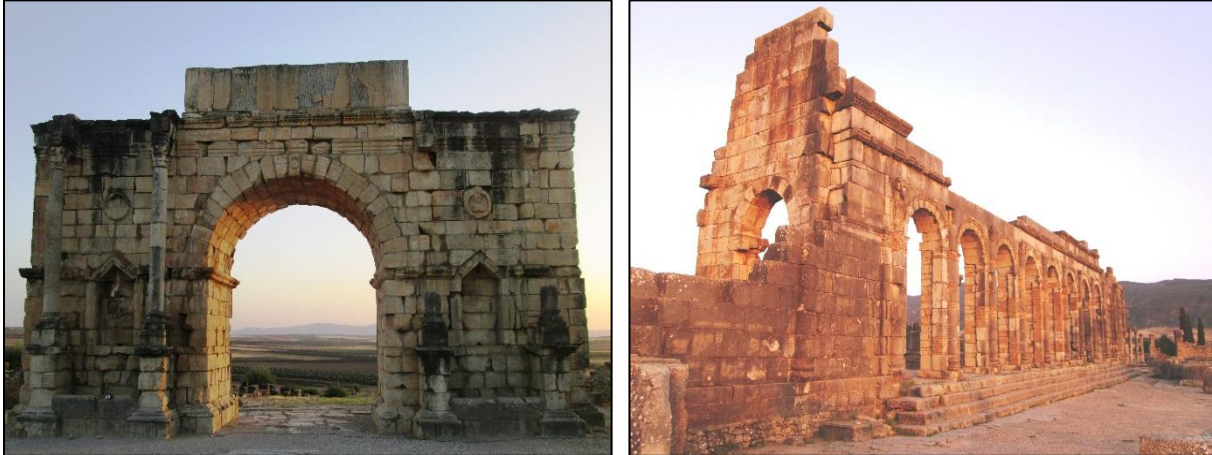


Figure I-8 Principaux édifices du centre monumental de Volubilis: Arc de Triomphe (à gauche) et la Basilique (à droite)

- Les maisons : Deux types de maisons peuvent être différenciés au niveau de Volubilis : des maisons avec péristyle et d'autres plus modestes qui n'en disposent pas (Figure I-9). Au moins 27 maisons ont été dénombrées dans le premier type (Rebuffat 2006). Elles sont concentrées au niveau du quartier nord-est et au nord de l'Arc de Triomphe. La quasi-totalité des maisons disposent d'un péristyle au centre, sous forme de cour entourée de colonnes contenant un bassin. Des pièces se répartissent autour du péristyle, dont les plus importantes sont deux salles de réception plus décorées. Il s'agit du triclinium et de l'exèdre. La première est distinguée par son entrée à trois baies et qui contient une mosaïque centrale entourée de mosaïques géométriques sur trois de ses côtés, elle est dotée de lits sur lesquels les convives s'allongent pour le repas. La deuxième pièce est une salle de conversation. Le péristyle est accessible par un vestibule dallé de forme rectangulaire ou carré, qui s'ouvre sur la voie soit par une entrée double ou unique. Quant aux maisons sans péristyles, elles sont des maisons modestes, présentes au niveau des quartiers est et sud (Rebuffat 2006). On en cite des maisons à espace central comme la Maison Au Compas, des maisons à couloir comme sa maison voisine à l'est.
- Les thermes : ils étaient indispensables pour les romains pour satisfaire l'hygiène et prendre soin du corps et d'esprit (Lenoir 1995). Quatorze thermes ont été décomptés à Volubilis (Thébert 2003), dont certains sont dit privés car se voient comme des thermes d'intérieur. Trois thermes ont été étudiés en détails ces dernières décennies : les thermes du Nord, les thermes de Gallien et les thermes extra muros. Si les deux premiers thermes remontent à la

période romaine (Thébert 2003), le troisième appartient à l'époque Idrisside (El-Khayari 1992). Le fonctionnement du bain est basé sur le contraste thermique : les salles se succèdent selon une température croissante jusqu'à la salle la plus chaude (Panetier & Liman 2002). Cette dernière est chauffée en utilisant le principe de l'hypocauste. Cela consiste à faire circuler de l'air chaud, généré par un ou deux foyers, dans son sous-sol généralement composé de pilettes en briques (Thébert 2003). Une chaudière souvent en bronze est placée au-dessus du foyer et alimente le bassin en eau chaude (Panetier & Liman 2002).

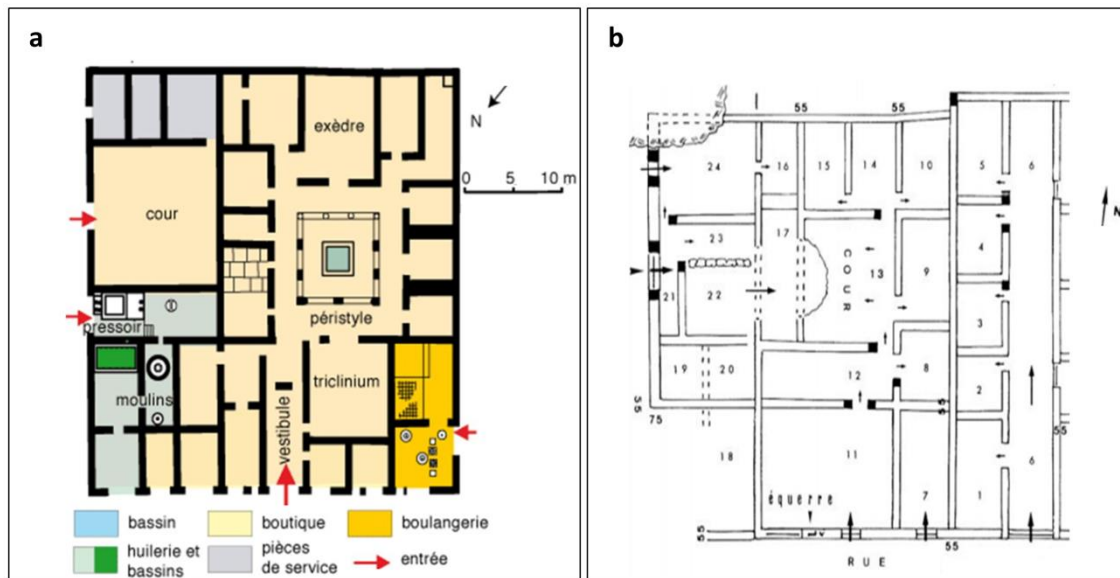


Figure I-9 Maisons de Volubilis avec ou sans péristyle : a) Maison de Au Buste De Bronze (Panetier & Liman 2002) b) Maison Au Compas et sa maison voisine (Rebuffat 2006)

- Les locaux industriels et commerciaux : le site comprenait des locaux témoignant des activités industrielles et commerciales. Il s'agit principalement des huileries, des boulangeries et des boutiques. Ces dernières sont très nombreuses, les maisons à péristyle du quartier nord-est contiennent déjà 93 (Rebuffat 2006). Elles s'alignent en file continue sur les deux rives du Decumanus Maximus et sur une seule rive des rues transversales (Thouvenot 1949). Elles assuraient le commerce entre Volubilis et son voisinage. Par ailleurs, au moins 55 huileries urbaines ont été identifiées au niveau du site (Akerraz & Lenoir 1982), confirmant ainsi que l'olivier était très répandu dans la région et que l'huile d'olive avait une grande importance chez les romains, non seulement comme aliment mais aussi utilisé comme savon dans les thermes et dans la fabrication des remèdes (Panetier & Liman 2002). De surcroît, des boulangeries annexées de meuneries sont réparties sur l'ensemble du site. Au moins 16 boulangeries dont certaines sont complètes, ont été localisées lors de la mission Maroco-Anglaise 2000-2005.

I.2.2 Techniques et matériaux de construction

Plusieurs matériaux ont été utilisés dans les constructions du site Volubilis. En plus de la pierre naturelle, le matériau le plus prépondérant, la brique cuite figurait principalement dans les thermes, vu son caractère réfractaire. La brique crue et le pisé ont joué le rôle de matériaux de remplissage et en élévation au-dessus des pierres sèches d'une hauteur de 1.50m dans le quartier sud (Jodin 1965), surtout au niveau de l'enceinte préromaine (Behel 1992) et des thermes sous la maison à La Citerne (Zehnacker & Gilbert 1965). Lors des fouilles en 1964, deux poutres en bois (longueur 2,20m et 3.20m, largeur 0,26 m et épaisseur 0,14 m) ont été découvertes posées dans le sens longitudinal dans un remplissage en argile d'un mur de l'enceinte préromaine (Jodin 1965; Behel 1992). Le site Volubilis englobe une quantité limitée de pierres décoratives : marbres et pierres colorées. Des fragments de ces pierres ont été observés dans cinq bâtiments (Dessandier et al. 2008). Certains objets et fragments sont également à l'abri : dans la réserve de Volubilis (collectés lors des fouilles archéologiques ou par des gardiens) ou au Musée Archéologique de Rabat (une colonne et quelques statues) (Antonelli et al. 2009).



Figure I-10 a) Voûte en brique cuite b) Elévation en brique crue

Concernant les mortiers, quoiqu'ils ne soient pas utilisés dans certains murs constitués de gros blocs, on en trouve plusieurs types ailleurs. Les mortiers à tuileaux ont été utilisés pour tapisser le sol de plusieurs pièces des monuments comme celle du Palais Dit De Gordien (Thouvenot 1958). Il a été reporté que la rigole de l'aqueduc a été faite de ciment pouzzolane et d'un mortier très dur (Lamartinière 1912). Des travaux de fouilles, réalisées les années 2000 en deux secteurs à l'intérieur de l'enceinte tardive et à son extérieur proche de l'Oued Khoumane, ont mis au jour différents types : mortiers bien soignés à base de chaux et de terre, mortiers hydrauliques durs à tuileaux, mortier de chaux avec une peinture rouge, mortier fin rose mélangé à de la terre et de la chaux, mortier gris très fin peint en rouge (Limane & Fentress 2006). Des mortiers à base de boue ont été également utilisés au niveau du site : un mortier a été observé au niveau d'une baie bouchée par des matériaux hétérogènes à la Maison de Vénus (Thouvenot 1958), de plus des blocages grossiers liés avec un mortier de boue ont été découverts au niveau du quartier bas (Thouvenot 1956). D'autres références précisent l'utilisation des mortiers à base de terre à l'époque tardive: « en pierres mal taillées liées par un mortier de terre » (Thouvenot

1953), « des murs grossiers, en galets unis par un mortier de terre » (Euzennat 1959). Par ailleurs, au niveau de l'enceinte tardive les parements encadrent au milieu un blocage de moellons et de terre, une technique largement employée par les byzantins, contrastant l'enceinte romaine faite de petits moellons liés au mortier (Akerraz 1983).

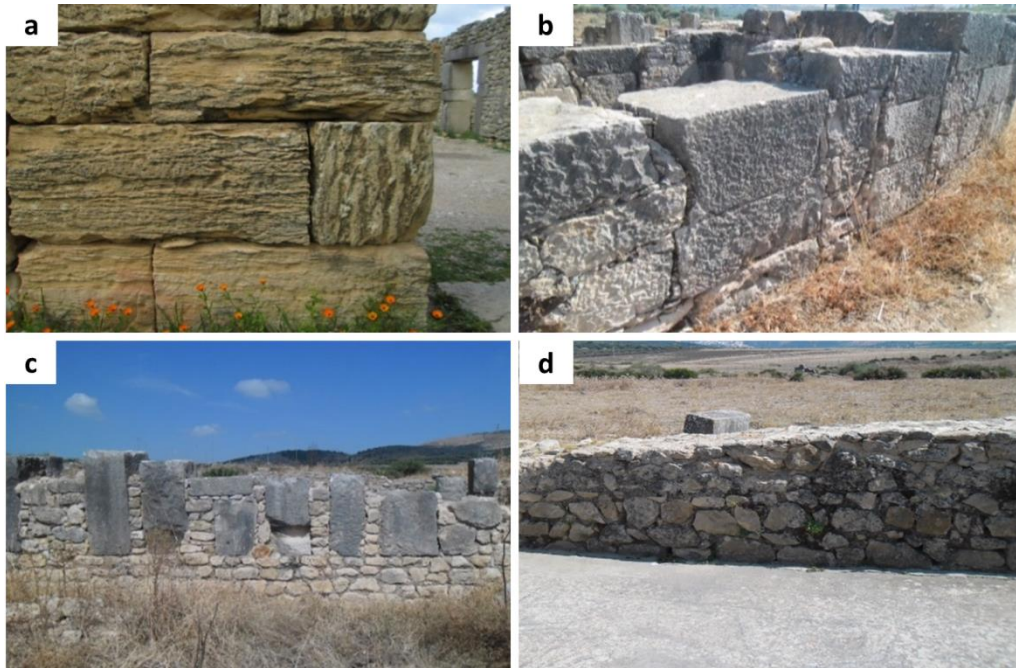


Figure I-11 Techniques de construction : a) Grand appareil en calcarénite b) Grand appareil en calcaire gris c) Mur en appareil mixte (opus africanum) d) Mur en petit appareil.

Si plusieurs matériaux ont été employés dans la construction au site Volubilis, la pierre reste le matériau le plus prépondérant. Volubilis est considéré une ville de calcaire et de grès (Balty 1961). Dans les édifices, les pierres y sont employées selon trois principales techniques de construction :

- Le grand appareil : les murs sont composés de pierres taillées en forme de parallélépipèdes rectangles et disposées en assises horizontales, soigneusement jointoyées ou calées par des petits éclats. Ce type de murs est principalement observé au niveau des édifices du centre monumental et a été employé également aux niveaux de ceux des deux rives du Decumanus Maximus (Chatelain 1919).
- L'appareil mixte : cette technique consiste à mettre en œuvre des moellons avec des chainages de renforcement verticaux, horizontaux et au niveau des angles, formés de gros blocs de pierres. Elle est connue sous l'appellation « opus africanum ». C'est la technique la plus répandue au niveau du quartier nord-est. Les murs des bains Idrissides sont également construits suivant cette configuration (El Habashi et al. 2016).
- Le petit appareil : dans ce cas, les murs sont en maçonnerie de moellons, bien aplanis sur leur face extérieure, mais bruts sur les autres faces, rassemblés par du mortier. Ces murs

contiennent 2 à 3 moellons en épaisseur et leurs litages sont parfois réguliers. Ce type de mur est plus répandu dans le quartier sud.

- Le site englobe plusieurs types de pierres. Il suffit de visiter le site pour constater cette diversité au moins en terme de couleur même si on n'est pas spécialiste de pétrographie. D'ailleurs certains murs constituent une mosaïque de différentes pierres (Figure I-12). Cette juxtaposition est probablement due à des remontages partiels des murs en utilisant les différentes pierres éparpillées dans leurs voisinages (Dessandier et al. 2010).



Figure I-12 Exemple d'un mur à Volubilis composé de différentes pierres

Plusieurs travaux ont porté sur les pierres du site Volubilis et ses carrières durant le XX^{ème} siècle (Jodin 1972). Mais, l'étude la plus détaillée sur ce sujet a été réalisée dans le cadre du projet européen MEDISTONE 2006-2009. D'après cette étude, basée sur des analyses visuelle, pétrographique, minéralogique et chimique, les pierres de construction du site Volubilis sont été classifiées en six lithotypes (Dessandier et al. 2008; Dessandier et al. 2010)(Figure I-13):

- **Le lithotype A** : c'est un calcaire marneux beige verdâtre. Il a une texture poudreuse, une porosité importante d'environ 30% et une résistance à la compression inférieure à 24 MPa. De point de vue minéralogique, il est constitué de la calcite à 70%, du quartz (17% en moyenne), de dolomite et également des traces de micas, feldspaths et des minéraux argileux. Ce lithotype ne dépasse pas les 3% du volume total des pierres de construction, il est utilisé sous forme d'éléments architecturaux et de moellons dans la maçonnerie.
- **Le lithotype B** : c'est une calcarénite beige jaunâtre dénommée molasse. Elle a une texture plus ou moins sableuse, contenant parfois des fossiles, une porosité moyenne d'environ 21% et une résistance à la compression de l'ordre de 26,5 MPa. Elle est principalement composée de calcite (86%), de quartz (13%) et des traces de muscovite et de minéraux argileux (illite, smectites, kaolinite). C'est la pierre la plus abondante au niveau du site, représentant environ

60 % du volume total de ses pierres de construction. Elle est présente sur la quasi-totalité des monuments, principalement en tant que moellons de maçonnerie ou éléments taillés et sculptés comme les colonnes et les chapiteaux. On la trouve très rarement sous forme de grand appareil.

- **Le lithotype C** : c'est un calcaire dur, de couleur gris-beige et de texture compacte. Il est d'une faible porosité (3,5 %) et d'une grande résistance de l'ordre de 80 MPa. Sa teneur en calcite atteint 95 % avec une proportion de quartz (2,5%) et des traces de de muscovite et de minéraux argileux (kaolinite, palygorskite). Cette pierre représente environ 31% des pierres du site et figure dans la majorité des édifices surtout dans les monuments publics (le Capitole, la Basilique, l'Arc de Triomphe et la Porte de Tanger) où c'est la plus prépondérante. Elle est globalement utilisée comme blocs taillés dans les murs ou des colonnes et des linteaux.

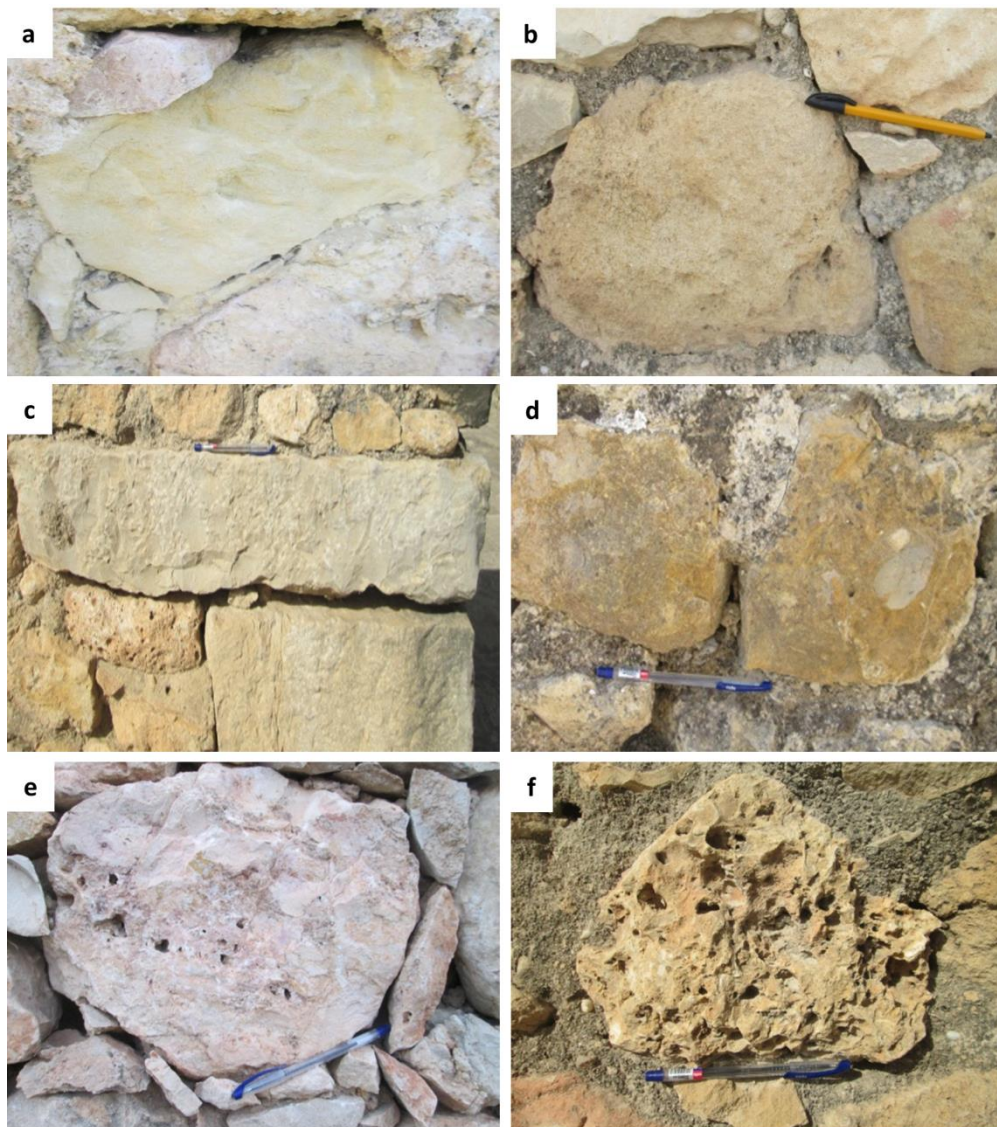


Figure I-13 Les six principaux lithotypes au site Volubilis : a) Lithotype A, b) Lithotype B, c) Lithotype C, d) Lithotype D, e) Lithotype E, f) Lithotype F

- **Le lithotype D** : il s'agit d'un calcaire ocre. Il a une texture relativement compacte et renferme des fossiles bivalves. C'est une pierre assez dure avec une porosité d'environ 5%. Ses minéraux sont principalement la calcite à l'ordre de 86 % et le quartz à 10% avec des traces d'albite. On le trouve comme moellons dans les différents monuments mais sans dépasser 3% du volume total de pierres de construction.
- **Le lithotype E** : c'est une dolomie grossière de couleur rosâtre-jaunâtre. Elle a une texture bréchique et une porosité faible à 4%. La calcite et la dolomite sont ses principaux constituants. Ses minéraux accessoires sont le quartz, l'albite et des minéraux argileux (kaolinite et d'illite). Elle représente moins de 2% du volume total de pierres de construction et elle est utilisée comme moellon de maçonnerie et éléments de soubassement.
- **Le lithotype F** : il s'agit de trois calcaires continentaux : un travertin beige-grisâtre très poreux, un calcaire travertineux jaune-ocre assez compacte avec des veines de calcite et un calcaire lacustre conglomératique de couleur gris-beige. Ces pierres représentent approximativement 1,5% du volume total de pierres de construction avec une prédominance de 80% au niveau du Mausolée. Elles sont présentes sur le site comme grands moellons de maçonnerie et comme éléments de soubassement.

I.2.3 Provenance des pierres

La localisation des carrières d'origine des pierres de construction d'un patrimoine bâti est d'une importance capitale. En effet, cela permet d'extraire des pierres de substitution durant toute intervention de restauration surtout si l'état de dégradation de la pierre historique est très avancé. Ces dernières années, des bases de données du patrimoine ont été structurées spécifiquement afin de faciliter l'accès à la connaissance sur les pierres et la documentation sur les carrières. Par exemple, les bases de données françaises telles que PIERRESUD ou MONUMAT rassemblent des informations sur les monuments, carrières de pierre de taille ainsi que les propriétés pétrographiques des pierres référencées (Dessandier et al. 2009).

Pour le cas de Volubilis, (Tissot 1877) a affirmé que les carrières des matériaux du site sont situées au-dessus du village berbère Fertassa à un quart d'heure de la ville, où on remarque encore des blocs détachés. A la fin des années 1940 (Etienne 1950) a exploré la région de Volubilis pour déterminer les carrières de ses matériaux. Il a découvert plusieurs carrières en se basant sur les traces d'extraction, principalement celles d'Ain Schkor et de Moulay Driss. Les études menées dans le cadre du projet européen MEDISTONE ont complété les données sur ce sujet par des comparaisons de pétrographie, minéralogie et de signature isotopique. Deux principales régions de carrières historiques ont été étudiées : la colline d'Ain Schkor et le sommet de Moulay Idriss Zerhoun. Probablement, la première région a été exploitée surtout durant le I^{er} siècle pour extraire de la calcarénite, ensuite la prospérité de la ville a impliqué le besoin d'une pierre plus dure pour construire les monuments publics, d'où l'exploitation de la deuxième région pour y extraire le calcaire gris [Russel 2013]. D'autres affleurements ont été repérés sur le site

lui-même et près des villages de Lakouar, Bou Assal et Douar Ben Abdallah. Les carrières et les affleurements repérés se situent dans un rayon de 5 km du site (Figure I-14).

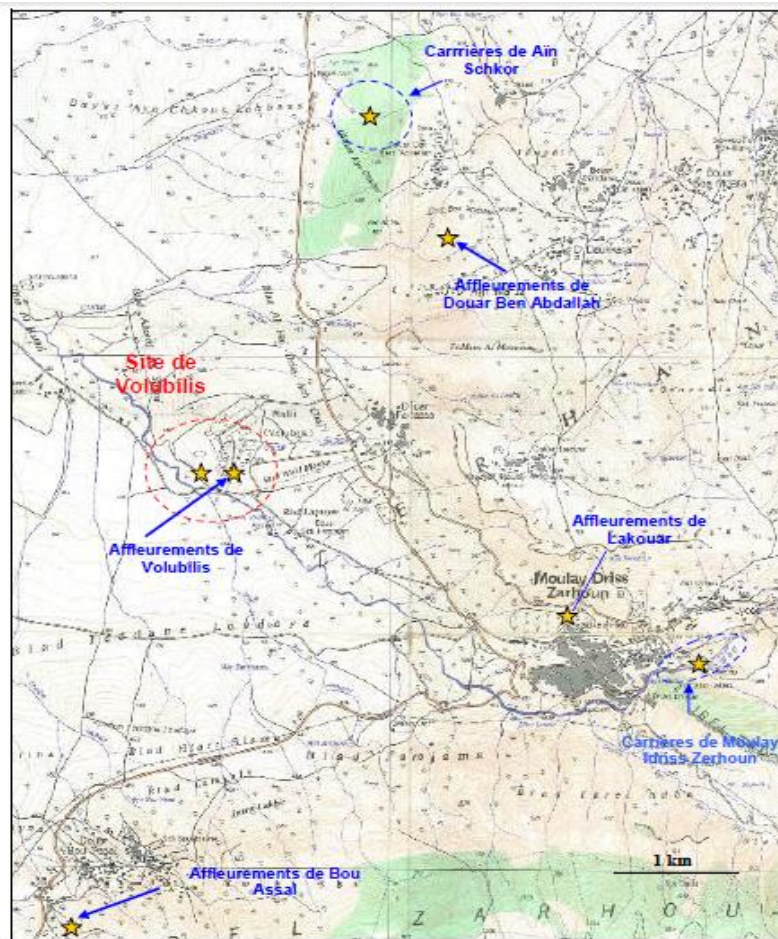


Figure I-14 Localisation des anciennes carrières des pierres de construction de Volubilis (Dessandier et al. 2008)

La colline d'Ain Schkor, située à 3km au nord du site, constitue l'aire principale d'extraction de la calcarénite et du calcaire marneux. Ces deux lithotypes appartiennent à la formation géologique des molasses supérieures d'âge Miocène (Dessandier et al. 2008). Les points d'extraction sont éparpillés du pied de la colline à son sommet. Les carrières les plus importantes sont situées en parties intermédiaires et supérieures où les fronts de taille sont de l'ordre de 4 mètres. Actuellement cette zone est boisée. De la calcarénite a été également extraite des affleurements de Bou Assal et de Douar Ben Abdallah, mais en faibles quantité et taille puisque l'épaisseur des formations ne dépasse pas 2 mètres.

Les carrières situées à la partie supérieure de Moulay Idriss Zerhoun consistent en un plateau de 500m de longueur et 100m de largeur (Dessandier et al. 2010), sous forme de bancs de calcaire gris-beige inclinés et superposés, d'environ 1 m d'épaisseur chacun, avec des fractures. Ces litages stratigraphiques ont facilité sans doute l'extraction de cette pierre malgré sa dureté.

Ces affleurements appartiennent à la formation géologique du Lias moyen dite « des calcaires lités » (Dessandier et al. 2008). Actuellement, cette zone est utilisée pour le pâturage.

Quant aux affleurements de Lakouar, il s'agit des formations du Lias supérieur, inclinées et composées d'une alternance de strates de calcaire ocre-gris d'une épaisseur variant de 10 à 40 cm et des couches de marnes (Dessandier et al. 2008). Alors que les affleurements du site Volubilis, situés au niveau de l'Oued Fertassa, correspondent à des formations d'âge Plio-Quaternaire, où les calcaires continentaux de lithotype F ont été extraits. Ces bancs sont partiellement masqués par des déblais de fouilles de ces derniers siècles. Ainsi, les aires de provenance de cinq des six lithotypes précités ont été localisées alors que celle de la dolomite grossière n'a pas été déterminée.

Concernant les pierres décoratives, les marbres proviennent principalement des régions du centre et de l'est du bassin méditerranéen (Grèce, Turquie) tandis que les deux pierres colorées, l'une provient du Portugal et l'autre probablement d'une origine locale (Antonelli et al. 2009).

I.3 Interventions antérieures et état de conservation

I.3.1 Travaux d'intervention

Des travaux de restauration et de conservation ont accompagné des opérations de fouilles archéologiques, commencées depuis 1915 (Chatelain 1916). La première intervention date de 1916, réalisée par le capitaine Hénissart pour redresser le portail nord-est de la asilique (Dessandier et al. 2010). Entre 1930 et 1936, l'Arc de Triomphe a été reconstruit par Chatelain sans études préliminaires (Domergue 1963). Cette restitution s'est avérée incorrecte : l'édifice a été remonté avant que tous ses éléments n'aient été retrouvés (Rizzi 2005). Pendant les années 1950, le tronçon Est du rempart voisinant la porte Sud-Est a été restauré. De plus, au niveau de plusieurs maisons, des colonnes ont été relevées et leur chapiteaux remis en place et des montants de portes ont été redressés par le conducteur de travaux Ponsich (Thouvenot 1962). Des travaux de consolidation de mosaïques ont été également menés surtout au niveau de la Maison de Vénus à l'exception de la mosaïque « le cortège de Vénus » qui a été gardée dans les réserves pour ne pas l'exposer aux intempéries (Thouvenot 1956). Vers 1956, l'envergure des travaux a baissé suite aux troubles et transformations politiques dans la région de Meknès. Cela a imposé l'interruption de l'entretien des monuments et l'évacuation des collections de Volubilis à Rabat (Euzennat 1959). Durant les années 1960, Luquet a entrepris des restaurations au centre monumental. Il a restauré principalement le Capitole et la façade occidentale de la Basilique et certaines de ses colonnes et remonté la Porte de Tanger (Thouvenot 1968) [BCTHS1967, BAM1968-1972]. Un travail de nettoyage a été entrepris dans le but de remettre en état le Forum, le Decumanus Maximus, et les principales rues et maisons de Volubilis, pour satisfaire les touristes qui ont été très nombreux (Thouvenot 1968). La restauration du mur oriental de la Basilique effondré, a été prévue pour les années 1970 d'après le bulletin d'archéologie marocaine

(1968-1972), mais elle n'était pas réalisé jusqu'à nos jours. Entre 1990-1997, une huilerie a été restaurée et consolidée par le service de la conservation du site (Dessandier et al. 2010).

Dans le cadre de la mission Maroco-Anglaise 2000-2005, les intervenants ont restauré un mur de la maison de Vénus, où se manifeste la détérioration, comme pilote pour tester un ensemble de matériaux. Durant cette mission, la principale intervention de conservation et de restauration entreprise a concerné les bains Idrissides dans la partie basse du site proche de l'Oued Khoumane. Les travaux exécutés ont consisté en un nettoyage et désherbage des bains et de leur entourage, une consolidation des parties les plus vulnérables des maçonneries montrant des pertes ou de désintégration des mortiers et une reconstruction de plusieurs sections manquantes ou détruites avec un remplacement des briques détruites qui supportaient la voûte par des madriers en bois (El Habashi et al. 2016). Par ailleurs, des panneaux signalétiques ont été élaborés pour présenter l'édifice aux touristes.

Ces dernières années, il n'y a pas eu de travaux de restauration proprement dits mis à part des campagnes de désherbage et des interventions ponctuelles d'urgence visant à stabiliser et protéger des parties de murs menaçant de s'effondrer. Ces interventions ne sont malheureusement ni étudiées ni même archivées.

I.3.2 Matériaux utilisés

Durant les interventions précitées, les pierres utilisées sont généralement collectées des alentours de l'édifice ou de d'autres ruines au niveau du site. Souvent, des parties de l'édifice restitué manquent, les restaurateurs ont recourt à d'autres matériaux pour combler ces vides. Ainsi, du béton a été utilisé dans les fondations de la Basilique (Vallet et al. 2011). Un mortier à base de ciment gris a été également utilisé pour combler les parties manquantes de l'Arc de Triomphe (Dessandier et al. 2010). La Figure I-15a montre que la partie ajoutée en mortier de ciment gris est affectée par un faïençage. La brique cuite a été utilisée à son tour pour compenser les parties perdues des colonnes principalement au niveau de la Basilique et le Capitole (Figure I-15b). L'objectif a été sans doute de distinguer entre les éléments authentiques et ceux de substitution. Ce principe a été appliqué lors de la restauration des bains Idrissides en gardant les parties restaurées en recul 5 cm par rapport aux surfaces originelles (El Habashi et al. 2016).

Plusieurs types de mortiers ont été utilisés au niveau du site, on trouve des mortiers à base de ciment ou qui en contiennent une quantité importante mis en place pour assembler des colonnes ou protéger les sommets des murs contre l'infiltration des eaux de pluie. Des mortiers à base de chaux vive, du sable régional de Moussawa et des différents ajouts. Les principaux ajouts utilisés lors des interventions du XXI^{ème} siècle au profit des murs sont la poudre de brique réfractaire, les cendres du bois et du calcaire broyé (Fentress et al. 2004). Durant la restauration du mur pilote à la maison de Vénus, un grillage et des barres métalliques ont été utilisés pour assembler ses deux faces, actuellement des traces de la rouille s'y sont manifestées (Figure I-16).

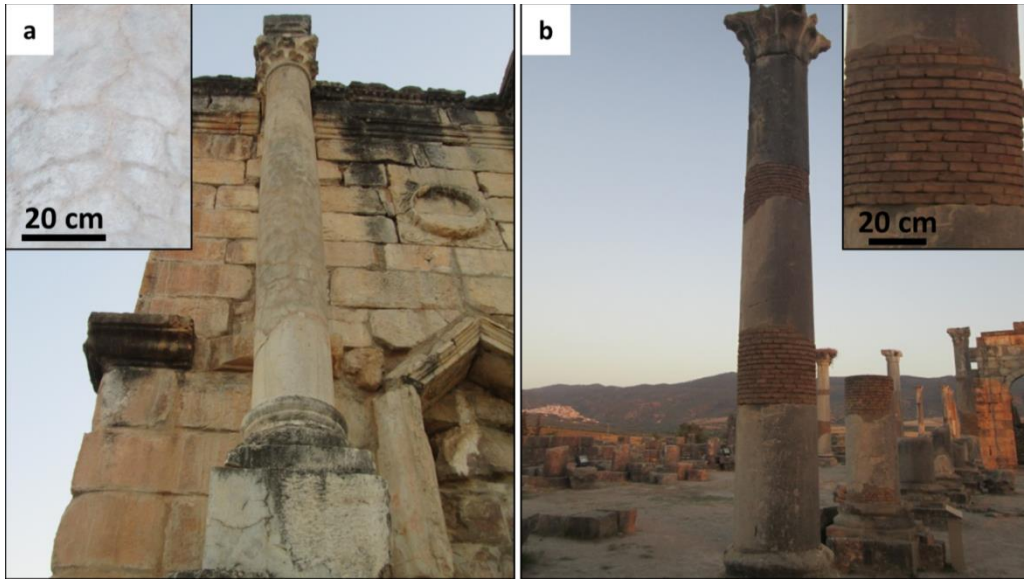


Figure I-15 Remplacement des parties manquantes : a) par un mortier à base de ciment gris (colonne de l'Arc de Triomphe) b) par de la brique (colonne Basilique)

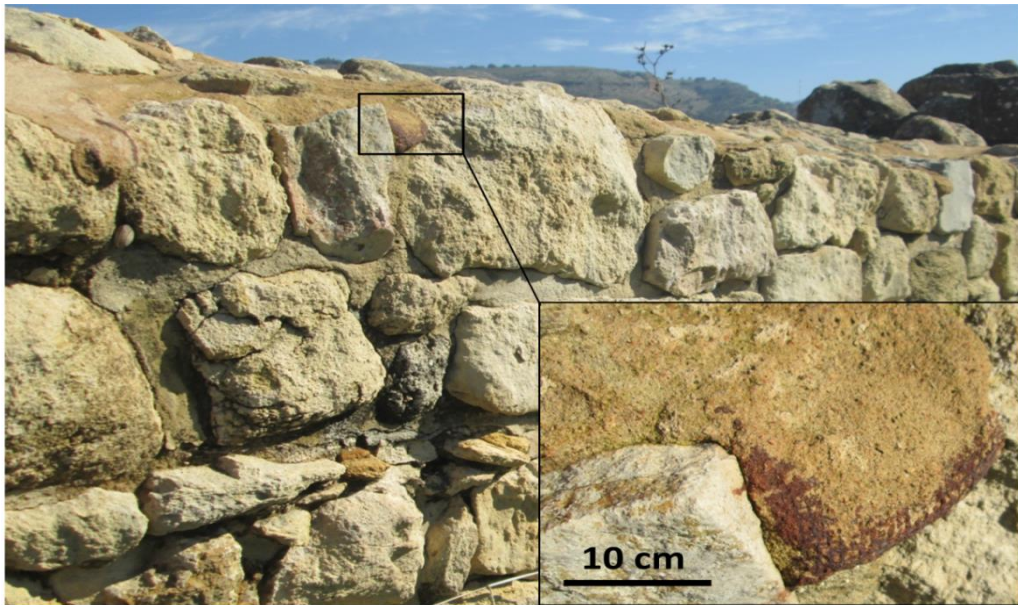


Figure I-16 Traces de la rouille au niveau du mur pilote à la maison de Vénus

I.3.3 Etat de conservation du site

Volubilis est un site archéologique où la majorité des monuments ont été écroulés et enfouies pendant des siècles. Avant les travaux de fouilles du XX^{ème} siècle, le site a subi un vandalisme excessif : « ses pierres sont transportées sur les dos des chameaux et les Kaufas des mules vers Meknès » (Richet 1909). Volubilis a servi de carrière, surtout pendant le règne de Moualy Ismail (1672 – 1727), pour la construction des principaux édifices de Meknès comme la Porte de Bab Mansour ornée de beau marbre (Tissot 1877). D'après (Rizzi 2005), l'état de

conservation du reste de site est satisfaisant puisque les signes graves de détérioration ou d'instabilité des maçonneries sont assez rares, cependant des interventions d'entretien sont nécessaires pour les murs et les pavements du quartier nord-est. Ils montrent des inclinaisons, des bosselures, des fissures et parfois des effondrements.

A l'échelle de la pierre, l'étude dirigée par Vallet dans le cadre du projet MEDISTONE, a mis en exergue plusieurs dégradations et altérations (Vallet et al. 2011). On en cite :

- Des détachements et des pertes de matières sous forme de : pelage, érosion différentielle, alvéolisation (Figure I-17a),
- Des fissurations : fragmentation due à une surcharge, fracture, craquellement,
- Des altérations chromatiques : patines d'oxalates, colorations noires, croûtes (Figure I-17b),
- Des colonisations biologiques : lichen, plantes.



Figure I-17 a) Alvéolisation d'une calcarénite b) Patines d'oxalates et colorations noires en haut de l'Arc de Triomphe c) Erosion touristique (Fentress et al. 2004)

Plusieurs facteurs contribuent à l'altération et la dégradations des édifices au niveau du site Volubilis. Au niveau structurel, les gonflements des marnes au niveau du quartier nord-est et les mouvements sismiques dans la région peuvent être derrière les fissurations et les inclinaisons des pavements et des murs. Ce problème est aggravé par la mauvaise qualité des mortiers de certains murs, constitués principalement de terre, ce qui entraîne leur effondrement. De plus, les activités

anthropiques au niveau du site causent des dommages aux murs. Avant la mise en place d'un grillage entourant le site en 2001, les bergers traversent le site avec leurs troupeaux, certains murs présentant des rubéfiations (rougissements) sont probablement dus aux feux qu'ils ont allumés. Certaines zones de quartier nord-est souffrent énormément de l'érosion touristique surtout au niveau des maisons contenant des mosaïques comme les maisons de Vénus et d'Orphée, largement visitées. Une enquête dans le cadre de la mission Maroco-Anglaise a confirmé que certains touristes montent sur des murs pour prendre des photos ou raccourcir les sentiers de visites contribuant à leur dégradations (Figure I-17c). Par ailleurs, l'altération et la dégradation des pierres du site sont liées aux conditions climatiques du site. Si l'effet du gel-dégel est inexistant et celui des remontées capillaires est très faible (Vallet et al. 2011), celui des contraintes thermiques n'est pas à priori négligeable (Mertz et al. 2012). La pluie et le vent agissent également sur les pierres non abritées surtout celles contenant des minéraux argileux (Dessandier et al. 2010). De surcroît, la cristallisation des sels solubles, sous forme d'efflorescences et de subflorescences, a été observée au niveau du site ; elles proviennent probablement des matériaux de restauration (ciment et brique), des aérosols marins, des déchets et des produits de l'activité agricole (Vallet et al. 2011). Les colonisations biologiques, sous forme de lichens, mousses et végétation, trouvent dans le site Volubilis, un milieu convenable à leur développement puisqu'il est une zone rurale non polluée.

I.4 Conclusion

Ce premier chapitre présente le site archéologique Volubilis et les principaux travaux d'intervention qui y ont lieu. Le site a une histoire très riche. Il représente l'un des témoins de l'interaction de plusieurs civilisations : mauritanienne, romaine et islamique. Son environnement, principalement la géologie locale et le climat qui y règne influent sur l'état de conservation de ses monuments. Ces derniers sont divers : des monuments publics, des maisons patriciennes et d'autres modestes, des thermes, des temples...etc. Ces édifices ont été construits en deux pierres prépondérantes : une calcarénite beige-jaunâtre et un calcaire gris. Ils ont été ensuite reconstruits ou restaurés après leur mise au jour. Les détails de ces interventions sont trop rares vu les problèmes d'archivage. Si l'état de conservation du site est satisfaisant, des interventions d'entretien sont urgentes au niveau du quartier nord-est contenant plusieurs maisons somptueuses comme la maison de Vénus. Ce quartier est affecté par plusieurs désordres structuraux et dégradations de pierres. Ces pathologies sont probablement dues à deux catégories de facteurs. La première catégorie consiste en contraintes naturelles, en l'occurrence la géologie du site et les conditions climatiques. La deuxième catégorie englobe des activités anthropiques : interventions inappropriées, vandalisme, érosion touristique. Dans la suite nous nous focaliserons sur l'étude de la pierre la plus prépondérante (la calcarénite). Avant de mener une étude de diagnostic pour déterminer les causes de la dégradation de la calcarénite, nous nous intéressons dans le chapitre suivant à connaître ce matériau pierreux dans son état sain pour comprendre par la suite son comportement physique et mécanique.

II Caractérisation et étude de durabilité de la pierre prépondérante saine

Toute intervention de préservation projetée sur un monument historique en pierres maçonnées doit être précédée par la caractérisation de ses pierres saines. Ceci permettra de déterminer les propriétés des pierres avant leur altération. Ainsi on pourrait appréhender leur évolution suite à l'altération. De plus, leurs valeurs seront des références pour des pierres de substitution et pour l'étude de la compatibilité avec des mortiers de restauration. Cependant, puisque la caractérisation physique et mécanique nécessite une quantité importante de pierres, violant le principe d'intervention minimale, caractériser celles des carrières d'origine est une solution alternative appropriée. Pour la calcarénite, la pierre la plus prépondérante du site Volubilis, la carrière Ain Schkor est la principale carrière d'origine (Figure II-1). Nous y avons collecté des blocs et nous y avons exécutés des carottages. Il s'est avéré que la pierre calcarénite saine est caractérisée par une grande variabilité, corroborant ainsi les observations sur site et les données fournies par les travaux antérieurs (Dessandier et al. 2008).



Figure II-1 Carrière historique Ain Schkor identifiée comme carrière d'origine des pierres de construction de Volubilis

Dans ce chapitre, nous nous focaliserons dans un premier temps sur une caractérisation multi-échelle des trois différents faciès de la calcarénite. Puis, nous les comparons, de point de vue de la durabilité, au moyen de calcul d'indices de durabilité et des essais de vieillissement artificiel. Nous détaillons ensuite les essais non destructifs réalisés pour évaluer et distinguer certaines propriétés des faciès de la calcarénite.

II.1 Caractérisation des faciès de calcarénite

II.1.1 Propriétés pétrographiques et minéralogiques

II.1.1.1 Aspect et morphologie des minéraux

La pierre calcarenite est une pierre sédimentaire beige-jaunâtre présentant une hétérogénéité visiblement observable. On peut en distinguer trois faciès. Un type blanchâtre d'aspect compact et fin, un type jaunâtre d'aspect poreux et grenu et un type intermédiaire, qui se présente soit sous forme de deux fractions distinctes des deux premiers faciès ou comme un matériau hétérogène localement (Figure II-2).



Figure II-2 Aspect visuel des trois sous faciès de calcarénite sur 4 échantillons (disques de diamètre 5cm, blanchâtre (à gauche), jaunâtre (à droite) et intermédiaires (au milieu))

Nous avons observé deux échantillons des faciès blanchâtre et jaunâtre à l'aide d'un microscope optique. Ils ont été préparés en cassant des petits fragments quasi plans de chaque faciès. La Figure II-3 présente les images des deux faciès à un grossissement $\times 200$. Le faciès blanchâtre a un aspect homogène avec une matrice bien cimentée contrairement au faciès jaunâtre qui apparaît poreux et hétérogène en raison de la présence de différents éléments y compris des bioclastes.

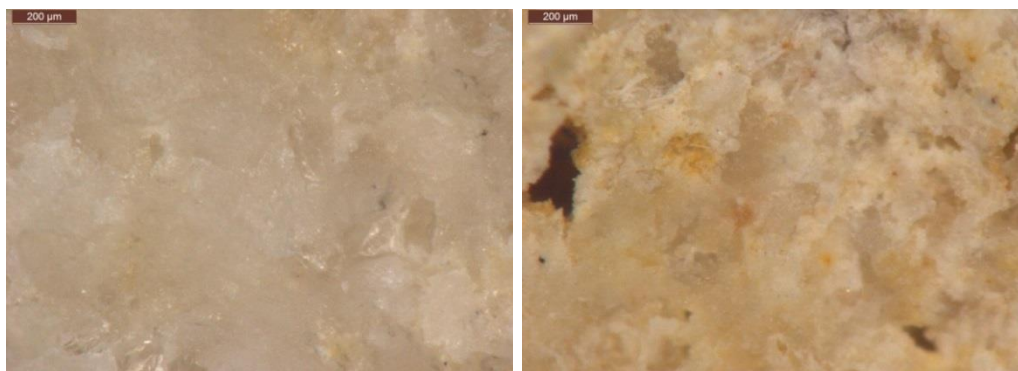


Figure II-3 Images des faciès blanchâtre (à gauche) et jaunâtre (à droite) par microscope optique à un grossissement $\times 200$

Nous avons analysé les mêmes faciès par un microscope électronique à balayage (MEB) en utilisant un appareil Hitachi TM3000. La Figure II-4 montre les images obtenues pour des grossissements $\times 100$ et $\times 2000$. Le faciès blanchâtre présente une matrice compacte entourant des grains angulaires de diamètre voisinant $100\ \mu\text{m}$. D'après l'analyse minéralogique (Cf II.1.1.2), il s'agit de grains de quartz entourés par une matrice calcique. Pour ce faciès, des traces de cassures, liées à la préparation de l'échantillon, apparaissent au niveau de la matrice contrairement au grain qui garde sa forme. Ceci indique que les grains sont plus durs que la matrice. Par ailleurs, le faciès jaunâtre montre en plus de grains, des pores et une matrice moins cimentée.

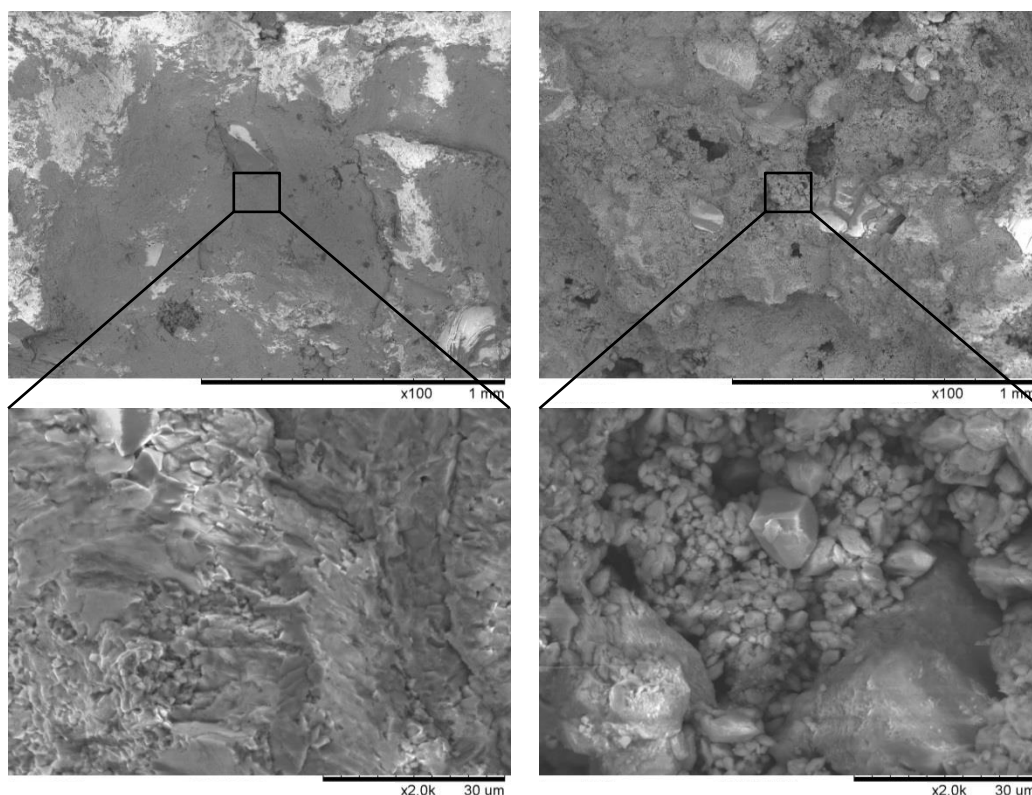


Figure II-4 Images MEB sur fracture pour le faciès blanchâtre (à gauche) et le faciès jaunâtre (à droite)

II.1.1.2 Compositions minéralogique et chimique

La diffraction des rayons X sur poudres a été utilisée pour identifier qualitativement les phases cristallines présentes dans les faciès blanchâtre et jaunâtre. L'analyse a été réalisée à l'aide d'un appareil INEL Diffractomètre (avec une raie $K\alpha_1$ de Cobalt: $\lambda = 1,78897\ \text{\AA}$).

La Figure II-5 présente les diffractogrammes des faciès blanchâtre et jaunâtre. Les deux faciès sont composés principalement de calcite (CaCO_3), du quartz (SiO_2) et de traces de microcline (KAlSi_3O_8) et de rutile (TiO_2).

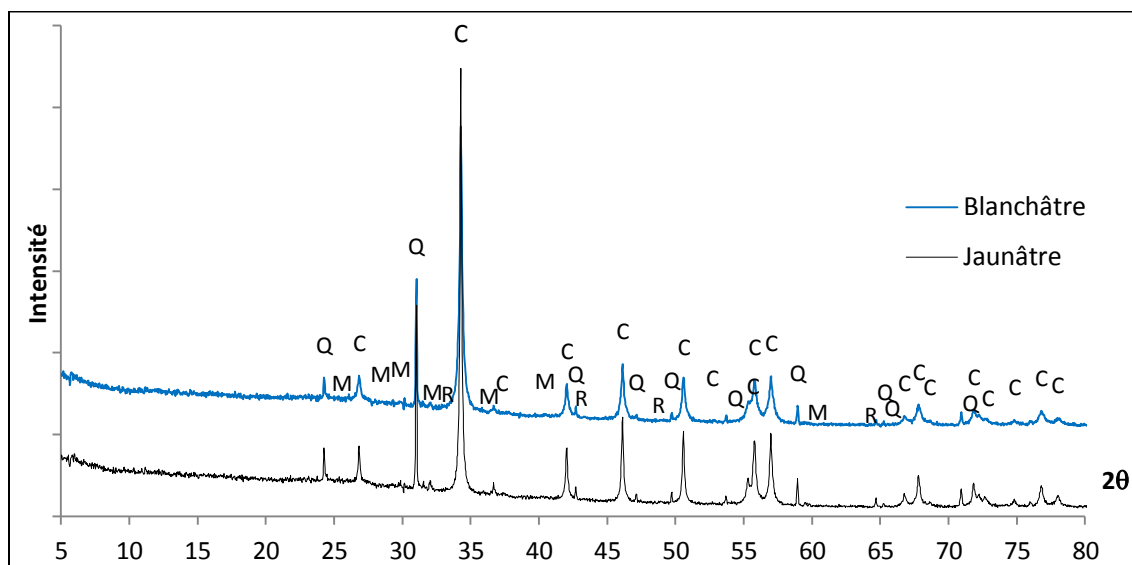


Figure II-5 Diffractogrammes des faciès blanchâtre et jaunâtre : C calcite, Q quartz, M microcline, R rutile

Tableau II-1 Teneurs en éléments majeurs des deux faciès jaunâtre et blanchâtre déterminées par XRF

Constituants	Blanchâtre (%)	Jaunâtre (%)
CaO	44,50	44,20
SiO ₂	14,70	15,00
Al ₂ O ₃	2,24	2,92
MgO	1,09	0,73
Fe ₂ O ₃	0,42	0,60
K ₂ O	0,36	0,57
P ₂ O ₅	0,97	0,43
Na ₂ O	0,19	0,17
TiO ₂	0,06	0,09
Rh	0,08	0,08
Ru	0,12	0,10
SO ₃	0,12	0,06
SrO	0,07	0,03
Perte au feu	35,00	35,00
Total	99,92	99,98

L'analyse chimique a été réalisée sur des échantillons des deux faciès extrêmes moyennant un spectromètre de Fluorescence X (Spectromètre en dispersion de longueur d'ondes type Axios). Le Tableau II-1 résume les teneurs massiques des constituants chimiques des deux échantillons. D'après les résultats, les deux faciès contiennent pratiquement les mêmes teneurs en oxyde de

calcium (CaO) et en oxyde de silice (SiO₂). De plus, il montre que la teneur en (Al₂O₃ + MgO + K₂O + Na₂O) est plus grande dans le faciès jaunâtre (4,39 %) que dans le faciès blanchâtre (3,88 %), pouvant témoigner de la présence des petites quantités de minéraux argileux. La présence d'oxydes de phosphore dans les deux faciès peut être due à une pollution biologique par l'activité des micro-organismes. Les résultats indiquent également que le faciès blanchâtre contient moins d'oxyde de fer Fe₂O₃ que le faciès jaunâtre, 0,42 % contre 0,60 %, justifiant la différence de couleur. D'après l'analyse DRX, nous pouvons supposer que tout l'oxyde de calcium provient de la décomposition thermique de la calcite, par conséquent sa teneur peut être estimée en utilisant l'égalité des quantités de matières. Elle est de l'ordre de 79,46 % et 78,93 % dans les faciès blanchâtre et jaunâtre respectivement. La décomposition des deux teneurs en calcite devrait engendrer des émissions de CO₂ de l'ordre de 34,73 % et 34,96 % respectivement, correspondant globalement à la perte au feu.

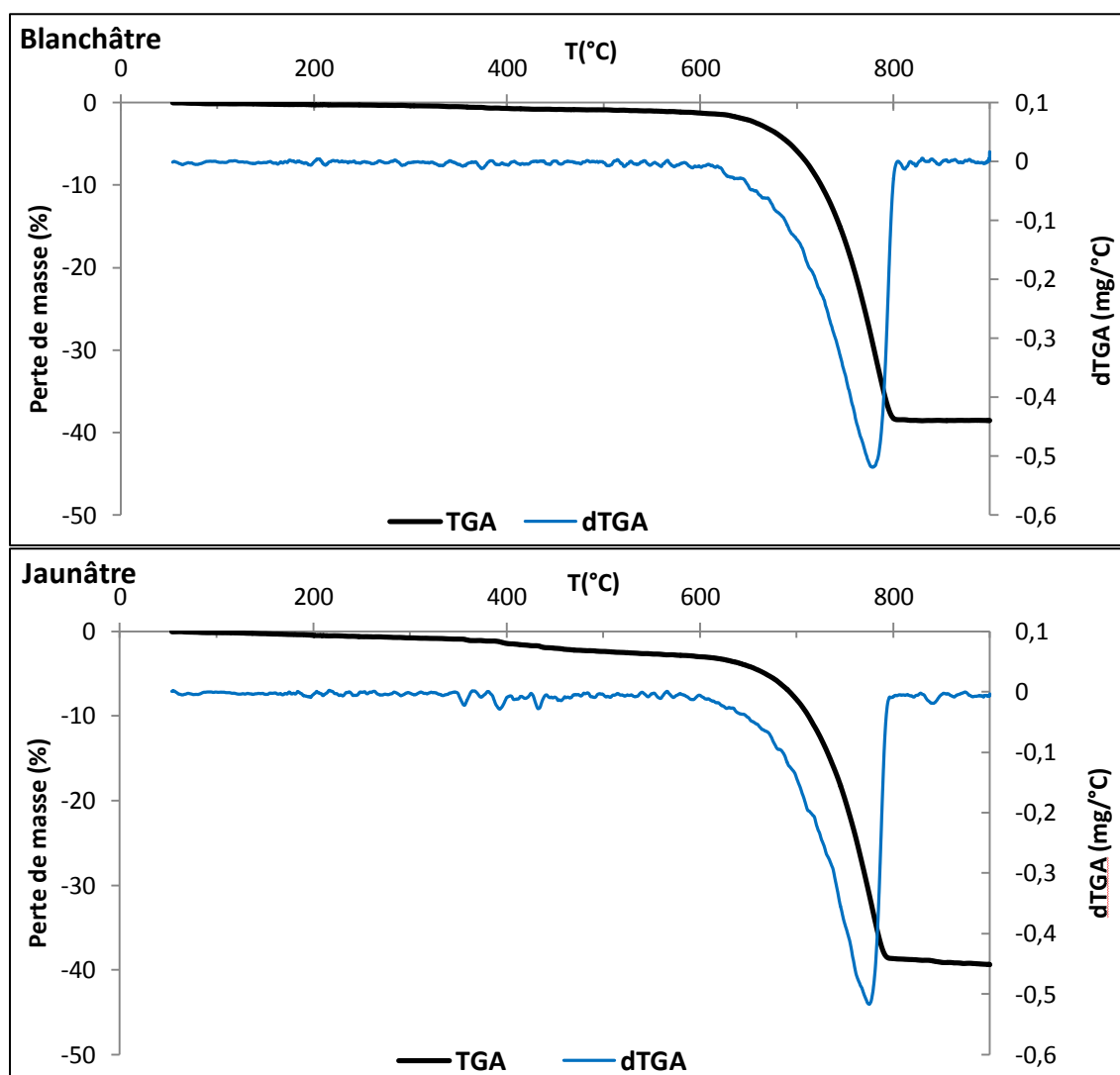


Figure II-6 Analyse thermogravimétrique des faciès blanchâtre et jaunâtre

Nous avons utilisé également l'analyse thermogravimétrique (ATG) pour caractériser les deux faciès jaunâtre et blanchâtre. Elle a été réalisée à l'aide d'un appareil Linseis STA PT1000 avec une vitesse de chauffe de 5 °C/ min jusqu'à 900 °C. La Figure II-6 présente l'évolution de la perte de masse (%) et de sa dérivée (mg/°C) en fonction de la température des deux faciès analysés. Elle montre que le faciès blanchâtre subit moins de perte de masse entre 300 et 600 °C par rapport au faciès jaunâtre. La perte de masse pour le faciès jaunâtre dans cet intervalle de température, et surtout vers 400-450 °C, peut être due à la perte de l'eau liée à des minéraux argileux. Les résultats confirment également la nature calcique des deux faciès puisqu'une perte de masse significative est observée entre 600 et 800 °C résultant du dégagement de CO₂ suite à la décomposition de la calcite CaCO₃. Nous pouvons alors estimer la teneur en calcite à partir de la perte de masse dans l'intervalle 600-800 °C. Selon l'analyse thermogravimétrique, les faciès blanchâtre et jaunâtre en contiennent environ 84,1 % et 81,0 % respectivement. Les résultats de l'analyse thermogravimétrique sont proches de ceux de l'analyse XRF en termes de teneur en calcite et de présence des traces de minéraux argileux, qui paraît plus marqué dans le faciès jaunâtre. Dans ce cadre, des analyses XRF, qui ont été réalisées sur des échantillons de calcarénite lors des recherches antérieures, ont déterminé des teneurs en calcite allant de 72,50 % à 90,40 % et des teneurs en quartz variant de 21,40 à 4,70 % (Dessandier et al. 2008), ce qui confirme les résultats des mesures effectuées sur les faciès prélevés dans cette étude.

II.1.2 Propriétés physiques

II.1.2.1 Porosité, densités et distribution porale

Les pierres de construction, et surtout les pierres sédimentaires, renferment un milieu poreux correspondant à des espaces non occupés par les grains solides. Le rapport du volume de ces espaces vides sur le volume total d'une pierre définit sa porosité totale. Cette grandeur est liée à la densité du squelette solide (ρ_s), ne dépendant que de la composition minéralogique, et à la densité apparente (ρ_a) par la relation suivante:

$$N_{tot} = 100 \times \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_s}\right) \quad [1]$$

Les trois propriétés précitées peuvent être déterminées par différentes méthodes (Thomson et al. 2004), y compris la pesée hydrostatique qui est simple et assez utilisée (Siegesmund & Dürrast 2014). Cette technique ne prenant pas en considération les pores occlus, permet alors de déterminer la porosité accessible à l'eau, qui est très proche de la porosité totale pour les pierres sédimentaires qui ont un milieu poreux bien connecté (Vázquez et al. 2013).

Nous avons réalisé l'essai sur des échantillons cubiques d'arête 5 cm pour les trois faciès : 8 échantillons pour le jaunâtre et l'intermédiaire et 10 échantillons pour le blanchâtre. Nous les avons séchés à l'étuve à 105 °C jusqu'à masse constante (M_s). Après refroidissement, nous les avons placés sous un vide primaire d'environ 0,80 mbar, dans une enceinte grâce à une pompe à vide, maintenu pendant 24h pour éliminer l'air contenu dans les pores. Ensuite, ils sont imbibés

progressivement par de l'eau préalablement désaérée et restent immergés pendant 24h supplémentaires. Après nous avons pesé les échantillons saturés immergés dans l'eau, principe de la pesée hydrostatique, (M_{hyd}), puis à l'air après les avoir essuyés avec un chiffon humide (M_{sat}). La porosité et les densités sont calculées comme suit :

$$\rho_a = \rho_w \times \frac{M_s}{(M_{sat} - M_{hyd})} \quad [2]$$

$$\rho_s = \rho_w \times \frac{M_s}{(M_s - M_{hyd})} \quad [3]$$

$$N_{tot} = \frac{M_{sat} - M_s}{(M_{sat} - M_{hyd})} \quad [4]$$

Le Tableau II-2 présente les valeurs obtenues de porosité et des densités pour les trois faciès. D'après ces résultats, le faciès blanchâtre a une porosité d'environ 8,4 %, alors que les faciès intermédiaire et jaunâtre ont le double et le triple de porosité respectivement. Les recherches antérieures ont déterminé des valeurs de porosité comprises entre 7,5 % et 26,3 %, de façon générale, les calcarénites les plus poreuses sont celles contenant plus d'oxyde de silice (Dessandier et al. 2010). Par ailleurs, la densité apparente du faciès blanchâtre est la plus grande (2,38 g/cm³) et celle du jaunâtre est la plus petite (2,07 g/cm³). Concernant la densité du squelette solide, elle varie de 2,60 g/cm³ pour le faciès blanchâtre à 2,66 g/cm³ pour le faciès jaunâtre. Ces densités sont proches de celles des deux minéraux constitutifs les plus prépondérants : la calcite (2,71 g/cm³) et le quartz (2,65 g/cm³). Ces différences de valeurs pourraient être dues à la présence d'autres minéraux (rutil, microcline, minéraux argileux), ou bien aux erreurs liées à la méthode de pesée hydrostatique ou à la présence d'une porosité occluse (Hall & Hamilton 2016).

Tableau II-2 porosité et densités apparente et du squelette solide des trois faciès

Faciès	Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
Nombre d'échantillons	10	8	8
Porosité (%)	8,4 ± 1,5	16,9 ± 2,0	22,0 ± 2,5
Densité apparente (g/cm ³)	2,38 ± 0,04	2,20 ± 0,05	2,07 ± 0,07
Densité du squelette solide (g/cm ³)	2,60 ± 0,03	2,65 ± 0,03	2,66 ± 0,02

L'espace poreux regroupe des pores de différentes tailles. Afin de déterminer leur distribution nous avons utilisé la technique de porosimétrie à mercure. Sous une valeur de pression donnée, les pores accessibles au mercure sont déduits de l'équation de Young-Laplace avec l'hypothèse simplificatrice de forme cylindrique des pores :

$$r_p = \frac{2\gamma \cos\theta}{P} \quad [5]$$

Où

- γ est la tension superficielle du mercure,
- θ est l'angle de contact du ménisque solide-mercure,
- P est la pression appliquée,
- r_p est le rayon du pore.

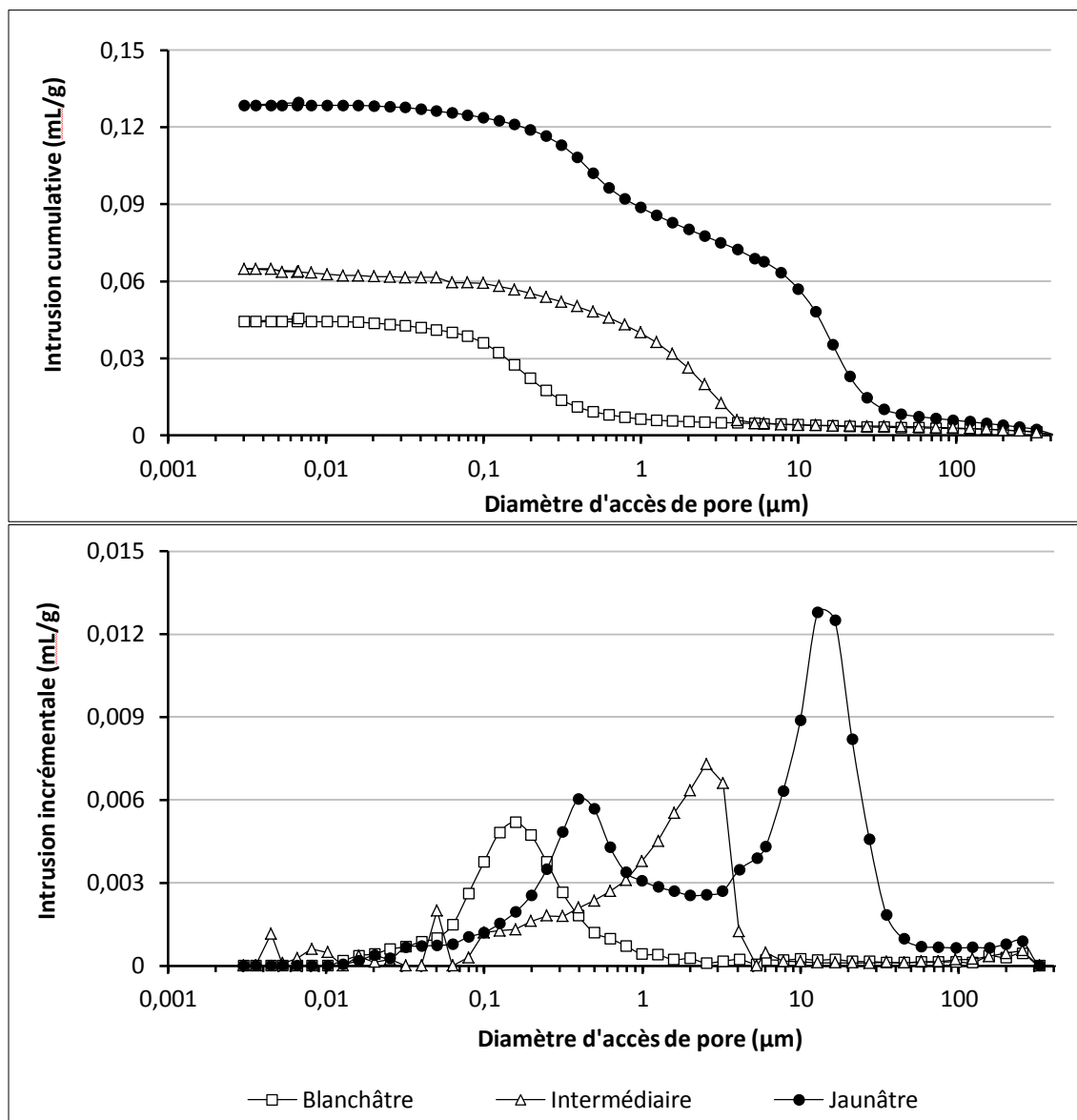


Figure II-7 Distribution porale obtenue par porosimétrie au mercure pour les trois faciès de la calcarénite

Dans notre étude, l'essai a été réalisé sur des échantillons d'environ 1cm^3 , en utilisant un prosimètre Micromeritics Autopore IV 9520, dont la pression peut varier de 2,76 kPa à 414 MPa et pouvant ainsi mesurer des pores de diamètre allant de $0,003\text{ }\mu\text{m}$ à $450\text{ }\mu\text{m}$. En plus de la

distribution des pores, cet essai permet de déterminer la densité apparente et la densité du squelette solide.

D'après les résultats obtenus, les faciès blanchâtre et intermédiaire ont des réseaux unimodaux avec une large famille de pores compris entre 0,1 à 5 µm et des diamètres médians de 0,2 µm et 1,5 µm respectivement (Figure II-7). Quant au faciès jaunâtre, il présente un réseau bimodal centré sur 0,5 µm et 21,2 µm avec un diamètre médian de 12,4 µm. Les faciès blanchâtre, intermédiaire et jaunâtre possèdent respectivement 14,5 %, 61,7 % et 69,1 % de pores de diamètre supérieur à 1µm (Tableau II-3). Cette gamme de pores est considérée la plus forte contrôlant les forces capillaires pour le transfert d'eau. C'est pourquoi nous prévoyons que le faciès jaunâtre aurait un coefficient de capillarité important contrairement au faciès blanchâtre qui aurait un coefficient de capillarité petit. Tenant compte de l'hétérogénéité de la calcarénite, les valeurs de densité et de porosité obtenues sont du même ordre que celles déterminées par la pesée hydrostatique.

Tableau II-3 Résultats de la porosimétrie à mercure effectuée sur les trois faciès de calcarénite

Faciès	Microporosité (<0,1µm) %	Mesoporosité		Macroporosité (5µm<) %	ρ_a (g/cm ³)	ρ_s (g/cm ³)	N (%)
		(0,1<<1µm) %	(1<<5µm) %				
Blanchâtre	18,59	66,83	4,03	10,47	2,36	2,64	10,5
Intermédiaire	5,40	29,59	54,37	7,33	2,25	2,64	14,6
Jaunâtre	3,74	27,16	15,48	53,61	1,96	2,62	25,2

II.1.2.2 Propriétés hydriques

II.1.2.2.1 Absorptions d'eau et degré de saturation

Durant l'essai de porosité par pesée hydrostatique, chaque échantillon a été saturé sous vide. Sa teneur en eau dans ce cas est appelée « absorption d'eau totale sous vide » donnée par la relation :

$$W_{vid}(\%) = 100 \times \frac{(M_{sat} - M_s)}{M_s} \quad [6]$$

Cependant cette teneur en eau n'est pratiquement jamais atteinte dans les conditions réelles. Ainsi l'absorption sous une immersion progressive de 48h à pression atmosphérique W_{atm} est considérée comme la teneur en eau maximum naturellement atteinte. Le rapport des deux absorptions définit le coefficient d'absorption d'eau ou le degré de saturation naturelle S_{48h} , appelé aussi coefficient d'Hirschwald:

$$S_{48h}(\%) = 100 \times \frac{W_{atm}}{W_{vid}} \quad [7]$$

Afin de déterminer l'absorption d'eau sous pression atmosphérique et le degré de saturation naturel des trois faciès, nous avons suivi le protocole de la norme (NF B 10-504 1973). Les échantillons précédents sont séchés à l'étuve à 105°C jusqu'à masse constante (M_s). Ensuite, ils sont placés dans l'eau jusqu'au quart de leur hauteur. Après une heure, une quantité d'eau a été ajoutée de façon à immerger la moitié de leur hauteur. Après 21 heures, ils sont immergés complètement pour une durée de 26 heures donnant 48 heures d'immersion progressive, puis ils sont pesés à l'air (M_{sat48h}). L'absorption sous pression atmosphérique est par suite calculée par la relation suivante :

$$W_{atm}(\%) = 100 \times \frac{(M_{sat48h} - M_s)}{M_s} \quad [8]$$

Le Tableau II-4 donne les absorptions et le degré de saturation pour les trois faciès. D'après ces résultats, l'absorption sous vide et à pression atmosphérique sont corrélées à la porosité. Cependant les trois faciès présentent presque le même degré de saturation naturel d'environ 74 %.

Tableau II-4 Absorptions d'eau et degré de saturation des trois faciès

Faciès	Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
Nombre d'échantillons	10	8	8
$W_{atm}(\%)$	$2,61 \pm 0,35$	$5,73 \pm 0,98$	$7,87 \pm 1,62$
$W_{vid}(\%)$	$3,53 \pm 0,70$	$7,70 \pm 1,03$	$10,66 \pm 1,60$
Degré de saturation $S_{48h}(\%)$	75 ± 7	74 ± 5	73 ± 6

II.1.2.2.2 Capillarité

Lorsqu'une pierre est en contact avec de l'eau issue directement de la pluie ou des remontées provenant du sol, elle l'absorbe sous l'effet des forces de tension superficielle. La capillarité dépend principalement de la taille et la géométrie des pores. Plus le pore est petit, plus la hauteur atteinte par l'eau absorbée est grande et moins la vitesse d'absorption est grande. Ce phénomène est surtout gouverné par les pores dits capillaires, de diamètre compris entre 1µm et 1 mm (Siegesmund & Dürrast 2014). Lors d'une imbibition capillaire, les pores accessibles sont progressivement remplis d'eau dans un premier temps. Ensuite, la porosité piégée se remplit grâce au phénomène de diffusion.

Nous avons réalisé l'essai suivant la norme (NF EN 125 1999) sur des échantillons cubiques d'arrête 5 cm, dans des conditions du laboratoire ($H_r = 50\%$ et $T = 20^\circ\text{C}$). Les échantillons ont été séchés et refroidis préalablement. Ils ont été ensuite immergés dans un récipient de telle façon que le niveau d'eau atteigne 3 mm de leur hauteur. Leurs prises de masse ont été mesurées périodiquement. En traçant la courbe de prise d'eau en masse par unité de surface en fonction de la racine carrée du temps, suivant le modèle de Washburn, nous obtenons

un segment de droite, représentant la première phase, qui passe par l'origine, dont la pente est appelé le coefficient de capillarité A ($\text{g/cm}^2 \cdot \sqrt{\text{min}}$ ou $\text{kg/m}^2 \cdot \sqrt{\text{h}}$) (Figure II-8). A la fin de l'essai, la teneur en eau atteinte a été déterminée puis rapportée à la teneur en eau de saturation sous vide pour calculer le degré de saturation résultant de l'essai l'imbibition capillaire. Pour chaque échantillon cubique, nous avons effectué l'essai selon ses trois directions D1, D2 et D3 arbitrairement choisies. Nous avons déterminé par la suite ses indices d'anisotropie $An(\%)$ pour le coefficient de capillarité et le degré de saturation atteint lors de l'imbibition capillaire.

$$An(\%) = 100 \times \frac{(A_{\max} - A_{\min})}{A_{\max}} \quad [9]$$

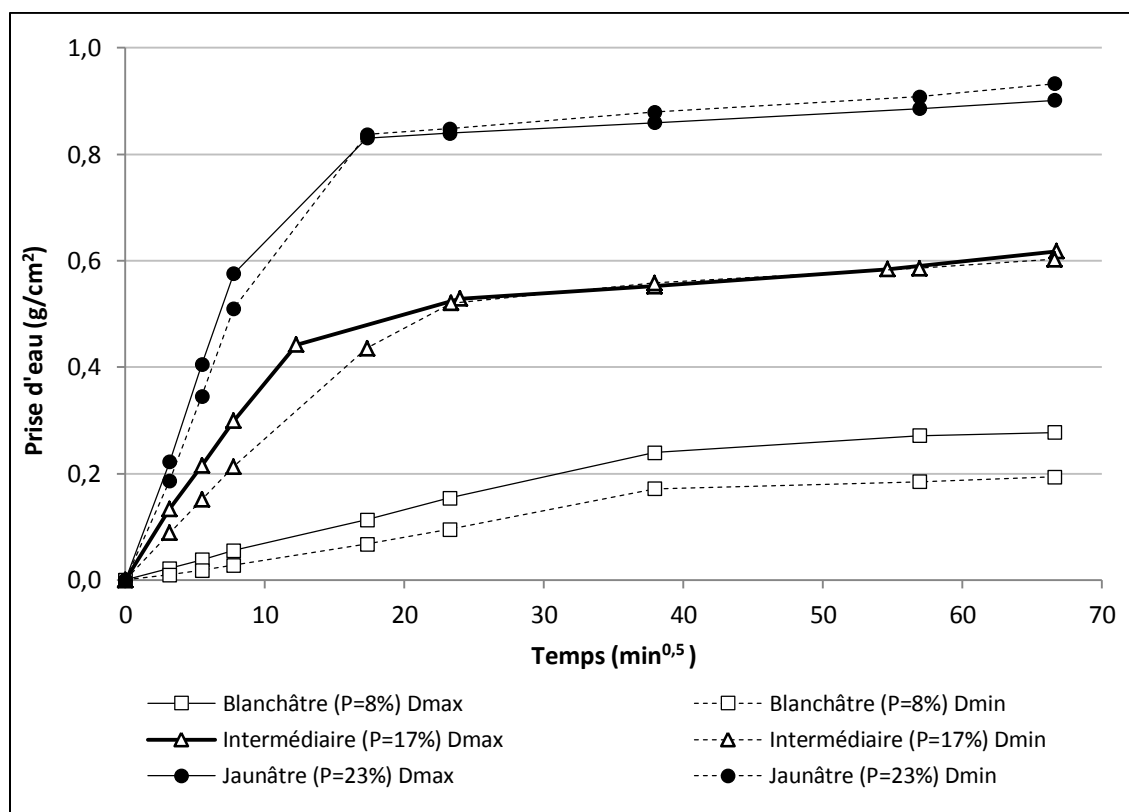


Figure II-8 Exemples de courbes d'imbibition capillaire de trois échantillons cubiques de différents faciès de la calcarénite suivant les directions de coefficient d'absorption maximal et minimal

Le Tableau II-5 résume les résultats de l'essai d'imbibition capillaire. Comme prévu par l'essai de porosimétrie à mercure, le coefficient de capillarité augmente en passant du faciès blanchâtre au faciès jaunâtre. En fait, le faciès jaunâtre est deux fois et sept fois plus absorbant par capillarité que les faciès intermédiaire et blanchâtre respectivement. Ce faciès est classé parmi les pierres très absorbantes ($A > 3,0 \text{ kg/m}^2 \cdot \sqrt{\text{h}}$) (Snethlage 2008). Par ailleurs, les trois faciès ne sont pas totalement saturés suite à l'imbibition capillaire. Le degré de saturation à la fin de cet essai est légèrement supérieur au degré de saturation S_{48h} pour les faciès intermédiaire et jaunâtre. C'est le cas généralement des pierres poreuses de réseau poreux unimodal ou bimodal

(Tournier 2001; Mertz 1991; Thomachot 2002). Quant au faciès blanchâtre, il n'atteint pas son degré de saturation S_{48h} . En fait, ce faciès est moins poreux, l'effet de l'évaporation d'eau à la température de 20 °C pourrait être non négligeable devant la prise de masse par diffusion, surtout que la première phase dure plus de 24 h. En outre, nous observons que plus le faciès est poreux moins ses indices d'anisotropie sont grands.

Tableau II-5 résultats d'essais d'imbibition : coefficients de capillarité et degrés de saturation atteints des trois faciès

Faciès		Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
Nombre d'échantillons		10	8	8
Coef.de capillarité (kg/m ² .√h)	Moy ± E.type	0,59 ± 0,16	2,03 ± 0,53	3,72 ± 1,41
	An (%)	42	35	24
Degré de saturation par capillarité Scap	Moy ± E.type	71 ± 8	79 ± 3	78 ± 7
	An (%)	12	6	8

II.1.2.2.3 Evaporation

Comme les pierres peuvent absorber de l'eau, elles sèchent également en l'éliminant par évaporation. La transformation d'eau de l'état liquide à l'état vapeur est contrôlée par les conditions externes (température, humidité relative, agitation de l'air) et des propriétés du réseau poreux dans les pierres (Beck 2006; Rousset-Tournier & Mazerolle 2003). Nous avons réalisé l'essai de séchage sur 26 échantillons cylindriques (Ø 40 mm × 40 mm) obtenus en carottant les cubes suivant le sens de coefficient de capillarité minimal. Les échantillons ont été initialement saturés sous vide puis imperméabilisés par du parafilm à l'exception de leur sections circulaires supérieures. Ils sont ensuite placés dans une enceinte où des solutions salines saturées de MgCl₂.6H₂O créent une humidité relative d'environ 33 %. Les mesures de masse des échantillons ont été effectuées périodiquement par pesée.

La Figure II-9 montre les courbes d'évaporation de trois pierres, représentatives des différents faciès de la calcarénite, en termes de teneur en eau et de degré de saturation en fonction du temps. Deux phases sont facilement distinguées. La première correspond à une diminution rapide de la teneur en eau avec un flux d'évaporation constant. Ceci est couramment expliqué par une alimentation capillaire des parties internes humides vers la zone de surface d'évaporation qui reste mouillée (Franzen & Mirwald 2004). Cette phase continue jusqu'à un certain temps T_r où la courbe d'évaporation indique une rupture de pente, correspondant à un degré de saturation critique. Une deuxième phase à flux décroissant démarre, la surface de la pierre s'assèche progressivement, le front de séchage est repoussé vers l'intérieur et le transfert d'eau par diffusion devient par suite plus important que le transfert liquide (Tournier 2001). La désaturation s'effectue jusqu'à atteindre l'équilibre avec l'humidité ambiante en gardant un degré de saturation résiduel.

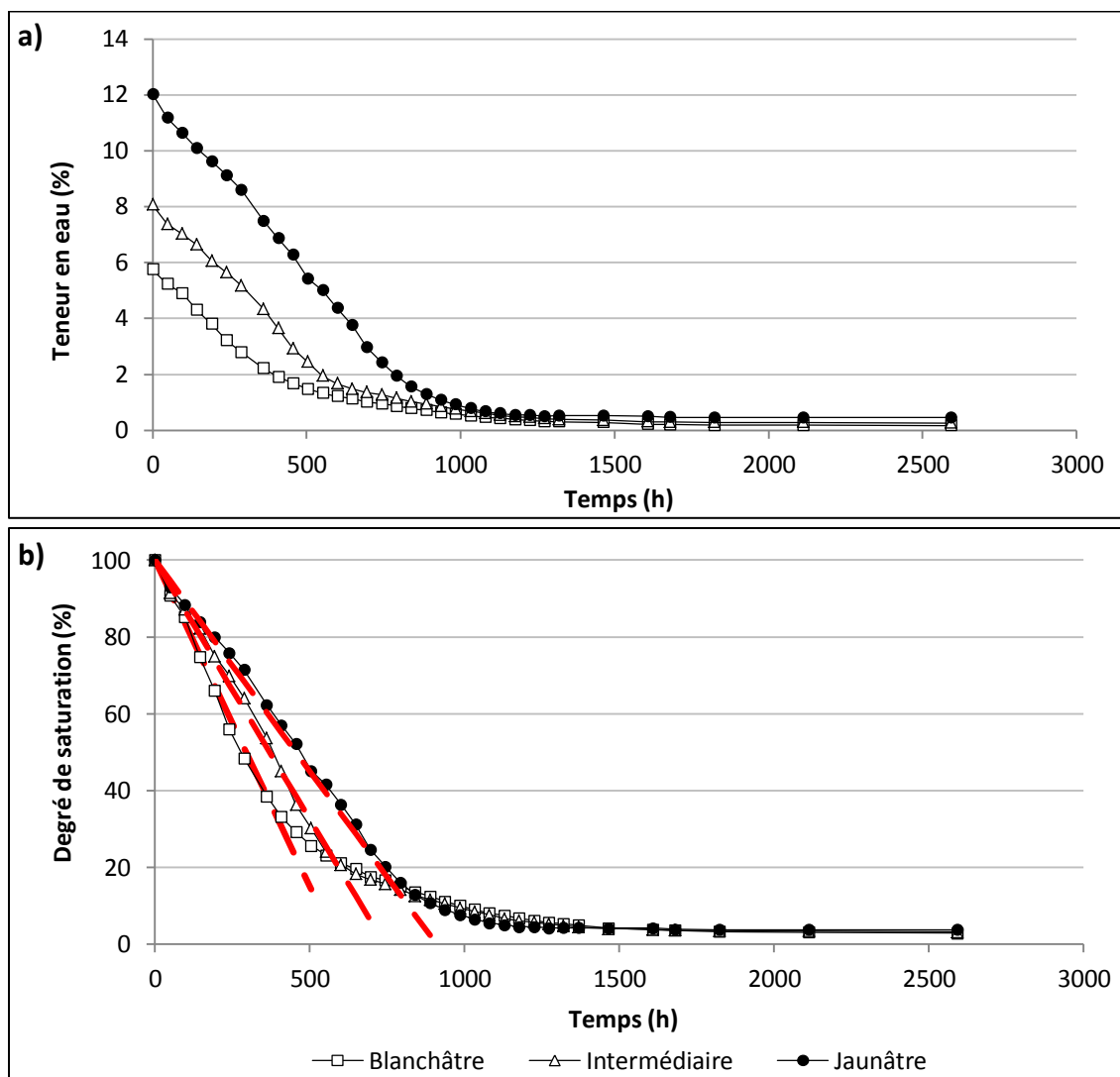


Figure II-9 Courbes types d'évaporation de trois pierres de faciès différents de la calcarénite :
a) Evolution de la teneur en eau b) Evolution de degré de saturation.

D'après le Tableau II-6, le faciès jaunâtre a le plus grand flux d'évaporation $-1,095 \text{ mg/cm}^2\cdot\text{h}$, suivi par le faciès intermédiaire avec $-1,005 \text{ mg/cm}^2\cdot\text{h}$ puis le faciès blanchâtre ayant un flux d'évaporation d'environ $-0,868 \text{ mg/cm}^2\cdot\text{h}$. D'une part, ces flux sont du même ordre car l'évaporation est contrôlée par les conditions externes principalement l'humidité. D'autre part, le flux d'évaporation est d'autant plus important que le faciès est poreux. En effet, le facteur d'évaporation dépend également de la surface évaporante, qui est logiquement corrélée à la porosité surfacique et donc à la porosité totale. Cependant, la durée de la première phase montre une tendance opposée : elle augmente de 449 h pour le faciès blanchâtre à 852 h pour le faciès jaunâtre. On pourrait expliquer ce constat par la quantité d'eau contenue à l'état saturé. Elle est d'autant plus grande que le faciès est poreux, son évacuation nécessite par conséquent plus du temps. A la fin de la première phase, les faciès blanchâtre, intermédiaire et jaunâtre ont cédé 68,6 %, 80,6 % et 87,1 % de leur teneur en eau initiale respectivement. Le faciès jaunâtre contient plus

de macropores, leur désaturation entraîne la perte d'une grande proportion de sa teneur en eau contrairement au faciès blanchâtre qui sèche plus rapidement. Le degré de saturation résiduel à la fin de séchage est d'autant plus grand que le faciès est moins poreux puisqu'il est contrôlé par la microporosité d'après la loi de Young-Laplace (Cf II.1.2.2.5).

Tableau II-6 Propriétés d'évaporation des trois faciès de calcarénite

Propriétés d'évaporation	Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
	10 échantillons	8 échantillons	8 échantillons
Flux d'évaporation (mg/cm ² .h)	-0,868 ± 0,168	-1,005 ± 0,134	-1,095 ± 0,121
Temps de rupture (h)	449 ± 91	648 ± 73	852 ± 114
Degré de saturation critique (%)	31,4 ± 5,7	19,4 ± 2,7	12,9 ± 5,0
Degré de saturation résiduel (%)	3,5 ± 1,6	2,5 ± 0,7	2,3 ± 1,0

II.1.2.2.4 Diffusion de la vapeur d'eau

Les pierres peuvent transférer de l'eau non pas seulement dans son état liquide mais aussi sous forme de vapeur et ceci par diffusion. Ce phénomène est contrôlé par la perméabilité à la vapeur d'eau, qui représente la quantité de vapeur d'eau transmise par unité de temps à travers une unité de surface d'épaisseur unitaire pour une unité de différence de pression de vapeur de part et d'autre.

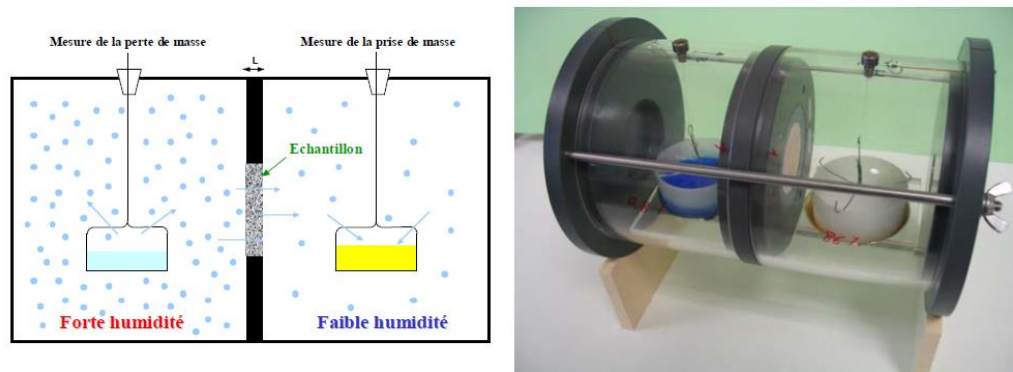


Figure II-10 Schéma explicatif et photographie du dispositif de mesure de la perméabilité à la vapeur [Beck 2006]

Nous avons réalisé l'essai de diffusion de la vapeur d'eau à l'aide des cellules de diffusion (Figure II-10) aux conditions ambiantes ($T \sim 20^\circ \text{C}$ et $H_r \sim 40\text{-}50\%$) (Al-Mukhtar 2002). Chaque cellule contient deux compartiments où règnent deux humidités relatives différentes et maintenues constantes par des solutions salines saturées, séparés par une paroi contenant l'échantillon testé ($\varnothing 50 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$) (Beck 2006). La vapeur d'eau migre alors du compartiment le plus humide vers le compartiment le plus sec en passant par l'échantillon. Le

Chapitre II

suivi de perte de masse et de prise de masse des deux solutions salines saturées permet de déterminer une densité de flux moyen de la vapeur d'eau g comme étant la moyenne des densités du flux de prise d'eau et du flux de perte d'eau [10]. Nous avons calculé ensuite la perméabilité à la vapeur d'eau δ et également le facteur de résistance à la vapeur d'eau μ en appliquant les relations suivantes :

$$g = \frac{1}{2}(q_{prise} + q_{perte}) = \frac{1}{2}\left(\frac{1}{S}\frac{\partial m^+}{\partial t} + \frac{1}{S}\frac{\partial m^-}{\partial t}\right) \quad [10]$$

$$\delta = \frac{d \cdot g}{\Delta P} \quad [11]$$

$$\mu = \frac{\delta_{air}}{\delta} \quad [12]$$

Où

- g est la densité de flux de vapeur d'eau,
- m^+ et m^- sont la prise et la perte de masse des deux solutions salines saturées,
- S et d sont l'aire et l'épaisseur de l'échantillon testé,
- $\delta_{air} = 1,96 \cdot 10^{-10}$ kg/Pa.m.s est la perméabilité de l'air à la vapeur d'eau,
- ΔP est la différence de pression partielle de vapeur d'eau entre les deux faces de l'échantillon. La pression de vapeur est calculée en fonction de la température T et l'humidité relative Φ utilisant la formule donnée par la norme (NF EN ISO 12572 2016):

$$P = \Phi \cdot 610,5 \cdot \text{Exp}\left(\frac{17,269 \cdot T}{237,3 + T}\right) \quad [13]$$

Tableau II-7 densités de flux de diffusion pour les trois faciès suivant différents gradients d'humidité relative

Faciès	Densité de flux (mg/h.cm ²)	Humidités imposées (%)							
		22-33	33-44	44-56	56-66	33-66	66-76	76-86	86-98
Jaunâtre	q prise	0,031	0,031	0,037	0,027	/	0,023	0,035	0,030
	q perte	-0,026	-0,029	-0,038	-0,030	/	-0,028	-0,048	-0,040
Intermédiaire	q prise	/	/	/	/	0,038	0,013	0,021	0,022
	q perte	/	/	/	/	-0,042	-0,037	-0,054	-0,070
Blanchâtre	q prise	/	/	/	/	0,023	0,004	0,001	0,009
	q perte	/	/	/	/	-0,015	-0,007	-0,017	-0,041

/ : Valeurs non déterminées

La Figure II-11 présente des exemples de courbes de prise d'eau et de perte d'eau des solutions salines saturées des cellules, pour les trois faciès sous quelques gradients d'humidité

relative. Les densités de flux de diffusion sont présentées dans le Tableau II-7. La densité du flux de prise d'eau doit normalement correspondre à celle du flux de perte d'eau sauf s'il y avait des fuites dues à des défauts d'étanchéité des cellules. La différence entre les deux densités de flux est plus remarquable pour les faciès intermédiaire et blanchâtre, surtout pour les plus grandes humidités. En fait, dans ces cas spécifiques, les humidités relatives dans les deux compartiments dépassent l'humidité ambiante et les échantillons sont compacts, avec une faible perméabilité, par conséquent les fuites ne sont plus négligeables devant le flux traversant les échantillons.

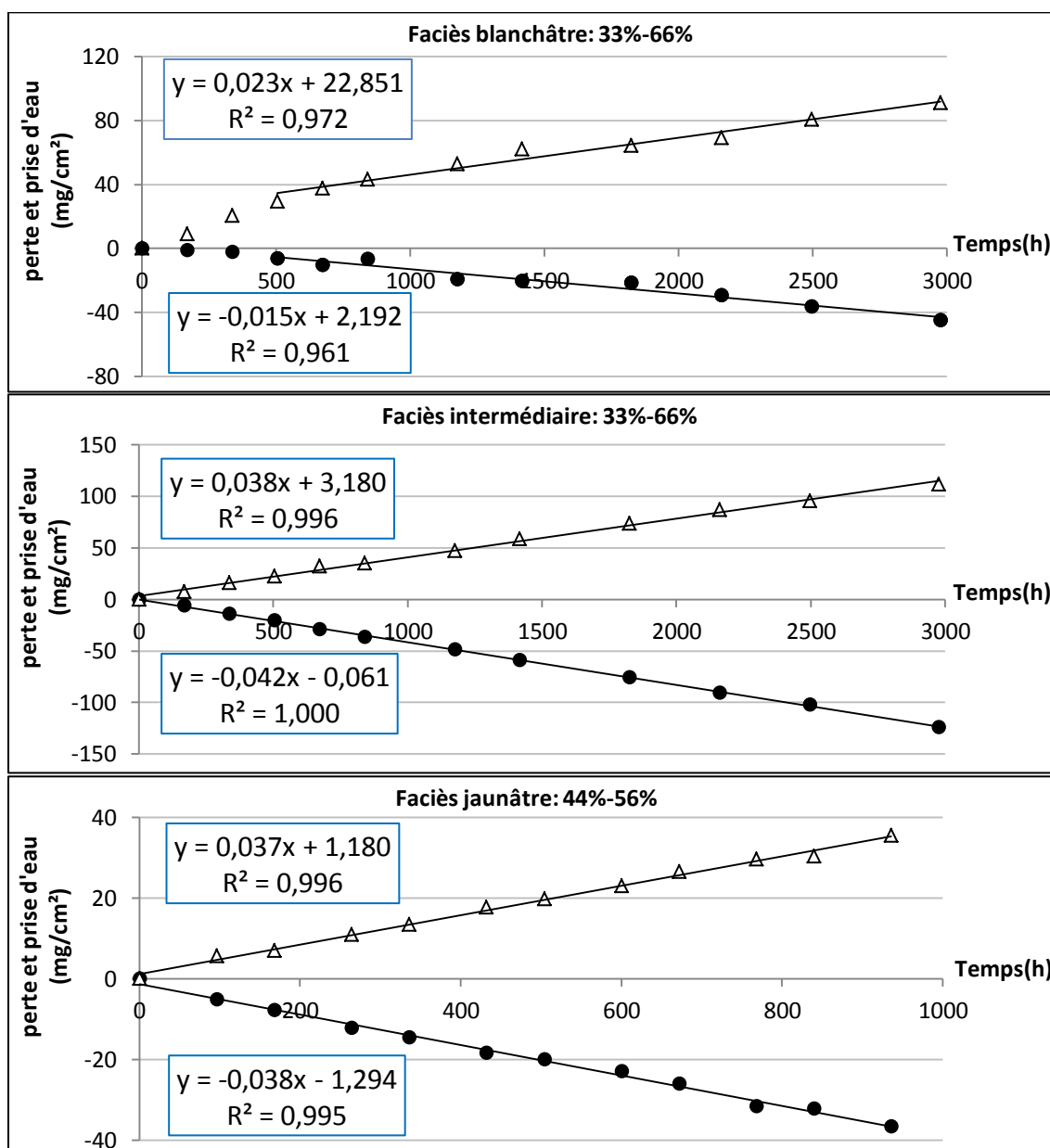


Figure II-11 Exemples de courbes de diffusion de la vapeur d'eau pour les trois faciès

Les résultats de perméabilité δ et de facteur de résistance à la vapeur d'eau μ sont résumés dans le Tableau II-8. Nous observons que le faciès jaunâtre a des valeurs moins divergentes que

les deux autres faciès. D'autre part, la perméabilité à la vapeur d'eau apparaît plus grande pour les humidités importantes. Cela peut être dû à la surestimation de densité de flux à cause des fuites. Pour plus de précision, nous nous focalisons sur les perméabilités calculées à partir des cellules de 33-66% pour les faciès intermédiaire et blanchâtre et la moyenne des perméabilités des cellules 33-44%, 44-55% et 55-66% pour le faciès jaunâtre. La perméabilité à la vapeur d'eau est d'autant plus importante que le faciès est poreux : $\delta = 3,43.10^{-12}$ kg/Pa.m.s pour le faciès jaunâtre, $\delta = 1,42.10^{-12}$ kg/Pa.m.s pour le faciès intermédiaire et $\delta = 0,83.10^{-12}$ kg/Pa.m.s pour le faciès blanchâtre. Ces valeurs correspondent à des facteurs de résistance à la vapeur d'eau $\mu = 57,36$, $\mu = 137,59$ et $\mu = 236,86$ respectivement.

Tableau II-8 Perméabilités à la vapeur d'eau δ (10^{-12} kg/Pa.m.s) et facteurs de résistance à la vapeur d'eau μ des trois faciès selon différents gradients d'humidité relative

Faciès	Grand -eur	humidités imposées (%)							
		22-33	33-44	44-56	56-66	33-66	66-76	76-86	86-98
Jaunâtre	δ	3,07	3,26	3,68	3,34	*3,43	3,02	5,43	3,79
	μ	63,92	60,21	53,27	58,60	*57,36	64,94	36,12	51,72
Intermédiaire	δ	/	/	/	/	1,42	2,94	4,45	4,53
	μ	/	/	/	/	137,59	66,60	44,01	43,24
Blanchâtre	δ	/	/	/	/	0,83	0,64	1,13	2,73
	μ	/	/	/	/	236,86	304,94	173,15	71,91

* moyennes calculées à partir des résultats des cellules 33-44,44-55 et 55-56 %

/ : Valeurs non déterminées

II.1.2.2.5 Rétention d'eau

Les pierres dans la nature sont en contact avec la vapeur d'eau de l'air atmosphérique. Ainsi, les pierres peuvent capter ou perdre de l'eau en fonction de l'humidité relative ambiante. En fait, un échantillon sec placé dans un milieu de Hr élevée, capte la vapeur d'eau et son poids augmente. Par contre, un échantillon saturé placé dans un milieu de Hr faible, sèche et perd du poids. Afin de caractériser cette aptitude de fixation et de perte d'eau, on pourra réaliser l'isotherme d'absorption/désorption de l'eau appelé la courbe de rétention.

L'essai se fait à température contrôlée et consiste à amener des éprouvettes séchées (courbes de sorption) ou saturées (courbe de désorption) à l'équilibre avec une série d'ambiances réglées en humidité relative, croissante pour la courbe de sorption et décroissante pour la courbe de désorption. L'équilibre avec l'ambiance est atteint avec l'obtention d'une masse constante. Ainsi, on obtient les teneurs en eau et les degrés de saturation de la pierre en fonction de l'humidité relative, c'est la courbe de rétention. La technique des solutions salines saturées a été utilisée pour créer des humidités allant de 11 % à 98 %.

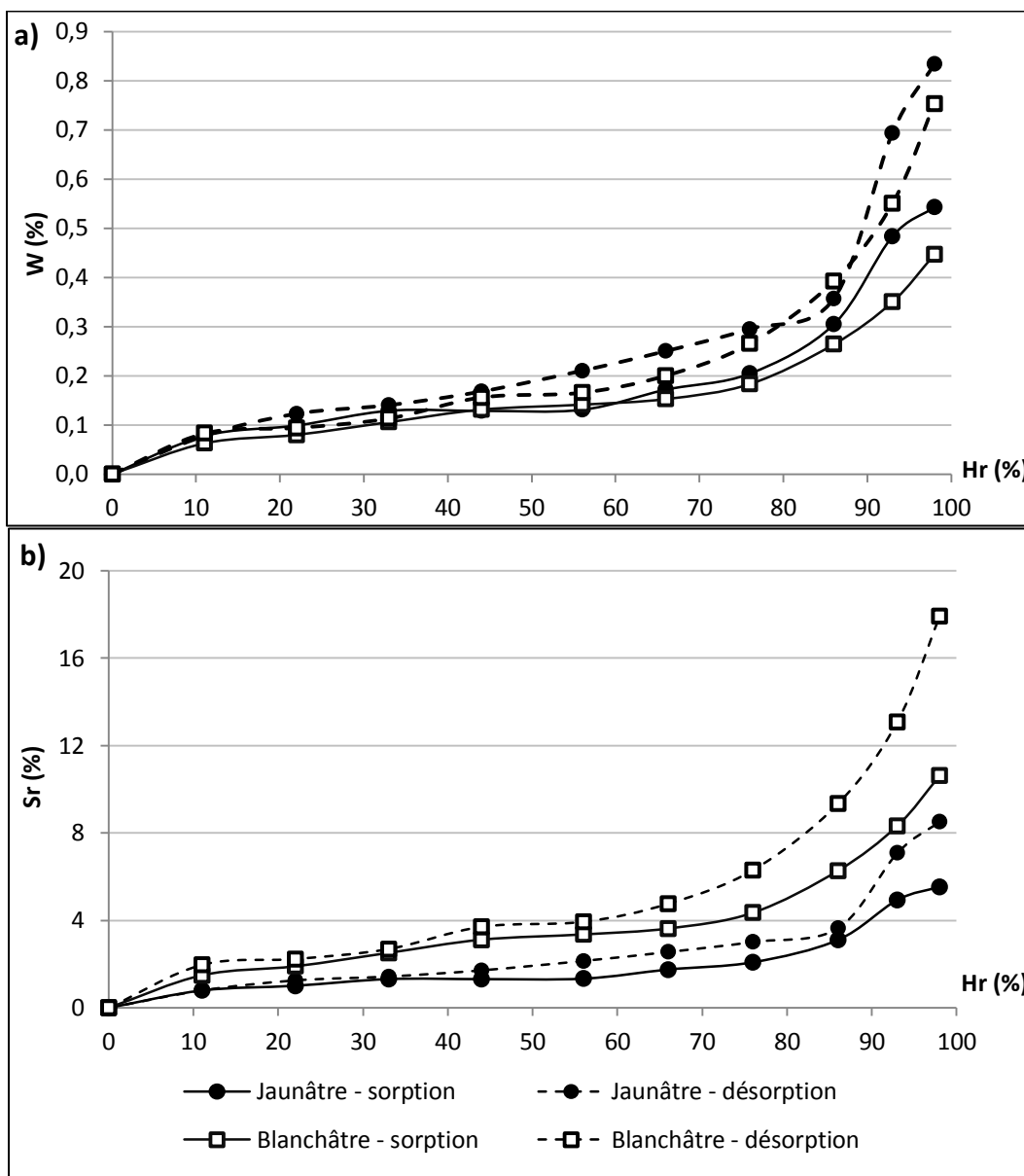


Figure II-12 Courbes de rétention d'eau des deux faciès blanchâtre et jaunâtre :
 a) Evolution de la teneur en eau b) Evolution de degré de saturation

La Figure II-12 présente les courbes de rétentions des deux faciès extrêmes, jaunâtre et blanchâtre, en termes de teneur en eau et de degré de saturation. Les deux faciès montrent une faible capacité à capter de l'eau sous forme de vapeur, attestée par la faible teneur en eau ne dépassant pas 0,6 % même pour les très fortes humidités. Les quantités d'eau captées sont pratiquement les mêmes avec une légère différence pour des humidités relatives importantes pour lesquelles le faciès jaunâtre apparait plus absorbant. En termes de degré de saturation, le faciès blanchâtre atteint un degré de saturation de 10,6 % contrairement au faciès jaunâtre ne dépassant 5,6 %. Cet écart est principalement dû à la différence importante au niveau de la porosité totale des deux faciès. Ces résultats indiquent que seulement une petite proportion de l'espace poreux

pourrait être saturée par l'humidité de l'air ambiant. Par ailleurs, nous observons que le faciès blanchâtre a un hystérésis important par rapport au faciès jaunâtre pour les fortes humidités surtout pour $H_r = 98\%$. Il est généralement attribué au phénomène de bouteille d'encre dû à des gros pores ayant des entrées étroites (Ranaivomanana et al. 2011; Beck 2006). D'après la loi de Young-Laplace, cette humidité permet le remplissage par condensation capillaire des pores de diamètres inférieurs à $0,1\ \mu\text{m}$, qui représentent 19% de la porosité du faciès blanchâtre.

II.1.2.3 Propriétés thermiques

II.1.2.3.1 Conductivité thermique

Si la conductivité thermique est une propriété importante des pierres de construction du point de vue confort thermique de l'habitat, elle garde son importance vis-à-vis de sa durabilité lorsqu'on traite des pierres monumentales exposées fortement au rayonnement solaire. En fait, le gradient thermique entre la surface et le cœur d'une pierre est lié à la conductivité thermique, ainsi la durabilité de la pierre vis-à-vis des contraintes thermiques en dépend (McGreevy et al. 2000; Tang & Hudson 2010).



Figure II-13 Conductimètre du fil à chaud

La méthode du fil chaud a été employée pour la mesure de la conductivité thermique en utilisant un conductimètre de type FP2C (NeoTim) équipé d'une sonde de résistance $10,9\ \Omega$ (Figure II-13). L'essai a été réalisé sur trois échantillons ($5 \times 5 \times 10\ \text{cm}^3$) pour chaque faciès, à l'état sec et à l'état saturé sous vide.

Le Tableau II-9 regroupe les mesures de conductivité thermique pour les trois faciès à l'état sec et l'état saturé sous vide. La conductivité thermique apparait inversement proportionnelle à la porosité des faciès pour des états de saturation identiques. Le faciès jaunâtre le plus poreux a une faible conductivité thermique de $1,261\ \text{W/m.K}$ à l'état sec, contrairement au faciès blanchâtre le moins poreux dont la conductivité atteint $2,350\ \text{W/m.K}$. Sous l'effet de saturation, la conductivité thermique des faciès augmente puisque la conductivité thermique de l'eau ($0,6\ \text{W/m.K}$) est plus

grande que celle de l'air (0,025 W/m.K) (Clauser & Huenges 1995). C'est ainsi qu'à l'état saturé sous vide, la conductivité thermique croît d'environ 13 %, 25 % et 64 % par rapport à l'état sec pour les faciès blanchâtre, intermédiaire et jaunâtre respectivement. Ces résultats indiquent que le remplacement de l'air par de l'eau dans le réseau poreux augmente la conductivité thermique proportionnellement au volume poreux.

Tableau II-9 Conductivité thermique des trois faciès à différents états de saturation

Conductivité thermique (W/m.K)	Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
	3 échantillons	3 échantillons	3 échantillons
Etat sec	2,350 ± 0,098	1,764 ± 0,186	1,261 ± 0,138
Etat saturé	2,648 ± 0,146	2,205 ± 0,213	2,063 ± 0,073

II.1.2.3.2 Dilatation thermique

Comme la majorité des matériaux, les pierres se dilatent sous l'effet d'augmentation de température. La dilatation thermique constitue une propriété intrinsèque régissant le choix des matériaux en génie civil puisqu'elle contrôle leur durabilité et leur compatibilité, en l'occurrence les pierres et les mortiers (Mertz et al. 2012; Benavente & Cultrone 2008; Zeisig & Siegesmund 2002).

Afin de quantifier le degré de l'expansion thermique des trois faciès, nous avons déterminé leurs coefficients linéaires de dilatation thermique. Nous avons réalisé l'essai sur trois petits échantillons cylindriques par faciès (Ø 5 mm × 20 mm), en utilisant un appareil Linseis TMA PT 1000 (Figure II-14). Nous avons séché les échantillons à T = 50 °C pendant 48 h puis nous les avons laissés refroidir à sec. Après, chaque échantillon a été soumis à une augmentation de température de l'état ambiant (T = 20-25 °C) jusqu'à T = 80 °C avec une vitesse de chauffe de 1°C/min. L'évolution de la longueur de l'échantillon est enregistrée à l'aide d'un capteur de déplacement de l'appareil en fonction de sa température. Le coefficient linéaire de dilatation thermique est ensuite calculé pour une variation de température $\Delta T = 80 - 30 = 50$ °C en appliquant la formule suivante:

$$\alpha = \frac{\Delta L}{\Delta T} \times \frac{1}{L_0} \quad [14]$$

Où

- ΔL est la variation de longueur entre 30 °C et 80 °C,
- L_0 est la longueur initiale de l'échantillon en μm , mesurée par un pied à coulisse numérique.

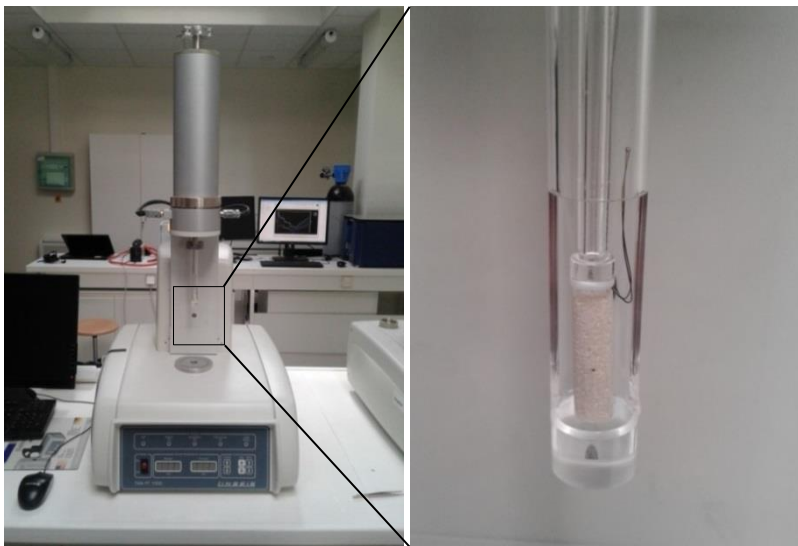


Figure II-14 Appareillage d'analyse thermomécanique

Le Tableau II-10 donne le coefficient linéaire de dilatation thermique des trois faciès. Il varie de $5,77.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pour le faciès blanchâtre à $7,47.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pour le faciès jaunâtre. Ces valeurs sont proches du coefficient des calcaires et des grès qui sont respectivement de l'ordre de $5,5.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et $10.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ respectivement (Weiss et al. 2004). Le coefficient linéaire de dilatation thermique montre la même tendance avec la porosité : plus le faciès est poreux plus son coefficient de dilatation est important. Logiquement dans un échantillon poreux, l'expansion du squelette solide ne se traduit pas en sa totalité par une dilatation macroscopique de l'échantillon, la fraction poreuse peut en effet compenser une partie de cette expansion. Ceci contredit nos résultats. Néanmoins, il est important de préciser que la composition minéralogique influence également la dilatation thermique. En effet, plusieurs recherches ont démontré que les pierres riches en calcite ont des faibles coefficients linéaires de dilatation thermique par rapport aux pierres riches en quartz quelle que soit leur porosité (Ruedrich et al. 2011; Weiss et al. 2004; Benavente & Cultrone 2008). Cela est dû principalement à la grande anisotropie en termes de dilatation thermique de la calcite contrairement au quartz. A cause de l'arrangement aléatoire des orientations cristallographiques des minéraux de calcite dans une pierre, des contractions apparaissent également et réduisent les expansions (Benavente & Cultrone 2008). Ces contractions, dues aux minéraux de calcite voisins, ont plus de chance d'apparaître dans un échantillon moins poreux.

Tableau II-10 Coefficients linéaires de dilatation thermique des trois faciès

	Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
Dilatation thermique ($10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$)	3 échantillons	3 échantillons	3 échantillons
	$5,77 \pm 0,43$	$6,25 \pm 0,53$	$7,47 \pm 1,14$

II.1.3 Propriétés mécaniques

II.1.3.1 Résistance à la compression

La résistance à la compression est une propriété considérée classiquement comme un critère essentiel pour juger la qualité d'un matériau donné. Pour les pierres, elle dépend de la teneur en eau et des propriétés intrinsèques comme la porosité, la minéralogie, l'anisotropie texturale (Çelik et al. 2014; García-del-Cura & Benavente 2012; Přikryl 2001).

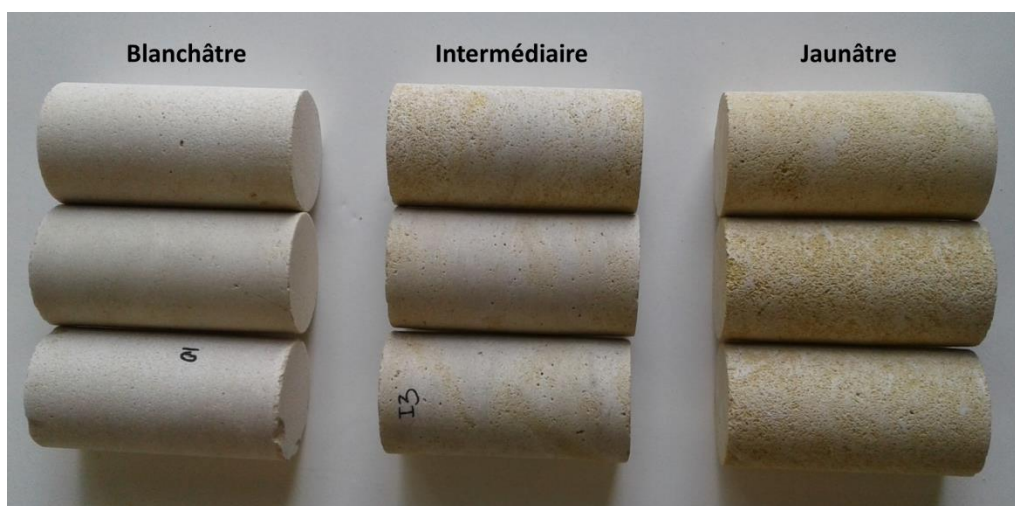


Figure II-15 Exemples d'éprouvettes de calcarénites destinées à l'essai de résistance à la compression

L'essai de résistance à la compression a été réalisé sur 6 éprouvettes cylindriques ($\varnothing 40$ mm $\times$ 80 mm) de chaque faciès: 3 éprouvettes à l'état sec et 3 autres à l'état saturé sous vide (Figure II-15). Nous avons préparé ces éprouvettes en carottant des pierres de calcarénite dans des sens arbitraires. Une presse mécanique IGM, avec un capteur de force de 200 kN, a été utilisée pour appliquer un effort de compression croissant jusqu'à la rupture, en adoptant une vitesse de déplacement de piston de 0,10 mm/min afin que la rupture se produise entre 5 et 30 min (NF P 94-420 2000)(Figure II-16). La résistance à la compression σ_c (MPa) est calculée ensuite en utilisant la formule :

$$\sigma_c = \frac{4F}{\pi D^2} \quad [15]$$

Où

- F est la force appliquée entraînant la rupture de l'échantillon (N),
- D est le diamètre de l'échantillon (mm).

Le Tableau II-11 résume les résultats de résistance à la compression des trois faciès de calcarénite. A l'état sec la résistance à la compression est de l'ordre de 12,63 MPa pour le faciès jaunâtre, d'environ 18,45 MPa pour le faciès intermédiaire et à peu près 47,84 MPa pour le faciès

blanchâtre. La résistance à la compression est ainsi inversement proportionnelle à la porosité. Sous l'effet de saturation, la résistance à la compression de la pierre calcarénite diminue. La résistance à la compression baisse de 35 % pour le faciès jaunâtre, de 33 % pour le faciès intermédiaire et de 12 % pour le faciès blanchâtre. Par conséquent, les valeurs de coefficient de ramollissement hydraulique, défini comme étant le rapport entre la résistance à l'état saturé et la résistance à l'état sec (Félix 1995; Prick 1996; Colas 2011), sont de l'ordre de 65 %, 67 % et 88 % pour les faciès jaunâtre, intermédiaire et blanchâtre respectivement.

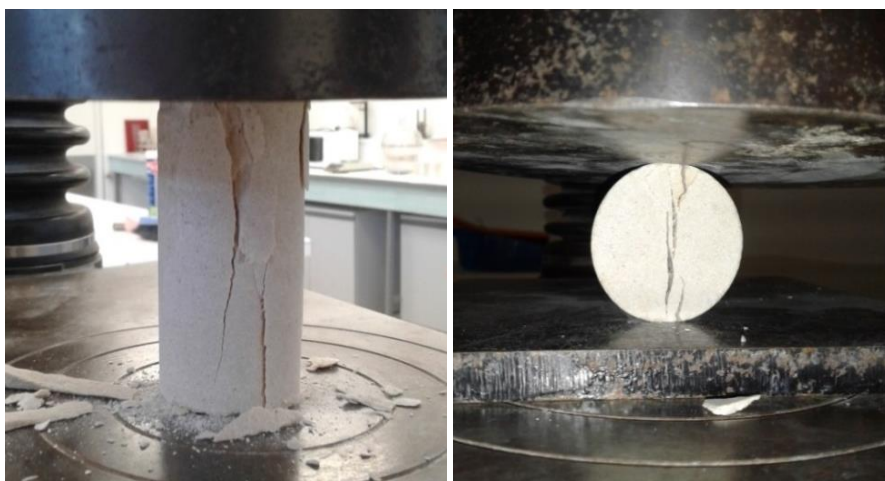


Figure II-16 Rupture du faciès blanchâtre durant les essais de compression et de traction indirecte

Tableau II-11 Résistance à la compression aux états sec et saturé sous vide des trois faciès de calcarénite

Résistance à la compression		Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
		3+3 échantillons	3+3 échantillons	3+3 échantillons
Etat sec	Porosité (%)	6,5 ± 2,7	15,3 ± 0,5	24,6 ± 2,5
	σ_c (MPa)	47,84 ± 6,58	18,45 ± 1,01	12,63 ± 0,61
Etat saturé	Porosité (%)	8,3 ± 0,9	16,5 ± 0,7	22,3 ± 1,1
	σ_c (MPa)	41,97 ± 7,41	12,41 ± 0,85	8,22 ± 1,16

II.1.3.2 Résistance à la traction indirecte

La résistance à la traction de la pierre calcarénite a été évaluée par l'essai brésilien qui est un essai de traction indirecte par fendage. Cet essai donne une résistance de l'ordre d'un et demi de celle déterminée par l'essai de traction directe pour les pierres sédimentaires (Perras & Diederichs 2014). L'essai consiste à charger progressivement une éprouvette cylindrique horizontale selon deux génératrices diamétralement opposées, jusqu'à sa rupture. Il a été réalisé sur 6 éprouvettes cylindriques ($\varnothing$ 40 mm × 40 mm) de chaque faciès : 3 éprouvettes à l'état sec et 3 autres à l'état saturé sous vide. La même presse mécanique IGM a été utilisée avec une vitesse

de déplacement de piston de 0,10 mm/min (NF P 94-422 2001). La résistance à la traction indirecte σ_t (MPa) est calculée en appliquant la formule suivante :

$$\sigma_t = \frac{2F}{\pi DL} \quad [16]$$

Où

- F est la force appliquée entraînant la rupture de l'échantillon (N),
- D est le diamètre de l'échantillon (mm),
- L est la longueur (hauteur) de l'échantillon (mm).

Le Tableau II-12 présente les résultats de l'essai brésilien réalisé sur des échantillons des trois faciès de calcarénite. La résistance à la traction à l'état sec avoisine 1,62 MPa, 4,44 MPa et 5,32 MPa pour les faciès jaunâtre, intermédiaire et blanchâtre respectivement. L'effet de la saturation sur la résistance à la traction est similaire à la résistance à la compression. Elle entraîne une réduction de la résistance à la traction indirecte allant de 30 % pour le faciès blanchâtre à 59 % pour le faciès jaunâtre. Le coefficient de ramollissement relatif à la résistance à la traction varie par conséquent de 41 % pour le faciès jaunâtre à 70 % pour le faciès blanchâtre. Par ailleurs, les valeurs du rapport de la résistance à la traction indirecte et la résistance à la compression varient de 8 % à 24 %, comprises entre 1/32 et 1/4 comme la majorité des pierres (Perras & Diederichs 2014).

Tableau II-12 Résistance à la traction indirecte aux états sec et saturé sous vide des trois faciès de calcarénite

Résistance à la traction indirecte		Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
		3+3 échantillons	3+3 échantillons	3+3 échantillons
Etat sec	Porosité (%)	6,3 ± 1,4	13,6 ± 0,6	23,3 ± 1,0
	σ_t (MPa)	5,32 ± 0,77	4,44 ± 0,16	1,62 ± 0,66
Etat saturé	Porosité (%)	7,9 ± 1,0	13,3 ± 0,7	23,6 ± 0,5
	σ_t (MPa)	3,71 ± 0,24	2,90 ± 0,28	0,67 ± 0,20

II.1.3.3 Module de Young et coefficient de Poisson

Le module de Young et le coefficient de Poisson sont deux propriétés mécaniques importantes déterminant les propriétés élastiques et donc la déformabilité d'une pierre sous l'effet d'un chargement donné (mécanique, thermique, hygrique) (Al-Shayea 2004; Gercek 2007; Al-Omari et al. 2014a).

Nous avons déterminé les deux propriétés élastiques quasi-statiques à l'aide des jauges rosettes triaxiales de type KYOWA KFG-5-120-D17. Une éprouvette (Ø 40 mm × 80 mm) de chaque faciès a été testée en collant à sa mi-hauteur une jauge connectée à une carte d'acquisition

de marque National Instruments, exploitée par le logiciel LabVIEW (Figure II-17). Chaque éprouvette a été soumise à 3 chargements allant d'environ 10 % à 40 % de la résistance à la compression du faciès auquel il appartient. L'essai a été répété trois fois pour vérifier la répétabilité des résultats. Les déformations enregistrées selon les trois directions longitudinale, transversale et horizontale ont été traitées pour déterminer les déformations principales afin de prendre en considération toute erreur d'orientation lors du collage des jauges. Ces déformations principales ont été utilisées ensuite pour calculer le module de Young et le coefficient de Poisson, en supposant que les trois pierres sont homogènes et isotropes, par l'application des formules :

$$E = \frac{\sigma_1}{\varepsilon_1} \quad [17]$$

$$\nu = - \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1} \quad [18]$$

Où

- σ_1 est la contrainte principale de compression (verticale),
- ε_1 est la déformation principale de compression (verticale),
- ε_2 est la déformation principale de traction (horizontale).

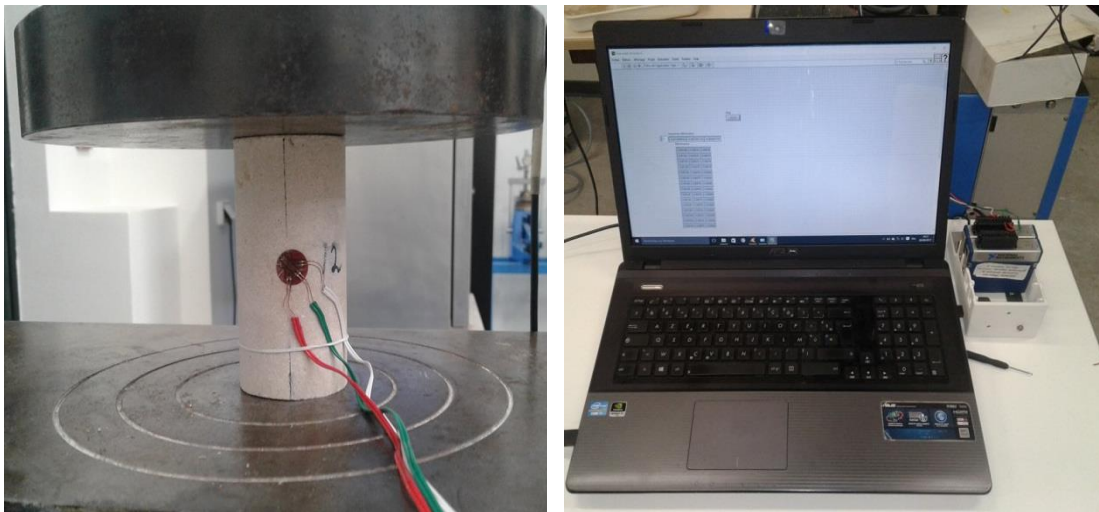


Figure II-17 Dispositif expérimental utilisé pour la détermination des propriétés élastiques de la calcarénite : jauge de déformation, presse, carte et logiciel d'acquisition

Le Tableau II-13 regroupe les valeurs obtenues du module de Young et du coefficient de Poisson des trois faciès de calcarénite. Le module de Young varie de 33,9 GPa pour le faciès jaunâtre à 83,3 GPa pour le faciès blanchâtre, avec une valeur faiblement supérieure pour le faciès intermédiaire par rapport à celle du faciès jaunâtre. Par ailleurs, le coefficient de Poisson est minimal pour le faciès intermédiaire avec une valeur de 0,17. Il est de 0,20 et 0,29 pour les faciès jaunâtre et blanchâtre respectivement. Les valeurs du module de Young et du coefficient de

Poisson appartiennent aux intervalles donnés par (Schön 2011) pour les pierres calcaires et les grès, respectivement: [8- 90 GPa] et [2-40 GPa] pour le module de Young, [0,12 - 0,33] et [0,06- 0,46] pour le coefficient de Poisson. Le module de Young montre la même tendance que la résistance à la compression des trois faciès. Le traitement des résultats de plusieurs études confirme cette constatation pour différents types de pierres avec des corrélations linéaires assez bonnes ($R^2 > 0,72$) (Khandelwal 2013; Brotons et al. 2016; Vasconcelos et al. 2009). Par ailleurs, le module de Young et le coefficient de Poisson apparaissent non corrélés. D'ailleurs d'après les résultats de plusieurs études (Khandelwal 2013; Vasconcelos et al. 2009; Palchik & Hatzor 2002; Al-Shayea 2004; Christaras et al. 1994), le coefficient de détermination de la meilleure corrélation entre ces deux grandeurs ne dépasse pas $R^2 = 0,51$. Dans ce sens, il a été cité que la porosité pourrait influencer le coefficient de Poisson mais cette influence n'est pas établie à cause des effets de l'orientation, de la distribution et la connectivité des pores (Gercek 2007). Les résultats d'une étude réalisée sur 25 échantillons de calcaires et de dolomites confirment qu'elle n'y a aucune corrélation entre la porosité et le coefficient de Poisson ($R^2 = 0,02$) (Palchik & Hatzor 2002).

Tableau II-13 Module de Young et coefficient de Poisson des trois faciès de calcarénite

Propriétés élastiques	Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
E (GPa)	83,3 ± 9,1	35,0 ± 3,89	33,9 ± 3,5
ν	0,29 ± 0,01	0,17 ± 0,01	0,20 ± 0,03

II.2 Durabilité de calcarénite

II.2.1 Introduction

La durabilité d'une pierre de construction peut être définie comme étant sa capacité de maintenir ses caractéristiques essentielles d'origine et de résister à la dégradation d'une manière spécifique selon le but et l'environnement d'utilisation (Benavente et al. 2004). Elle prédit son comportement sous l'effet des facteurs de dégradation. Elle a été évoquée comme étant l'ensemble des résistances d'un matériau à la dégradation sous l'effet d'un ensemble de forces liées à l'environnement (Viles 2013). Pour la mesurer, on contrôle les conditions environnementales et on surveille la dégradation causée. L'ensemble des forces englobe les facteurs de dégradation comme les cycles du gel-dégel, de l'imbibition-séchages, la cristallisation des sels, les acides. L'ensemble des résistances inclut les résistances mécaniques, la dureté, la structure poreuse, la minéralogie.

La durabilité d'une pierre dépend de plusieurs paramètres qui contrôlent les mécanismes d'altération et de dégradation. Certains sont liés à l'environnement où se trouve la pierre, ce sont des facteurs externes d'altération. Il s'agit des conditions d'exposition et d'alimentation : la dégradation d'une pierre dépend de son orientation et sa position sur l'édifice et nécessite la présence d'éléments externes acheminés (sels, acides, poussières,...). D'autres dépendent des

propriétés intrinsèques de la pierre, ce sont des facteurs internes d'altération. Quatre principaux types de propriétés intrinsèques, interviennent dans le développement des altérations (Dessandier et al. 2000): le comportement des minéraux en présence d'eau, les propriétés de stockage des fluides, les propriétés de transfert des fluides et la résistance mécanique.

Afin d'évaluer et de prédire la durabilité, il est possible d'adopter plusieurs approches, chacune a ses défauts et ses avantages. Premièrement, certaines études se sont basées sur la performance des pierres dans le passé comme un guide pour la durabilité dans le futur (Mottershead 2000). D'autres recourent à des essais d'expositions in situ, ils représentent la réponse réelle des matériaux, mais ils nécessitent des durées d'exposition importantes (Fitzner 2002). Deux autres approches consistent en la réalisation d'essais de vieillissement artificiel et l'utilisation des indices de durabilité.

Dans ce qui suit, nous comparerons la durabilité des trois faciès de calcarénite moyennant des indices de durabilité et deux essais de vieillissement artificiel : le choc thermique et la cristallisation de sulfates de sodium.

II.2.2 Indices de durabilité

Grâce aux indices de durabilité, proposés par différents auteurs, celle-ci peut être évaluée en quelques heures au lieu des semaines (Benavente et al. 2004). En effet, la majorité de ces indices sont basés sur des propriétés hydriques et mécaniques et sont validés via des essais de vieillissement par cristallisation des sels. Le Tableau II-14 ci-dessous regroupe les principaux indices de durabilité cités dans la littérature et que nous avons appliqués aux trois faciès de calcarénite pour comparer leur durabilité. Les faciès sont classés de plus durable au moins durable. Selon la majorité des indices, le faciès blanchâtre est le plus durable, suivi du faciès intermédiaire puis le faciès jaunâtre. Ceci est principalement dû à la grande résistance mécanique et la faible porosité du faciès blanchâtre contrairement au faciès jaunâtre. Cependant, l'indice de susceptibilité aux sels (Yu & Oguchi 2010), qui est d'ailleurs le plus récent, attribue aux faciès un classement inverse : le faciès jaunâtre est le plus durable et le faciès blanchâtre est le moins durable. En effet, cet indice est basé sur le fait que les pierres contenant une grande fraction de micropores sont plus vulnérables dues aux grandes pressions de cristallisation (Steiger 2005). Néanmoins, moins la pierre est poreuse, plus sa résistance mécanique est grande et par conséquent elle résisterait mieux à des pressions de cristallisation. Par ailleurs, les indices de durabilité peuvent induire des erreurs de prédiction de la durabilité de la pierre (Topal & Sözmen 2003; Cultrone et al. 2008). En effet, ces indices ne prennent pas en compte d'autres mécanismes importants de dégradation tels que les effets thermiques. D'après les résultats de dilatation thermique et de conductivité thermique, nous prévoyons que le faciès blanchâtre est le plus durable vis-à-vis la dégradation thermique, suivi du faciès intermédiaire et ensuite du faciès jaunâtre. Néanmoins, l'hétérogénéité du faciès intermédiaire pourrait créer des dilatations thermiques différentielles entre ses parties blanchâtres et jaunâtres, entraînant des contraintes thermiques.

Tableau II-14 Comparaison de la durabilité des trois faciès en utilisant les principaux indices de durabilité : (1) le plus durable, (3) le moins durable

Indices de durabilité	B	I	J
Indice de durabilité (Winkler 1986): $DI (\%) = 100 \times \frac{\text{Résistance à la compression à l'état humide}}{\text{Résistance à la compression l'état sec}}$	88 (1)	67 (2)	65 (3)
Facteur de durabilité (Richardson 1991): $D = S^2 \cdot P$ S : degré de saturation S_{48h} , P : porosité totale.	6 (1)	8 (2)	13 (3)
Indice de susceptibilité à l'altération (Matsukura 1996): $WSI = \frac{P}{\sigma_t}$ P : porosité totale, σ_t : résistance à la traction à l'état sec.	1,85 (1)	3,81 (2)	13,58 (3)
Estimateur de durabilité des pierres calcaires (Moh'd & Howarth 1996): $LDI = (P^S)^{0.5}$ P : porosité totale, S : coefficient de saturation S_{48h} .	2,42 (1)	2,70 (2)	3,25 (3)
Estimateur de durabilité dimensionnelle (Ordóñez & Fort 1997): $DDE = \sum \frac{V(r_i)}{r_i} \cdot Po$ r_i et $V(r_i)$: rayon du pore et volume de mercure introduit, Po : porosité ouverte au mercure.	0,08 (1)	0,18 (3)	0,13 (2)
Estimateur de durabilité pétrophysique (Benavente et al. 2004): $PDEc = \frac{10 \cdot DDE}{\sigma_c}$ DDE : estimateur de (Ordóñez & Fort 1997), σ_c : résistance à la compression à l'état sec.	0,017 (1)	0,098 (2)	0,103 (3)
Indice de durabilité et de compatibilité (Dessandier et al. 2000): $IDC = N1+N2+N3$ N1,N2 et N3 sont des points équivalents de durabilité dépendant de la résistance R_c , de degré de saturation S_{48h} et du coefficient de capillarité respectivement (Cf Annexe 1).	959 (1)	359 (2)	259 (3)
Indice de susceptibilité aux sels (Yu & Oguchi 2010): $SSI = (I_{pc} + I_{pm0.1}) \cdot (P_{m5}/P_c)$ $I_{pm0.1}$, indice des micropores de rayon $<0.1 \mu m$, P_{m5} microporosité, des pores de rayon $<5 \mu m$, P_c , I_{pc} : porosité connectée et son indice. (Cf Annexe 1)	7,24 (3)	5,62 (2)	5,00 (1)

II.2.3 Essais de vieillissement artificiel

II.2.3.1 Protocoles

Nous avons réalisé deux essais de vieillissement artificiel : un essai de choc thermique et un essai de résistance à la cristallisation de sels par le sulfate de sodium (Figure II-18).

L'essai de vieillissement par choc thermique consiste à faire subir des éprouvettes des cycles successifs de séchage en montée en température et d'immersion immédiate dans l'eau. Chaque cycle est constitué d'un séchage à l'étuve durant 18 h à une température de 105 °C suivi immédiatement d'une immersion dans l'eau à $T \sim 20$ °C pendant 6 h (NF EN 14066 2003). Nous avons réalisé 70 cycles sur 3 échantillons par faciès, de dimensions $10 \times 5 \times 5$ cm³. Après le séchage, les échantillons sont pesés un à un puis remis à l'étuve pendant 5 min pour compenser le faible refroidissement lors de pesage. Ils sont ensuite mis dans un tamis métallique puis immergés simultanément dans l'eau.



Figure II-18 Essais de vieillissement artificiel: a) Choc thermique (b) Cristallisation de Na_2SO_4

L'état de dégradation des échantillons a été suivi, en plus des pesées, en mesurant la vitesse ultrasonore avant le lancement de l'essai et après chaque 10-15 cycles à l'état totalement sec et à une température $T = 20$ °C. La mesure consiste à déterminer le temps nécessaire pour qu'une onde ultrasonore parcourt un échantillon de longueur connue. Un appareil à ultrasons Pundit avec deux transducteurs piézo-électriques de fréquence 83 kHz a été utilisé (Figure II-19). L'un des transducteurs sert d'émetteur des ondes P et l'autre de récepteur.

L'essai de résistance à la cristallisation de sulfate de sodium a été réalisé suivant les prescriptions de la norme (NF EN 12370 1999). Chaque cycle consiste à immerger les éprouvettes dans une solution à 14 % de sulfate de sodium décahydraté pendant 2h puis les sécher dans l'étuve à une température de 105 °C pendant 20 h. Elles sont ensuite retirées, pesées et laissées refroidir pendant 2 h avant de commencer le cycle suivant. Six éprouvettes cubiques de 4 cm d'arête ont été testées pour chaque faciès. Après chaque cycle, nous avons suivi l'évolution de la masse après immersion et après séchage, ainsi que l'état visuel des éprouvettes.



Figure II-19 Appareil à ultrasons Pundit

II.2.3.2 Résultats

Les Figure II-20 présente l'évolution de la masse sèche des échantillons des trois faciès en fonction du nombre de cycles de choc thermique subis. Les trois faciès montrent une perte initiale d'environ 0,13 % après le premier cycle, vraisemblablement liée à une mauvaise cohésion des grains au niveau des arêtes fragilisées par le découpage. Ensuite, la perte n'évolue plus pour les faciès blanchâtre et intermédiaire mais elle atteint 0,30 % après 70^{ème} cycle pour le faciès jaunâtre. Ces pertes de masses sont très faibles. Des résultats similaires ont été obtenus par (Demirdag 2013) : 0,28 % de perte après 50 cycles thermiques sur un travertin de 7 % de porosité.

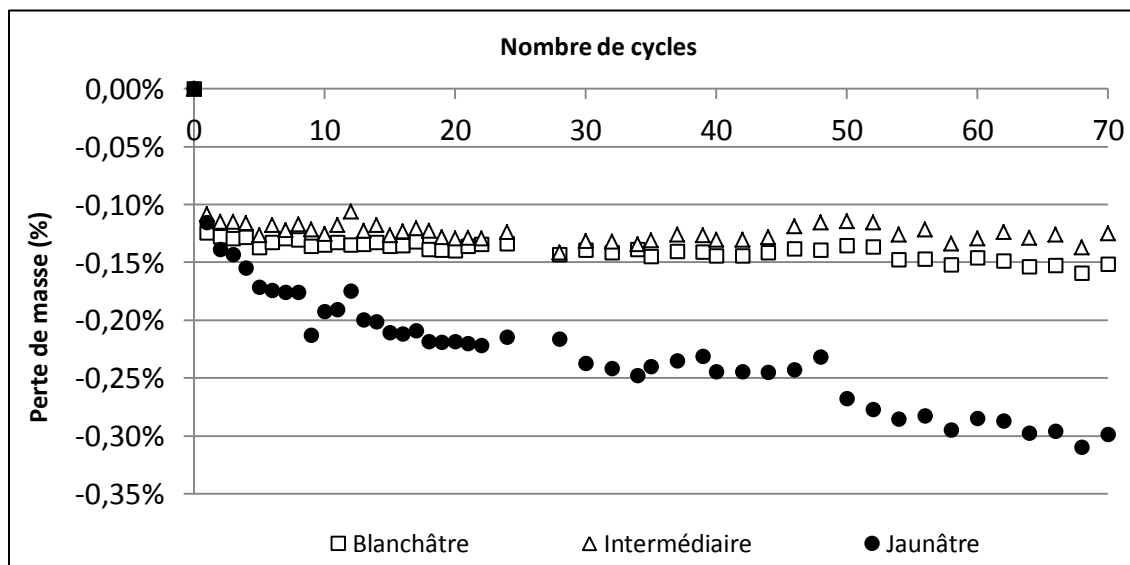


Figure II-20 Variation de la masse sèche des trois faciès en fonction du nombre de cycles thermiques

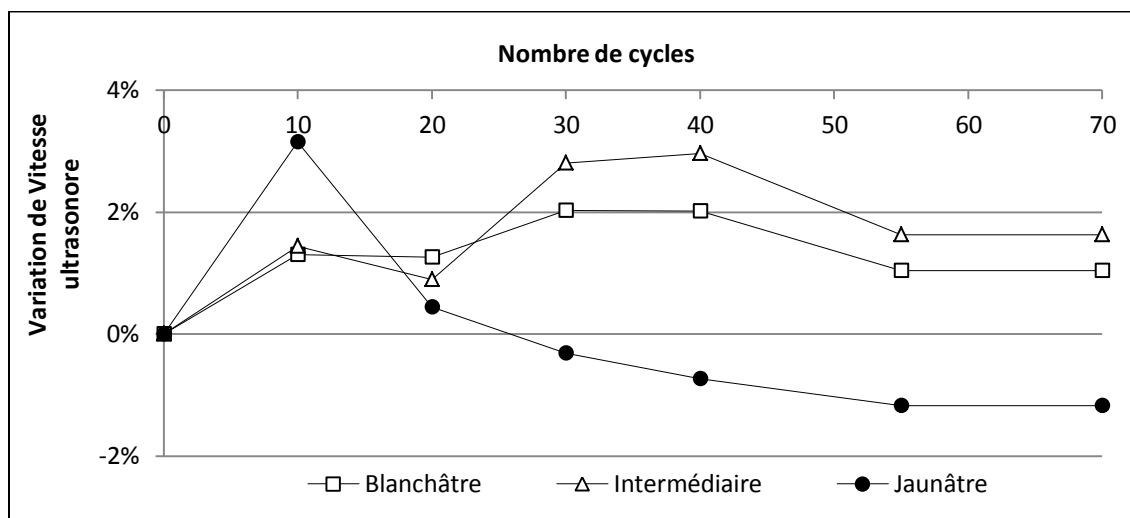


Figure II-21 Variation de la vitesse ultrasonore en fonction du nombre de cycles thermiques

Concernant l'évolution de la vitesse ultrasonore, elle a légèrement augmenté pour les faciès blanchâtre et intermédiaire sans dépasser 4 % et a diminué pour le faciès jaunâtre de 1,2 % (Figure II-21). Ces variations sont faibles et demeurent globalement dans le domaine des incertitudes des mesures effectuées. Elles pourraient être justifiées par un problème de contact entre les échantillons et les transducteurs puisque nous n'avons pas utilisé de couplant pour ne pas boucher des pores. Par ailleurs, aucune fissuration n'a pas été détectée visuellement.

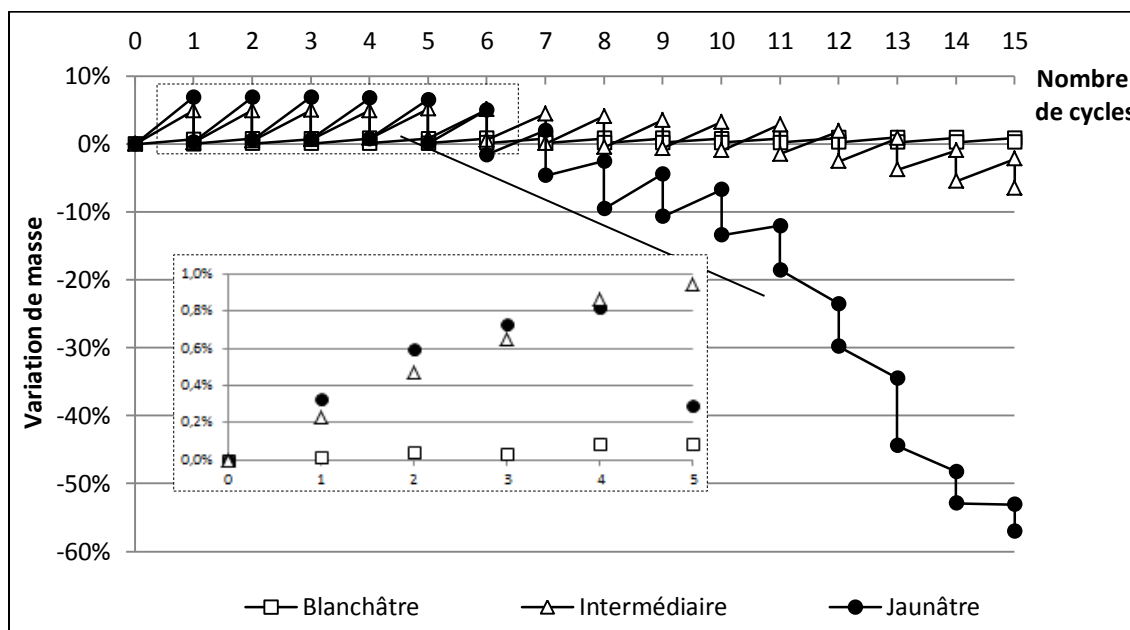


Figure II-22 Variations moyennes de masse des échantillons des trois faciès durant l'essai de cristallisation de sulfate de sodium

Les variations moyennes de masse des échantillons des trois faciès au cours des cycles de l'essai de cristallisation de sulfate de sodium sont présentées sur la Figure II-22. Durant les quatre

premiers cycles de l'essai, la masse sèche des échantillons augmente progressivement et proportionnellement à la porosité des faciès. Cette augmentation est due à la précipitation du sel dans les pores des échantillons. La masse sèche commence à diminuer après le quatrième cycle pour le faciès jaunâtre et le cinquième pour le faciès intermédiaire, contrairement au faciès blanchâtre dont la masse augmente faiblement mais continuellement jusqu'à la fin de l'essai au 15^{ème} cycle. A partir du sixième et neuvième cycles, les masses sèches des faciès jaunâtre et intermédiaire respectivement deviennent inférieures à leurs valeurs initiales, témoignant d'une altération par perte de matière. La dégradation du faciès jaunâtre se remarque fortement dès le onzième cycle. A partir de ce dernier, l'augmentation de la masse suite à la saturation par l'immersion, qui est de l'ordre de 7 % aux premiers cycles, n'arrive pas à compenser la perte de la matière résultant de la dégradation. A la fin de l'essai la perte de masse a atteint 57 %, 7 % et 0% pour les faciès jaunâtre, intermédiaire et blanchâtre, respectivement. Le faciès blanchâtre semble totalement inaltéré par cet essai de vieillissement artificiel par le sulfate de sodium.

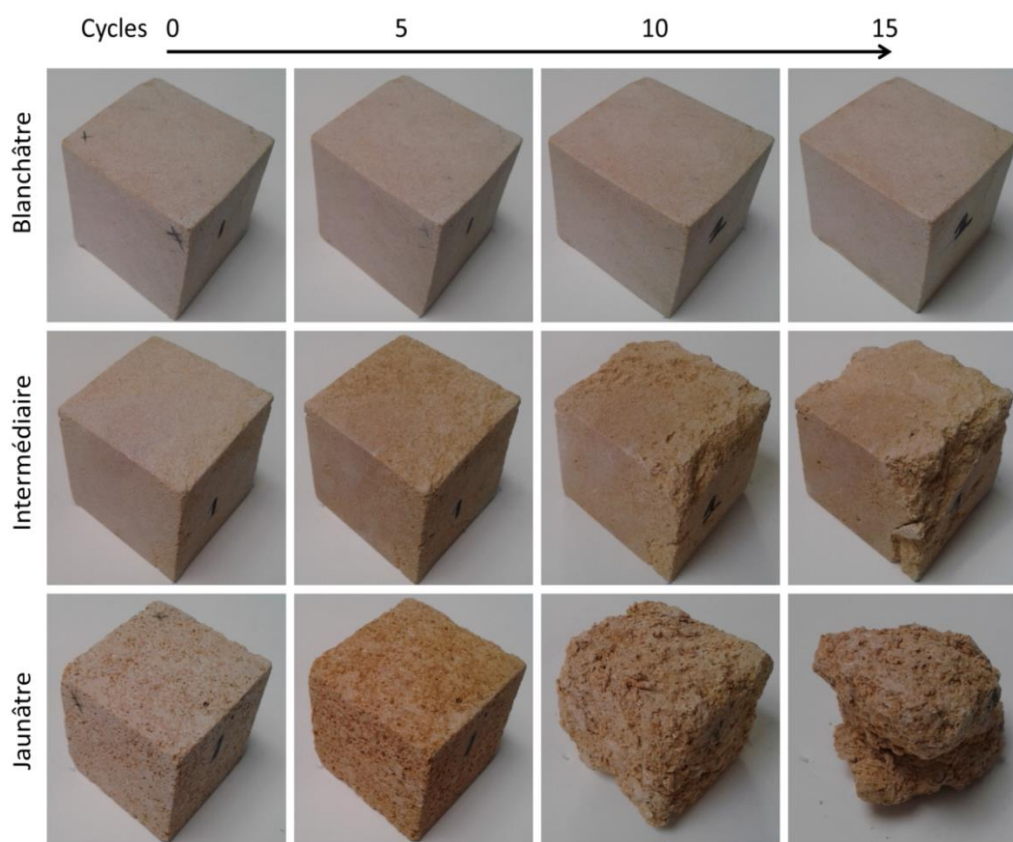


Figure II-23 Illustration des dégradations des cubes $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$ résultant de l'essai de cristallisation de Na_2SO_4

Visuellement, la dégradation du faciès jaunâtre consiste en une désagrégation sableuse alors que celle du faciès intermédiaire se présente sous forme d'alvéolisation à cause de son hétérogénéité avec des parties plutôt jaunâtre altérées et des parties plutôt blanchâtre inaltérées

(Figure II-23). Ces formes correspondent en effet aux types principaux de dégradations de cette pierre observés sur site (Cf III).

II.3 Essais non destructifs et corrélations avec les propriétés de la calcarénite

Les essais non destructifs sont utilisés en génie civil principalement pour la vérification de la qualité des matériaux (le béton par exemple) et pour le diagnostic des ouvrages nécessitant un entretien. Cette catégorie d'essais est largement appréciée dans le domaine de la conservation du patrimoine bâti, où il faut respecter la valeur culturelle des édifices. En effet, ces essais permettent d'éviter ou au moins de réduire les prélèvements d'échantillons. L'application des essais non destructifs peut être effectuée pour différents objectifs allant de la caractérisation des pierres saines à l'étude de leur altération et le contrôle de leur conservation. A titre d'exemples, plusieurs corrélations expérimentales ont été établies pour estimer les propriétés mécaniques et physiques à partir de la vitesse ultrasonore longitudinale et la dureté par le marteau Schmidt (Karakul & Ulusay 2013; Khandelwal 2013; Jamshidi et al. 2016). Par ailleurs, Fort (2013) a utilisé la vitesse ultrasonore et le scléromètre de Schmidt pour évaluer l'altération des granites (Fort et al. 2013). Des mesures de dureté ont été effectuées pour estimer les taux de dégradation des pierres tombales (Wilhelm et al. 2016) et pour évaluer la résistance des patines des grès (Aoki & Matsukura 2007). Différents dispositifs mesurant l'absorption d'eau ont été utilisés pour évaluer l'état de conservation des pierres (Vandevoorde & Kock 2016). De plus, la vitesse ultrasonore est largement utilisée pour le suivi de l'évolution de l'état des pierres lors des essais de vieillissement artificiel (Martínez-Martínez & Benavente 2013; Ruedrich et al. 2011). En outre, l'évaluation de l'efficacité des traitements de conservation et le choix des pierres de remplacement compatibles ont été basés sur des mesures non destructives, en l'occurrence la colorimétrie (Concha-Lozano et al. 2013) et l'absorption d'eau à l'aide d'une pipette horizontale (Juhász & Kopecskó 2014).

Dans cette partie, nous investiguons la possibilité d'utilisation de certains essais non destructifs pour distinguer les différents faciès de la calcarénite en déterminant leurs propriétés. Cette distinction permettrait de sélectionner les pierres appropriées au niveau de la carrière d'origine pour les interventions de restauration au site Volubilis (Aalil, Beck, et al. 2016b).

II.3.1 Vitesse ultrasonore

Il s'agit d'un essai non destructif très utilisé pour la caractérisation des pierres. Nous avons réalisé l'essai à l'aide de l'appareil Pundit (Figure II-19), sur des échantillons cubiques d'arrête 5 cm après les avoir conditionnés aux états sec, totalement saturé et ambiant du laboratoire ($T \sim 20^\circ\text{C}$ et $H_r \sim 50-60\%$). Ce dernier état correspond à des faibles degrés de saturation ne dépassant pas 4 %. La vitesse des ondes P a été déterminée pour les trois directions de chaque cube, ensuite leur moyenne et leur indice d'anisotropie ont été calculés.

D'après le Tableau II-15, la vitesse ultrasonore de la calcarénite montre un vaste domaine de variation pour les trois états, surtout le cas saturé pour lequel elle varie d'environ 37 %. Elle

est en concordance avec l'inverse de la porosité des faciès (Kahraman & Yeken 2008). De plus, la pierre calcarénite présente un indice d'anisotropie de l'ordre de 15 % à l'état sec. Cet indice diminue avec la saturation (Beck 2006), pour atteindre à peu près 8 % à l'état saturé.

Tableau II-15 Résultats de l'essai de vitesse ultrasonore P sur les trois faciès de calcarénite

Vitesse ultrasonore (m/s)		Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
Nombre d'échantillons		10	8	8
Etat sec	Moy $\pm$ E.type	3658 $\pm$ 286	3101 $\pm$ 237	2718 $\pm$ 181
	An (%)	16	16	12
Etat ambiant	Moy $\pm$ E.type	3515 $\pm$ 293	3030 $\pm$ 346	2697 $\pm$ 132
	An (%)	15	15	8
Etat saturé	Moy $\pm$ E.type	5022 $\pm$ 236	3856 $\pm$ 396	3185 $\pm$ 229
	An (%)	5	8	9

Par ailleurs, la vitesse ultrasonore diminue en passant de l'état sec à l'état ambiant puis augmente à l'état saturé. Plusieurs travaux ont montré que la vitesse ultrasonore décroît avec la saturation jusqu'à un degré de saturation limite au-delà duquel elle commence à augmenter (Kahraman et al. 2017; Rahmouni et al. 2017; Beck 2006). Le taux de variation de la vitesse ultrasonore d'un état à l'autre est inversement proportionnel à la porosité du faciès. En passant de l'état sec à l'état ambiant, elle a diminué de 4%, 2% et 1 %, pour les faciès blanchâtre, intermédiaire et jaunâtre respectivement. Elle a augmenté ensuite à l'état saturé d'environ 27 %, 20 % et 15 % par rapport à l'état sec. La diminution de la vitesse ultrasonore pour les faibles degrés de saturation a été expliquée par l'augmentation du nombre des interfaces air-eau gênant la propagation des ondes ultrasonores (Beck 2006). En effet, théoriquement parlant, ce nombre est nul à l'état sec et à l'état totalement saturé car les deux phases n'existent pas simultanément. Etant donné qu'il augmente avec le degré de saturation, il passe forcément par un maximum correspondant à un degré de saturation limite avant décroître. La vitesse à l'état totalement saturé est généralement plus grande que la vitesse à l'état sec puisque les ondes ultrasonores se propagent plus rapidement dans l'eau (1450 m/s) que dans l'air (335 m/s) (Barton 2007), à l'exception de certaines pierres ayant une grande teneur en argile pour lesquelles l'eau affecte le squelette solide (Karakul & Ulusay 2013).

La Figure II-24 présente les vitesses ultrasonores en fonction de la porosité des échantillons de la calcarénite pour les états de saturation extrêmes. La vitesse ultrasonore de la calcarénite varie de 2497 m/s à 4029 m/s à l'état sec et de 2860 m/s à 5397 m/s à l'état saturé. La porosité et la vitesse ultrasonore montrent une corrélation linéaire plus significative à l'état saturé qu'à l'état sec. Cependant, l'état ambiant est le plus proche des conditions de température et d'humidité in situ (site et carrière). Pour cet état de saturation, la pierre calcarénite montre une grande dispersion de vitesse ultrasonore, allant de 2460 m/s à 3911 m/s, qui plus marquée pour le faciès

intermédiaire (Figure II-25). La corrélation entre les deux grandeurs n'est pas assez bonne ($R^2 = 68 \%$). Cependant, la vitesse ultrasonore pourrait être utilisée in situ pour distinguer les échantillons ayant une porosité inférieure à 15 % des autres, en adoptant une vitesse d'environ 3100 m/s comme valeur limite des deux catégories.

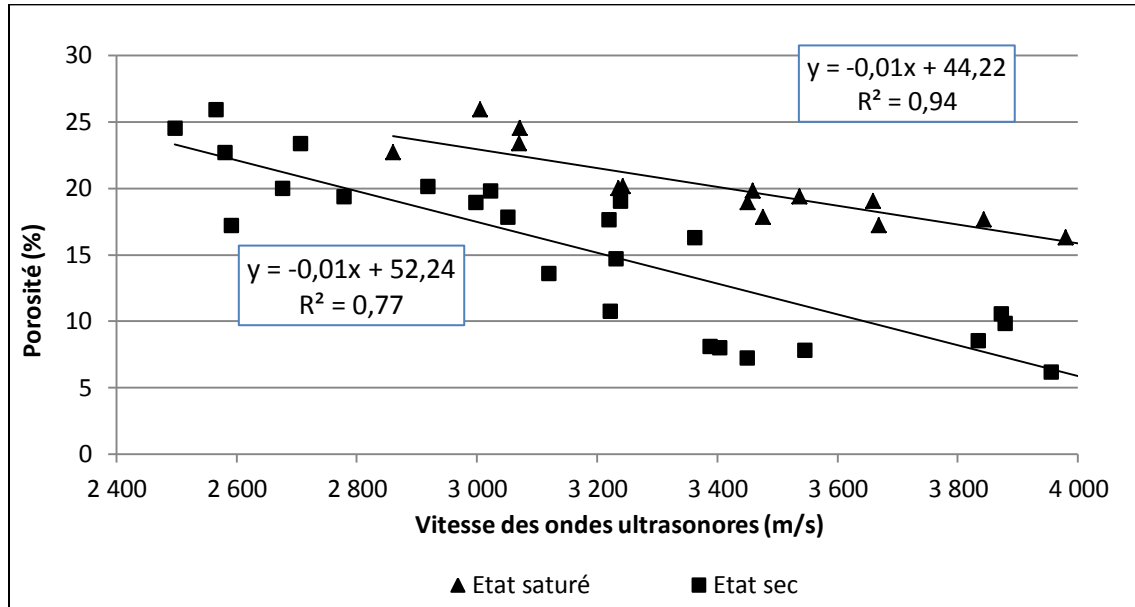


Figure II-24 Relation entre la porosité et la vitesse des ondes ultrasonores des pierres calcarénites à l'état sec et l'état totalement saturé

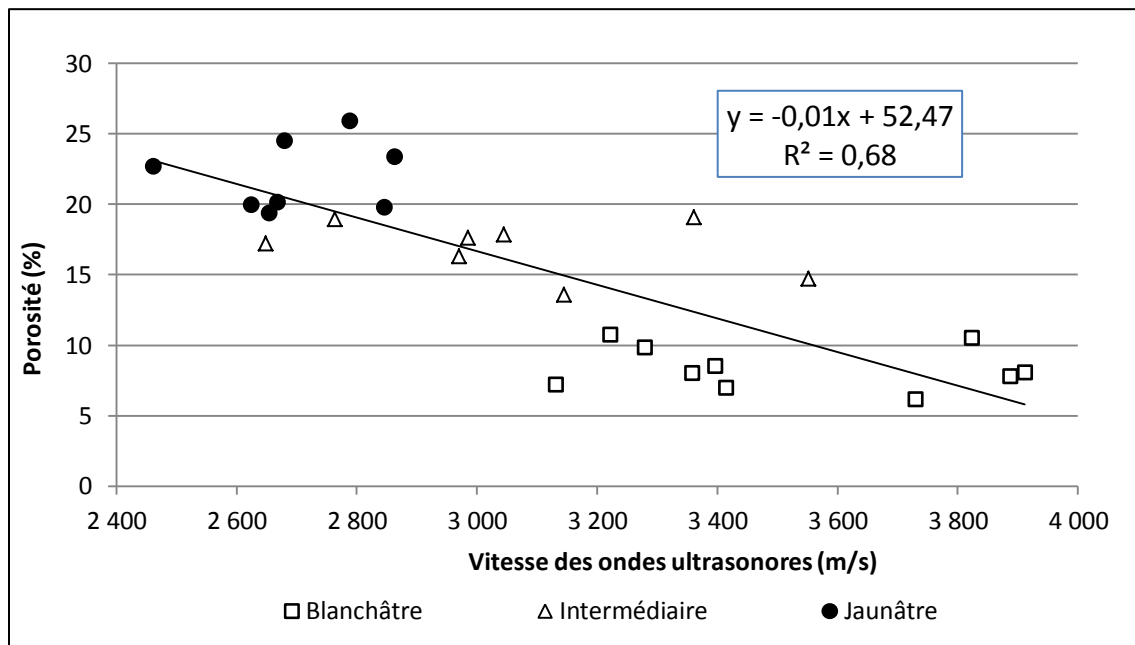


Figure II-25 Relation entre la porosité et la vitesse ultrasonore des pierres calcarénites à l'état ambiant

II.3.2 Colorimétrie

Nous avons réalisé des mesures de colorimétrie à l'aide d'un CIELAB spectrophotomètre de marque Konika (Figure II-26a). Dans le système CIELAB, une couleur est déterminée par ses trois coordonnées chromatiques : L^* qui représente la clarté, a^* le paramètre vert-rouge et b^* le paramètre bleu-jaune (Figure II-26b). Pour chaque échantillon à l'état ambiant, neuf mesures ont été effectuées dans des points choisis aléatoirement.

Tableau II-16 Coordonnées chromatiques mesurées des trois faciès de calcarénites

Faciès	Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
Nombre d'échantillons	10	8	8
L^*	$78,20 \pm 1,58$	$77,96 \pm 1,01$	$77,85 \pm 0,77$
a^*	$1,94 \pm 0,39$	$2,80 \pm 0,31$	$3,28 \pm 0,32$
b^*	$12,66 \pm 0,70$	$15,49 \pm 1,48$	$17,95 \pm 1,35$

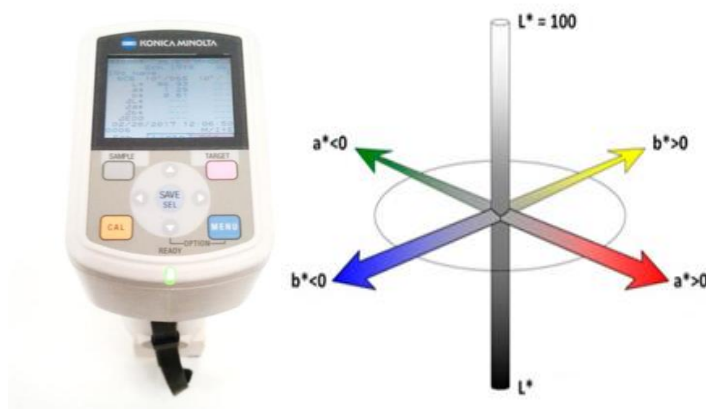


Figure II-26 a) Colorimètre utilisé b) Coordonnées colorimétriques L^* , a^* et b^*

Les trois faciès ont des valeurs du paramètre de clarté L^* très proches d'après le Tableau II-16. Néanmoins, les intervalles des paramètres a^* et b^* sont plus ou moins décalés pour les trois faciès. La Figure II-27 présente la relation entre la porosité et les trois paramètres colorimétriques mesurés L^* , a^* et b^* . Le paramètre L^* apparaît concentré sur la valeur 78 sans permettre de distinguer les pierres en fonction de leur porosité. Néanmoins le paramètre a^* et surtout le paramètre b^* montrent de bonnes corrélations à la porosité avec des coefficients de détermination $R^2 = 83 \%$ et 92% respectivement. Ainsi, il est possible de se baser sur la valeur du paramètre b^* , quantifiant le niveau bleu-jaune, pour différencier les trois faciès de calcarénite in situ.

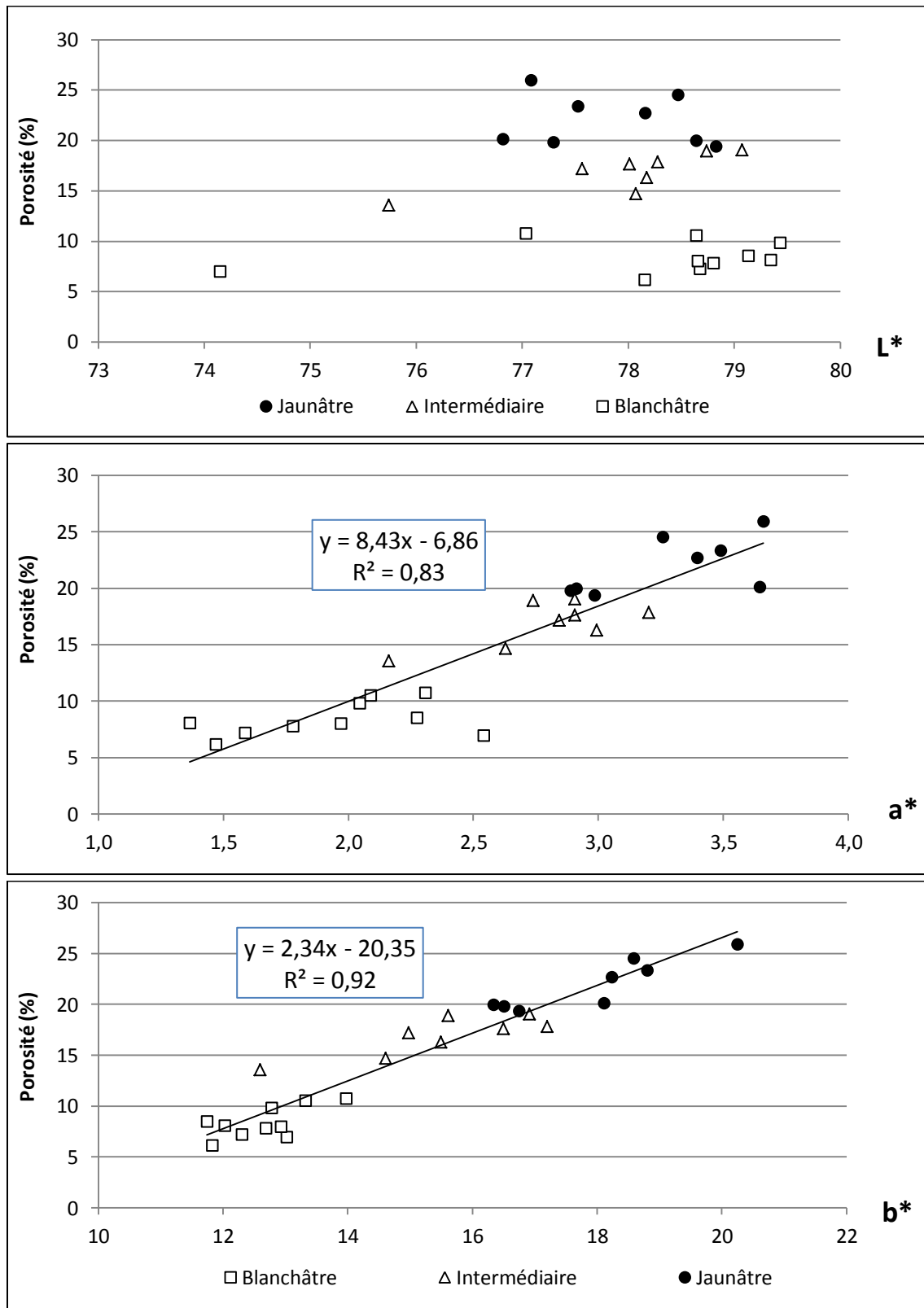


Figure II-27 Relation entre la porosité et les coordonnées chromatiques L^* , a^* et b^* des pierres calcarénites

II.3.3 Absorption d'eau par le tube de Karsten

Le tube de Karsten est un tube en verre, sous forme de pipe, gradué de 0 à 4 ml avec des sous graduations de 0,1 ml (Figure II-28). Nous avons scellé les tubes à la surface verticale des échantillons testés à l'aide d'un mastic d'étanchéité, puis nous les avons remplis d'eau jusqu'au trait correspondant à 0. Ainsi nous avons obtenu des colonnes d'eau de 9,8 cm exerçant une pression de 961,38 Pa sur une section de 5,7 cm² (Hendrickx 2013; Vandevoorde et al. 2013). La quantité d'eau absorbée pendant 2 min, 5 min, 10 min et 15 min ont été notées en lisant la chute du niveau d'eau. Similairement à l'essai d'imbibition capillaire, nous avons réalisé l'essai à l'état ambiant suivant les trois directions D1, D2 et D3 de chaque échantillon. Nous avons ensuite calculé son indice d'anisotropie A_n (%). L'essai a été répété 3 fois pour vérifier sa répétabilité en calculant le coefficient de variation CV (rapport de l'écart-type sur la moyenne), pour chaque échantillon. Afin de comparer ce test à la méthode d'absorption d'eau par capillarité, un coefficient d'absorption C_k similaire au coefficient de capillarité A a été déterminé en considérant les quantités d'eau absorbées entre 2min et 15 min. De même, on a déterminé le volume d'eau W15-2 absorbé entre 2 et 15 min.



Figure II-28 Tube de Karsten

Le Tableau II-17 présente les résultats d'absorption d'eau par le tube de Karsten pour les trois faciès de calcarénite. Il montre que le volume d'eau absorbé W15-2 et le coefficient d'absorption C_k sont corrélés avec la porosité des faciès : plus le faciès est poreux plus le volume d'eau absorbé et le coefficient C_k sont grands. Par ailleurs, le degré d'anisotropie diminue en passant du faciès blanchâtre au faciès intermédiaire puis au faciès jaunâtre, similairement à l'essai d'imbibition capillaire. En termes de répétabilité, les coefficients de variations moyens pour les faciès sont d'environ 15 %, à cause des erreurs de lecture et de modification de la section de contact (Vandevoorde et al. 2012).

Tableau II-17 Résultats d'absorption d'eau par le tube de Karsten pour les trois faciès de calcarénite

Faciès	Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
Nombre d'échantillons	10	8	8
W15-2 (ml)	0,228 ± 0,079	0,645 ± 0,132	1,472 ± 0,777
Coefficient Ck (kg/m ² .h ^{0.5})	1,247 ± 0,439	3,543 ± 0,731	8,684 ± 4,300
Anisotropie An (%)	53	48	29
CV moyen (%)	15	11	12

Les coefficients d'absorption d'eau A obtenus par la méthode d'imbibition capillaire ont été comparés avec les coefficients d'absorption d'eau Ck par le tube de Karsten. La Figure II-29 montre qu'ils sont linéairement corrélés pour chacune des trois directions. Puisque les pentes des trois droites de tendance sont approximativement égales, une corrélation linéaire unique peut être établie pour toutes les directions, comme le montre la Figure II-30 :

$$A = 0,43.Ck \text{ avec } R^2 = 0,88 \quad [19]$$

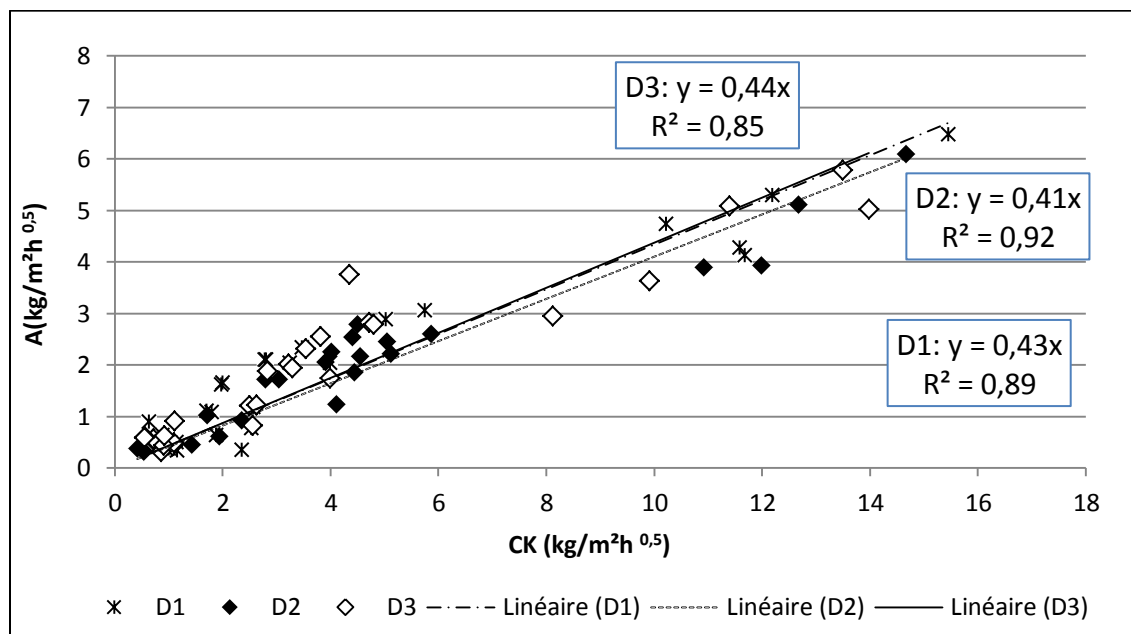


Figure II-29 Relation entre le coefficient d'absorption capillaire et le coefficient d'absorption par le tube de Karsten des pierres calcarénites selon les trois directions D1, D2 et D3

A partir de la relation [19], nous pouvons conclure que l'absorption d'eau par unité de surface dans le cas de l'essai de tube de Karsten est plus élevée que dans le cas de l'essai d'imbibition capillaire. Certes, une pression supplémentaire due à la colonne d'eau existe pour le cas de tube de Karsten, mais elle est très faible par rapport à l'échelle de la succion capillaire

exercée par les pores d'une pierre (Hendrickx 2013). La visualisation de l'adsorption d'eau par radiographie et par radiographie neutronique a confirmé que plus la surface de contact est petite, plus l'absorption d'eau est élevée (Vandevorde et al. 2012), à cause de l'adsorption latérale supplémentaire des pores entourant la zone de contact (Vandevorde et al. 2013). En outre, nous avons comparé l'ordre des coefficients d'absorption par le tube de Karsten suivant les trois directions à celui des coefficients d'imbibition capillaire afin de déterminer si l'essai de tube de Karsten pourrait nous renseigner sur le sens de litage. En supposant que les coefficients d'absorption d'eau les plus faibles sont mesurés perpendiculairement au litage sédimentaire (Siegesmund & Dürrast 2014; Beck 2006), les résultats obtenus montrent que les sens litages déterminés par les deux méthodes coïncident pour 81% des échantillons, plus précisément pour 70 % des échantillons blanchâtres et 87,5 % des échantillons jaunâtres et intermédiaires. Le taux de correspondance moins élevé pour le faciès blanchâtre est dû apparemment à leur faible absorption d'eau ainsi qu'aux erreurs de lecture qui, même faibles, sont significatives.

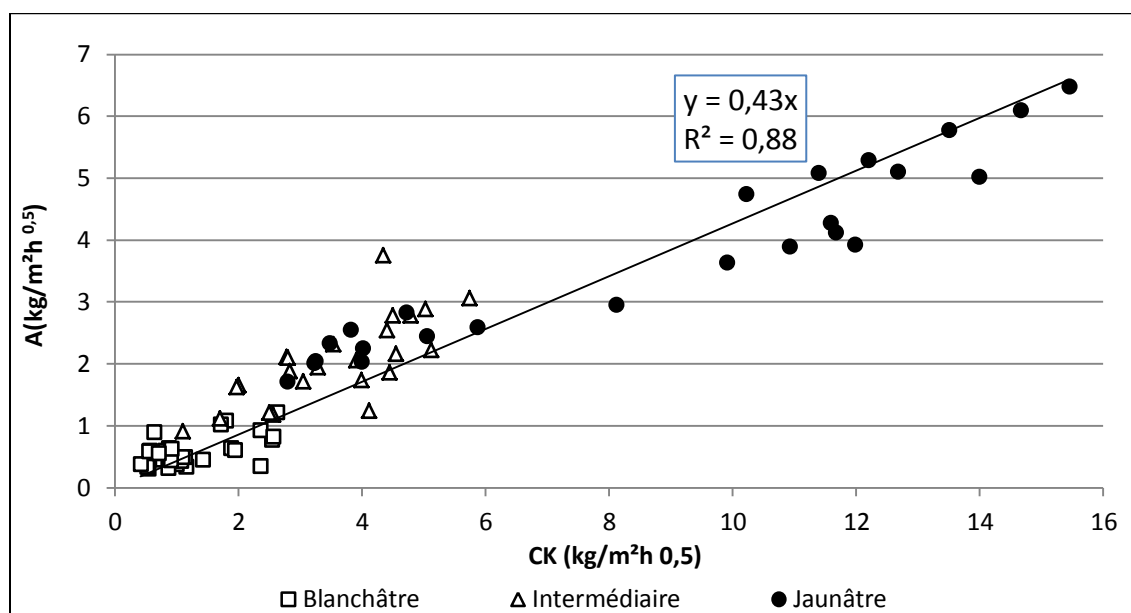


Figure II-30 Relation entre le coefficient d'absorption capillaire et le coefficient d'absorption par le tube de Karsten des trois faciès de calcarénite (directions confondues)

De plus, la racine carrée du volume d'eau W15-2 absorbé entre 2 min et 15 min apparaît linéairement corrélée avec l'absorption d'eau sous une immersion progressive de 48 h à pression atmosphérique W_{atm} , avec un bon coefficient de détermination R^2 , comme le montre la Figure II-31.

D'après les résultats précédents, le tube de Karsten pourrait être utilisé in situ pour estimer le coefficient de capillarité A des pierres calcarénites et l'absorption d'eau sous pression atmosphérique W_{atm} . De plus, on pourra recourir à cet essai pour déterminer ou vérifier le sens de litage des pierres de calcarénite de remplacement ou des anciennes pierres éparpillées au niveau du site Volubilis suite à des écroulements des murs. Ceci permettra de bien positionner la

Pierre au niveau de la structure et ainsi réduire le risque de dégradation due à des compressions élevées.

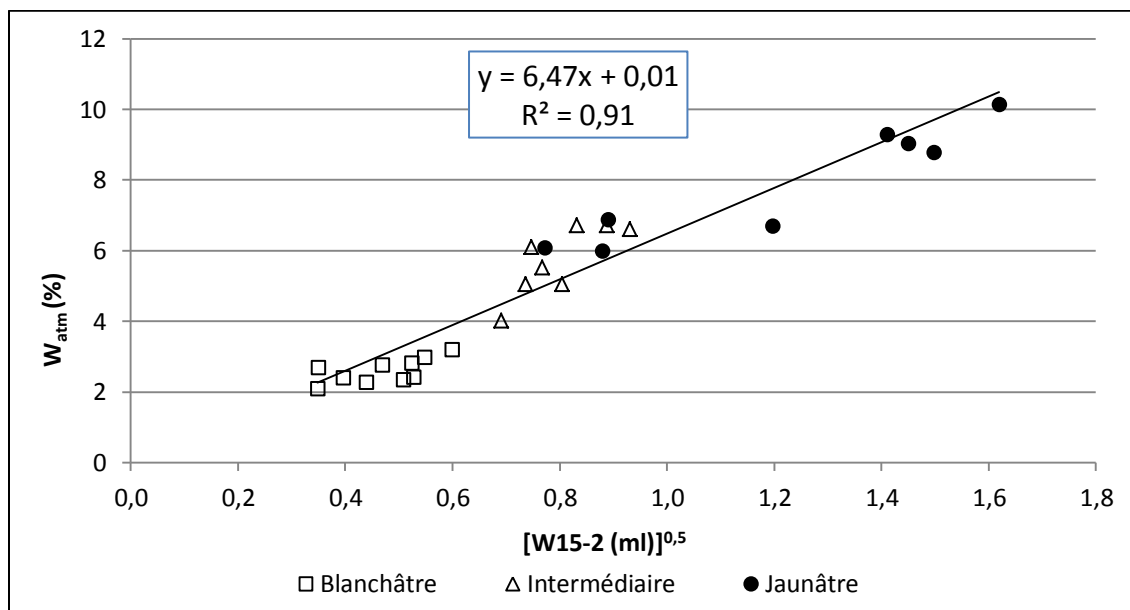


Figure II-31 Relation entre le volume d'eau absorbé W_{15-2} et l'absorption d'eau W_{atm}

II.3.4 Dureté

La dureté représente la résistance d'un matériau à la déformation plastique locale provoquée par la pénétration d'un autre corps plus dur (Rezakhanlou 1993). Elle peut être déterminée par des essais statiques ou dynamiques. Parmi les dispositifs utilisés pour les essais dynamiques, on trouve des scléromètres (Marteau Schmidt), le duromètre Equotip, le duromètre Piccolo 2 (Viles et al. 2011). Nous avons mesuré la dureté superficielle des faciès de calcarénite à l'aide d'un duromètre Piccolo 2, facile d'utilisation et aisément transportable (Figure II-32). La mesure repose sur le principe de rebondissement de Leeb : un corps de frappe, contenant un aimant, est projeté sur la surface de l'échantillon à tester, la dureté est calculée en comparant les énergies du corps avant et après la frappe. Plus précisément, elle est égale au quotient des deux vitesses d'impact et de rebondissement du corps de frappe. Ces vitesses sont proportionnelles à des tensions d'induction générées par l'aimant.

Tableau II-18 Dureté des trois faciès de calcarénite

Faciès	Blanchâtre	Intermédiaire	Jaunâtre
Nombre d'échantillons	10	8	8
Dureté HL	493 ± 23	387 ± 33	324 ± 29
Anisotropie An(%)	10	13	10



Figure II-32 Duromètre Picolo 2

Nous avons réalisé l'essai de dureté dans des conditions ambiantes du laboratoire sur 26 échantillons cubiques d'arête 5 cm. Dix mesures ont été effectuées en 10 points différents de chaque paire de faces parallèles et ensuite leur moyenne a été calculée. D'après les résultats résumés dans le Tableau II-18, les calcarénites du faciès jaunâtres ont une faible dureté de Leeb de l'ordre de 324 HL. Cette dureté atteint en moyenne 387 HL et 493 HL pour les faciès intermédiaire et blanchâtre respectivement. Cette propriété montre une faible dépendance directionnelle puisque le coefficient d'anisotropie est de l'ordre de 13 %.

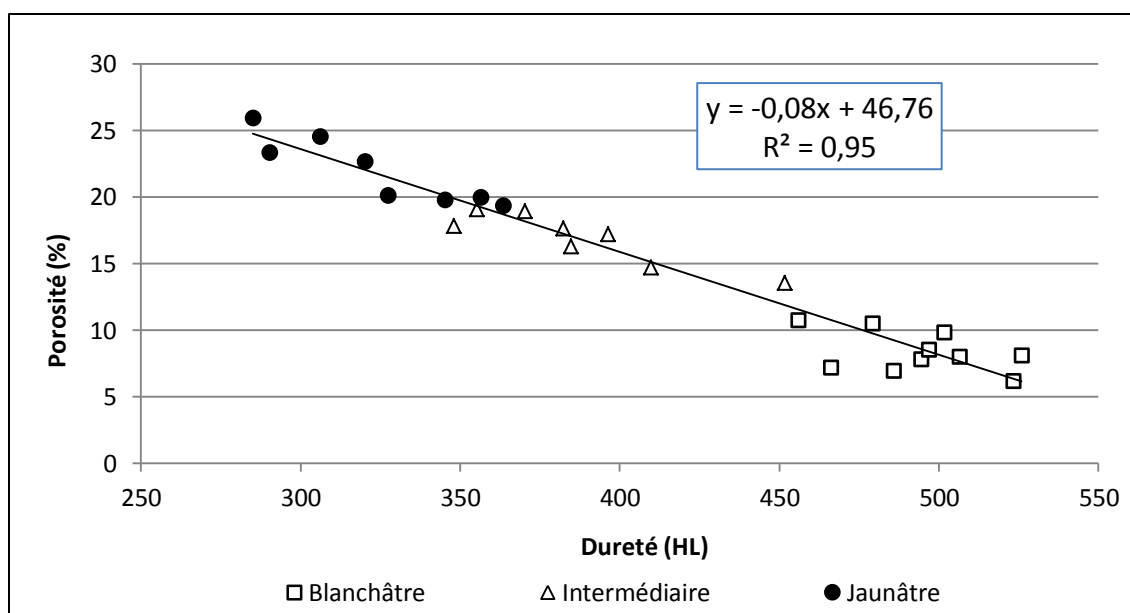


Figure II-33 Relation entre la porosité et la dureté des pierres calcarénites

Des corrélations entre la dureté et la porosité ont été investiguées. La Figure II-33 donne les valeurs de porosité des calcarénites en fonction de leur dureté. Les deux propriétés sont inversement proportionnelles et liées par une loi linéaire de coefficient de détermination $R^2 = 0,95$. Des corrélations de mêmes type et qualité ont été établies pour différents types de pierres entre la porosité et la dureté mesurée par le scléromètre (marteau Schmidt) (Aydin & Basu 2005; Kılıç & Teymen 2008) et entre la porosité et la dureté mesurée par le duromètre Equotip (Yu & Oguchi 2009). Cependant, il faut prendre en considération le type d'appareil utilisé. En effet, les

travaux de (Viles et al. 2011) ont montré que les mesures par le Piccolo 2 n'ont aucune corrélation avec celles des scléromètres, mais elles sont très proches des mesures par le duromètre Equotip.

Nous avons appliqué également une deuxième méthode de mesure, appelée méthode d'impact répété (Aoki & Matsukura 2008). Elle consiste à réaliser plusieurs impacts sur le même point. Pour chaque échantillon, nous avons effectué 20 impacts successifs sur 10 points différents des deux faces orthogonales à la direction du faible coefficient de capillarité. La Figure II-34 présente l'évolution de la dureté en fonction du nombre de coups pour trois pierres représentatives des trois faciès. La dureté augmente avec le nombre de coups pour se stabiliser après un certain nombre de coups. Cette valeur de dureté est rapidement atteinte pour le faciès blanchâtre (après le 6^{ème} coup), moins rapidement pour le faciès intermédiaire (après le 8^{ème} coup) et plus lentement pour le faciès jaunâtre (après le 11^{ème} coup).

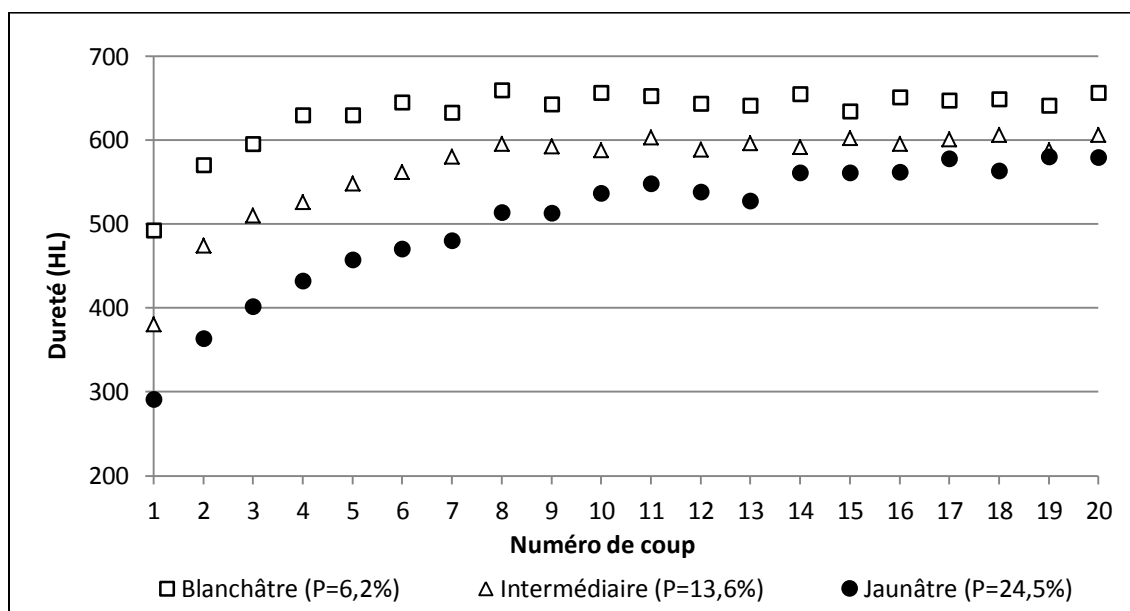


Figure II-34 Evolution de dureté pour trois pierres des trois faciès de calcarénite

Il s'est avéré précédemment que la porosité est bien corrélée avec la dureté obtenue par la méthode d'impact singulier. Est-il toujours le cas pour la méthode d'impact répété ? La Figure II-35 ci-dessous présente l'évolution du coefficient de détermination R^2 en fonction du nombre de coups, évaluant la qualité de la corrélation entre la porosité et la dureté. Les résultats montrent que la corrélation entre les deux propriétés demeure bonne ($R^2 > 0,89$) pour les premiers coups mais commence à chuter progressivement pour atteindre une valeur très faible de l'ordre de $R^2 = 0,36$. Cette tendance est due à l'effet de l'impact de duromètre sur la pierre localement au niveau des points testés. En effet, lors d'un essai d'impact répété, l'échantillon subit une déformation plastique progressive qui se manifeste par une rainure permanente au niveau du point testé. La porosité est ainsi réduite et le matériau devient plus compact localement et donc plus dur. Il est recommandé par conséquent de se contenter des trois premiers coups de la

méthode d'impact répété pour estimer la porosité. D'une part, cette méthode permettrait de vérifier les résultats de la méthode d'impact singulier, d'autre part, elle ne nécessite que 15 % du temps de la méthode d'impact répété.

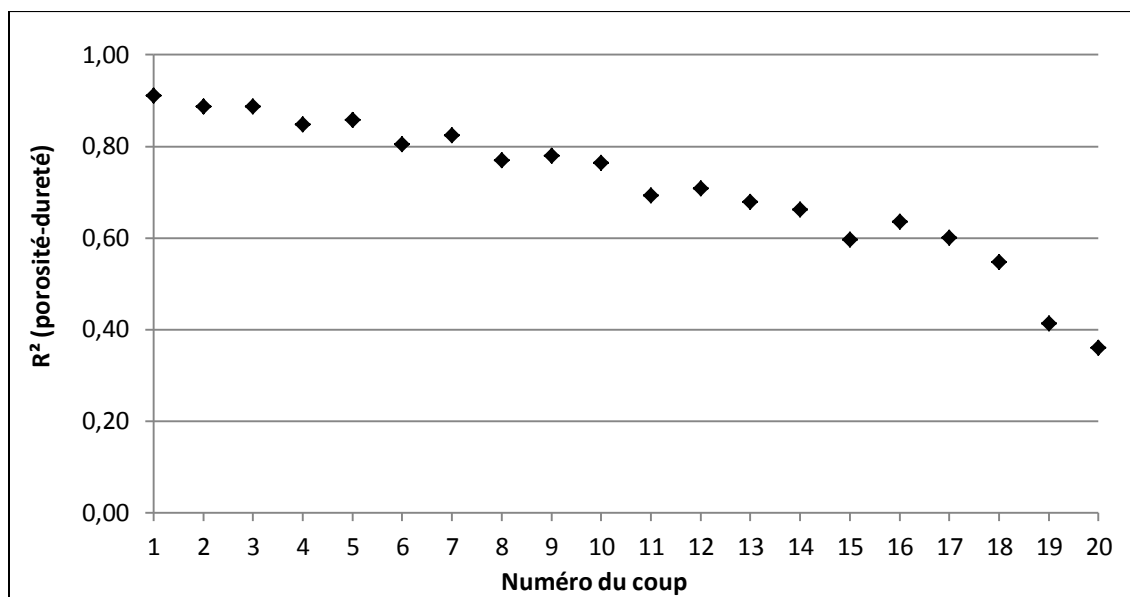


Figure II-35 Evolution du coefficient de détermination R^2 de la corrélation entre la porosité et la dureté

La dureté des pierres de la calcarénite s'avère un bon estimateur de leur porosité. La méthode des trois coups répétés pourrait être utilisée puisque elle permet de vérifier les résultats de la méthode d'impact singulier. Cet essai permettra alors de distinguer les différents faciès in situ surtout que les mesures sont insensibles à la distance du point testé par rapport aux bords de bloc et à sa taille (Viles et al. 2011).

II.4 Conclusion

La calcarénite est la pierre prépondérante du site Volubilis. C'est une pierre hétérogène qui se présente sous forme de trois faciès : blanchâtre, jaunâtre et intermédiaire. La caractérisation minéralogique des faciès extrême a montré que leurs compositions sont proches : la calcite et le quartz sont leurs minéraux principaux et le faciès blanchâtre est très légèrement plus calcique que le jaunâtre. Néanmoins, les trois faciès ont des porosités très différentes en termes d'amplitude et de distribution. Le faciès jaunâtre comporte une distribution bimodale et il est très poreux (22,0 %) contrairement aux faciès blanchâtre et intermédiaire moins poreux (8,4 % et 16,9 % respectivement) avec des distributions uni-modales. La calcarénite de Volubilis présente par conséquent des gammes très larges de propriétés physiques et mécaniques. Le faciès blanchâtre a des valeurs de propriétés de stockage et de transfert d'eau très faibles en comparaison avec le faciès jaunâtre. De point de vue thermique, le faciès jaunâtre a une conductivité thermique plus faible et une dilatation thermique plus importante par rapport au faciès blanchâtre. Le faciès intermédiaire a des valeurs de propriétés comprises entre celles des deux faciès extrêmes. Par

ailleurs, les trois faciès sont distincts de point de vue mécanique : le module de Young et les résistances à la compression et à la traction indirecte sont inversement corrélés à la porosité des faciès.

L'évaluation de la durabilité des trois faciès moyennant des indices de durabilité et des essais de vieillissement artificiel a révélé que le faciès blanchâtre est le plus résistant et paraît le plus durable, suivi du faciès intermédiaire puis du faciès jaunâtre. La dégradation des trois faciès de la calcarénite causée par l'essai du choc thermique est trop faible même après la réalisation de 70 cycles. Néanmoins, l'essai de cristallisation de sulfate de sodium a révélé la différence des trois faciès de point de vue durabilité. En fait, les échantillons des faciès jaunâtre et intermédiaire ont perdu 7 % et 57 % respectivement de leurs masses initiales à la fin de cet essai. L'altération se manifeste sous forme d'alvéolisations pour les échantillons du faciès intermédiaire et sous forme de désagréations sableuses pour les échantillons du faciès jaunâtre. Ces formes d'altération sont les plus répandues sur le site Volubilis (chapitre 3).

Quatre essais non destructifs ont été réalisés sur les faciès de la pierre calcarénite pour investiguer la possibilité de déterminer leur porosité, leurs absorptions d'eau par immersion et par capillarité afin de les différencier. La vitesse ultrasonore s'est avérée susceptible d'être utilisée pour distinguer les échantillons ayant une porosité inférieure à 15 % des autres. Nous avons également révélé que le paramètre colorimétrique bleu-jaune b^* et la dureté sont bien corrélés à la porosité. Par ailleurs, le tube de Karsten pourrait être utilisé pour estimer le coefficient de capillarité A des pierres calcarénites et l'absorption d'eau sous pression atmosphérique W_{atm} et pour déterminer le sens de litage des pierres de calcarénite. Ces essais permettront alors de distinguer les différents faciès sur site et de choisir des bons blocs au niveau de la carrière d'origine pour les prochaines interventions de restauration au site Volubilis.

III Altération de la pierre calcarénite sur site : étude de cas de la maison de Vénus

La pierre constitue un matériau de construction ancien, et sur le site de Volubilis, elle a subi plus de 2000 ans d'exposition à un milieu plus ou moins agressif. En effet, mise dans un milieu différent de celui de la roche origine, ses propriétés subissent des modifications (Rautureau 2001). En plus des facteurs naturels (vent, température, eau...), les facteurs anthropogéniques (pollution, vibrations, incendie, vandalisme...) accentuent son altération et sa dégradation. La pierre calcarénite du site Volubilis ne fait pas exception. Plusieurs pierres de calcarénites ont perdu leurs performances, au moins leur cohésion de surface et leur couleur. Dans ce chapitre, nous investiguons les formes d'altération de la calcarénite et nous présenterons une étude in-situ et au laboratoire évaluant leurs effets sur certaines de ses propriétés afin d'établir un diagnostic d'altération. Ensuite, nous nous intéresserons à leurs causes. En raison de la grande superficie du site, nous nous focaliserons uniquement sur l'étude de la maison de Vénus (Aalil et al. 2014; Aalil, Badreddine, et al. 2016).

III.1 Les dégradations dans la maison de Vénus

III.1.1 Architecture et matériaux

La maison de Vénus est l'une des plus somptueuses maisons du site grâce aux mosaïques que contient la majorité de ses pièces et ses couloirs (Figure III-1). Elle est située au quartier nord-est de Volubilis, sur la rive sud du Decumanus (axe est-ouest) secondaire. Elle est assise sur une légère pente naturelle en direction d'un petit oued. Elle est nommée ainsi car sa grande salle était couverte d'une mosaïque représentant la déesse Vénus. La maison s'étale sur un rectangle de 31,50m de front et 37m de profondeur (Thouvenot 1958). Sa porte d'entrée double mène, en descendant une marche, vers un premier vestibule oblong. Une deuxième entrée similaire à la précédente sépare le premier vestibule d'un deuxième encore plus bas et plus petit. Les deux vestibules sont pavés de dalles irrégulières en pierres dures. On accède au péristyle en descendant trois marches, coupées par deux colonnes portées sur des dèes. Le péristyle est presque carré (13m x 14m), il est constitué de quatre allées mosaïquées, quatre paires de colonnes et un bassin sous forme de I au milieu. Des chambres d'habitation s'ouvrent sur les trois allées du péristyle. Certaines sont mosaïquées d'autres non. Au sud de péristyle, se trouve une cour contenant un deuxième bassin. La partie Ouest de la maison est occupée par des thermes.

D'après des recherches archéologiques (Fentress et al. 2004), la maison a été construite en plusieurs phases : la première maison date de la seconde moitié du I^{er} siècle de notre ère, alors que la majorité de ses mosaïques et les thermes ont été ajoutés au cours du II^{ème} siècle. La maison a été fouillée par R. Thouvenot dans les années 1940 et 1950 (Thouvenot 1958). Par la suite, la maison a subi des interventions récentes de restauration. Malheureusement, de nombreuses interventions ne sont pas archivées. Au cours de la campagne 2002 du projet Volubilis anglo-

marocaine (2001-2005), certaines de ses mosaïques ont été restaurées et un mur a été démantelé puis réparé (Fentress et al. 2004).

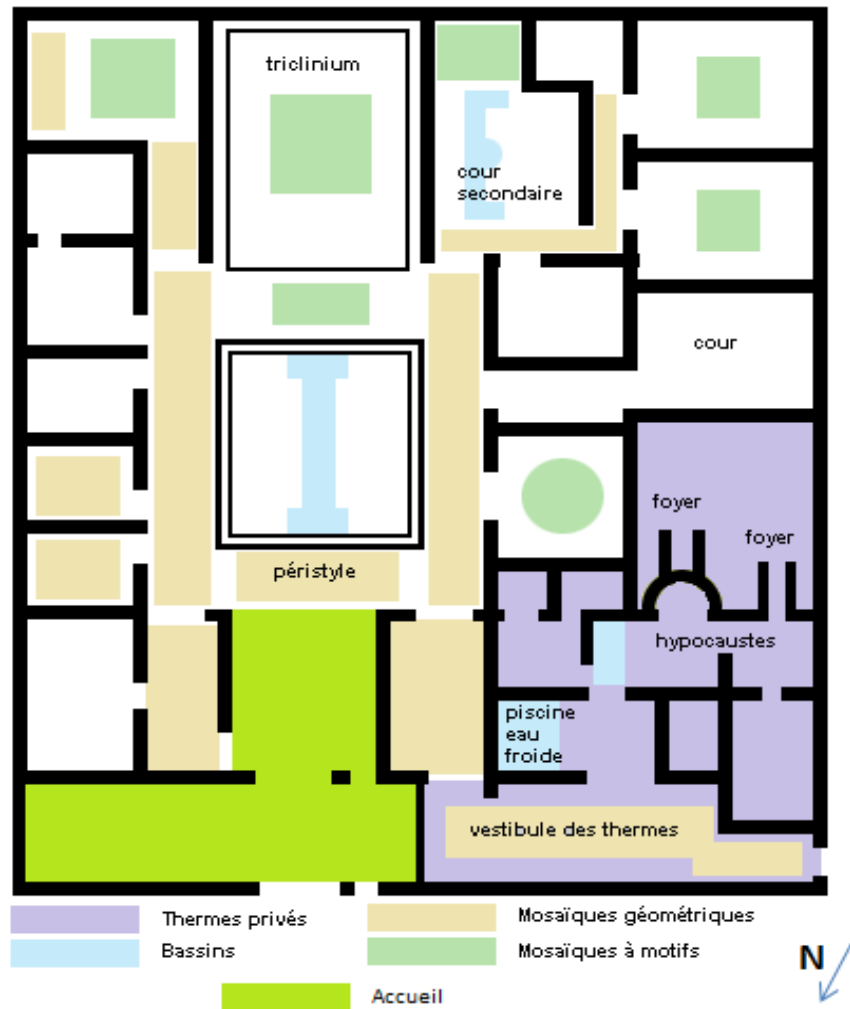


Figure III-1 Plan de la maison de Vénus

La pierre calcarenite représente environ 75% de ses pierres de construction (Dessandier et al. 2008). Elle constitue les moellons en maçonnerie et des éléments sculptés comme les colonnes et des chapiteaux. Les murs ont une épaisseur d'environ 0,6 m et une hauteur moyenne de 1,5 m. Leurs fondations sont peu profondes (Etienne 1960). Les bases et les éléments architecturaux tels que les linteaux et les portiques sont construits en utilisant un calcaire gris compact. Des briques cuites ont été utilisées au niveau des thermes. Elles sont également employées pour le remplissage des parties manquantes des murs lors des interventions antérieures.

III.1.2 Climat local

Les données météorologiques au niveau de la maison de Vénus ont été suivies moyennant des capteurs enregistreurs de température et d'humidité, de marque Progres Plus (Figure III-2). Il s'agit de boutons de diamètre 16 mm et d'épaisseur 6 mm, permettant de mesurer des

températures allant de -20 °C à 85 °C avec une précision de 0,5 °C et des humidités variant de 0 à 100 % avec une précision de 5 %. La fréquence des mesures a été réglée à 1 mesure toutes les 3 heures, de 18h du 27 Mars 2015 à 12h du 25 Mars 2016. Cinq capteurs ont été mis en place au niveau de la maison de Vénus (Figure III-6) : quatre ont été placés sur deux colonnes, un à la face est et un autre à la face ouest, et le cinquième au niveau d'un mur au milieu de la maison. Les capteurs ont été dissimulés derrière des petits fragments de calcarénites pour éviter leur vol.



Figure III-2 Boutons enregistreurs de température et d'humidité

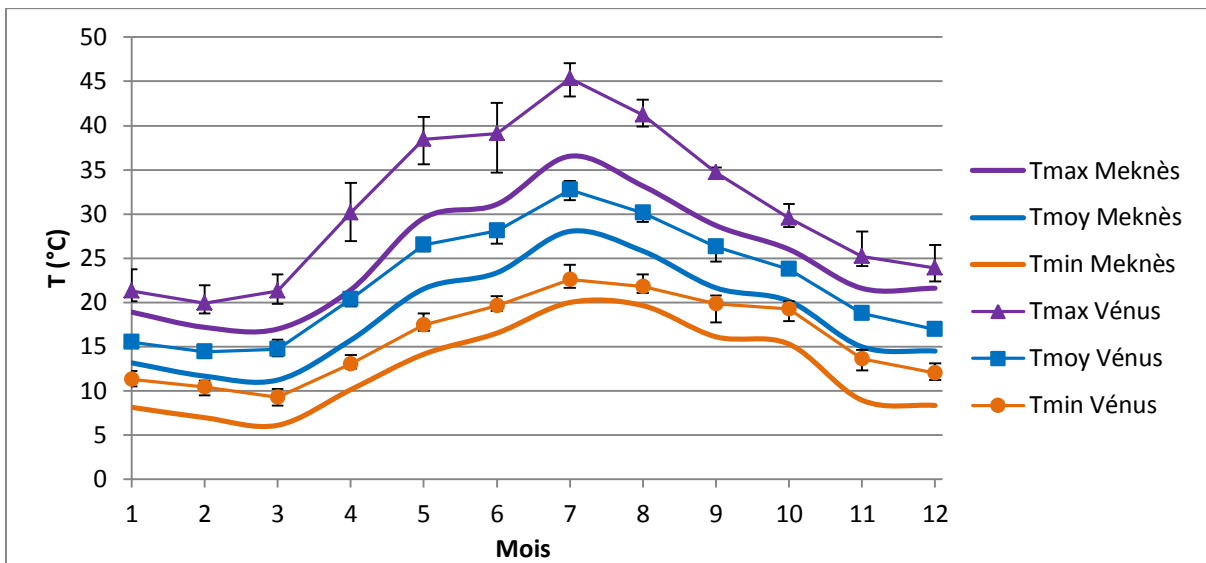


Figure III-3 Variations mensuelles de température à la maison de Vénus et Meknès (Avril 2015-Mars 2016)

La Figure III-3 présente les moyennes mensuelles des températures journalières extrêmes et moyennes, enregistrées sur la maison de Vénus, comparées avec celles de la station météorologique de Meknès pour la même période. Elle montre que les moyennes mensuelles des températures journalières minimales, moyennes et maximales enregistrées au niveau de la maison de Vénus ont la même tendance d'évolution avec celles de la station météorologique de Meknès. Cependant en termes d'amplitude, les premières températures dépassent les deuxièmes d'environ 3 à 10 °C. Ce dépassement pourrait être dû à la différence entre les altitudes des deux

endroits : 390 m à Volubilis et 560 m à Meknès. En termes de variations, l'écart moyen mensuel entre la température maximale et la température minimale varie de 10 °C en hiver à 23 °C en été pour la maison de Vénus et de 10 °C à 17 °C pour Meknès. Ainsi le gradient thermique journalier serait d'environ 6 °C de plus par rapport à celui de Meknès.

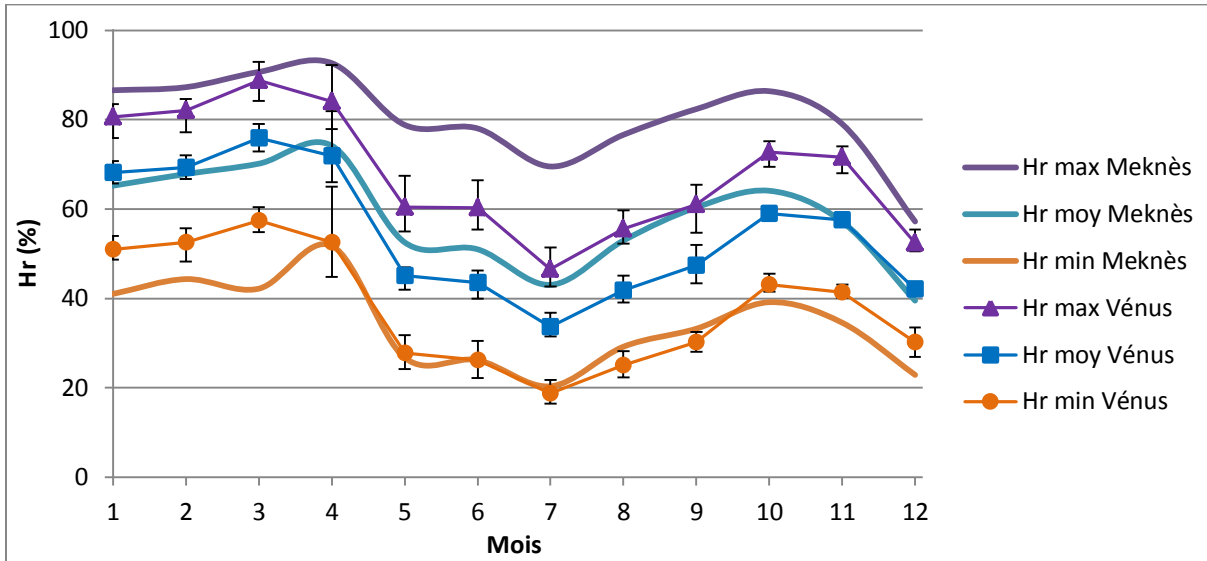


Figure III-4 Variations mensuelles d'humidité à la maison de Vénus et Meknès (Avril 2015-Mars 2016)

L'évolution des moyennes mensuelles des humidités journalières minimales, moyennes et maximales enregistrées au niveau de la maison de Vénus et à la station météorologique de Meknès est présentée par la Figure III-4. Bien que les humidités des deux endroits aient presque la même tendance, celles de Meknès sont plus importantes pendant le printemps et l'été surtout pour les moyennes des valeurs maximales alors que durant l'automne et l'hiver, les humidités moyennes et minimales au niveau de la maison de Vénus sont plus grandes que celle enregistrées à Meknès. L'écart maximal par rapport à Meknès est d'environ -20 % pendant le mois 7. Une partie de ces écarts peut être due à la précision des capteurs.

III.1.3 Désordres structuraux et altérations de la pierre calcarénite

III.1.3.1 Désordres structuraux

Les désordres structuraux renvoient à des signes de déformation excessive ou de rupture au niveau structurel. Ces désordres entraînent l'éparpillement des pierres sur terre, elles deviennent par la suite plus vulnérables à cause des risques de contamination par des sels issus des sols ou de cycles d'imbibition-séchage. Par ailleurs, les désordres structuraux incitent et poussent la direction du site à entreprendre des interventions urgentes souvent rapides et précipitées et sans études scientifiques préliminaires, en utilisant généralement des mortiers incompatibles comme des mortiers à forte teneur en ciment. Plusieurs désordres structuraux ont été observés à l'échelle

de la maison de Vénus ; on peut en distinguer principalement des bombements, des inclinaisons, des effondrements et des fractures (Figure III-5).



Figure III-5 Exemples de désordres structuraux : effondrement, fracture au pied de mur, bombement et inclinaison

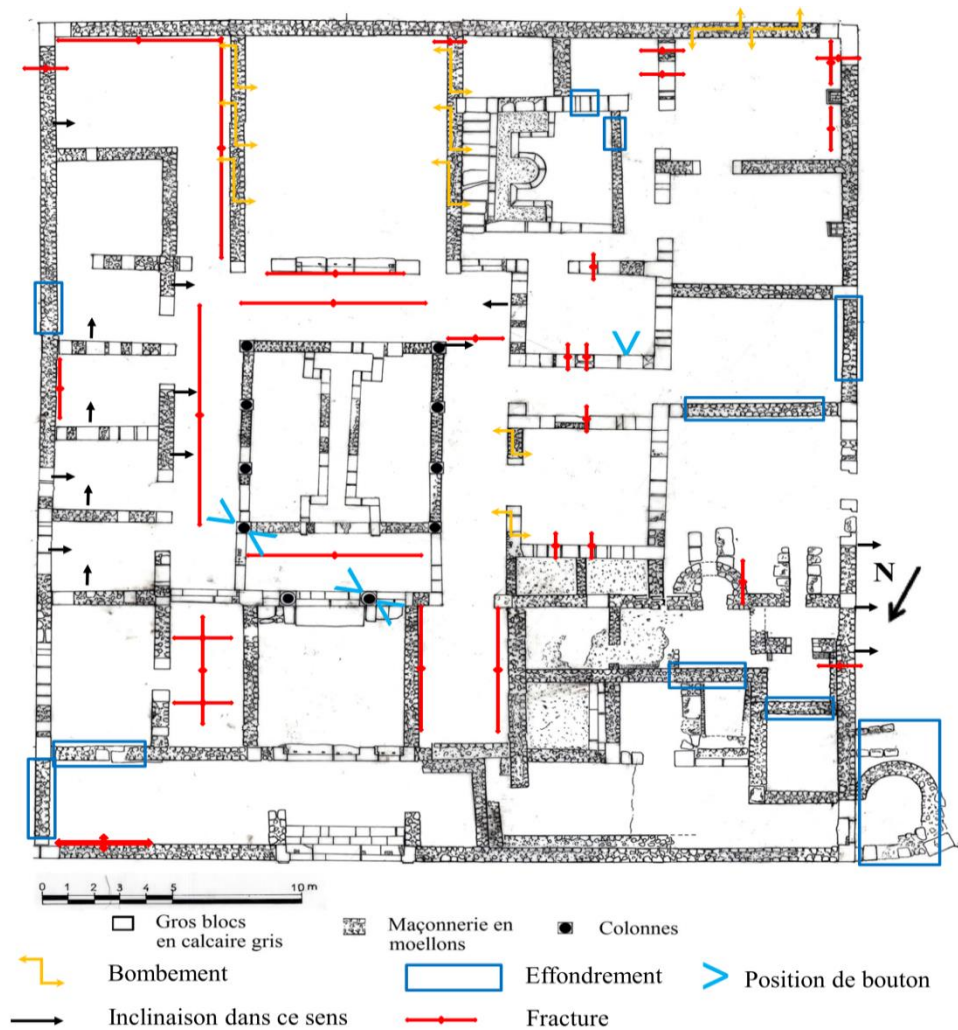


Figure III-6 Distribution de désordres structuraux au niveau de la maison de Vénus en 2015 et positions des boutons de température et d'humidité

III.1.3.2 Types d'altération de la pierre calcarénite

Une investigation visuelle in-situ de la maison de Vénus a révélé de nombreuses formes d'altération de la pierre calcarénite (Aalil et al. 2014; Aalil, Beck, et al. 2016a). Ces altérations ont été identifiées à l'aide du glossaire illustré sur les formes d'altération de la pierre publié par ICOMOS (Vergès-Belmin 2008).

La Figure III-7 résume la distribution des altérations au niveau de la maison de Vénus. Elle montre que les lichens et les mousses couvrent une grande partie du monument. Les lichens décolorent et adhèrent à la surface des pierres, des mosaïques et des colonnes. Les mousses colonisent les joints de mortier de certains murs. Les deux colonisations biologiques apparaissent principalement dans les côtés nord-ouest à l'abri du soleil. En plus de la décoloration blanche due aux lichens, la coloration rouge affecte certaines pierres. Cette dernière est probablement due à une rubéfaction provoquée par des feux allumés par les bergers qui avaient l'habitude de faire pâturer leurs troupeaux aux environs du site avant sa clôture avec une grille métallique en 2001 (Fentress et al. 2004).

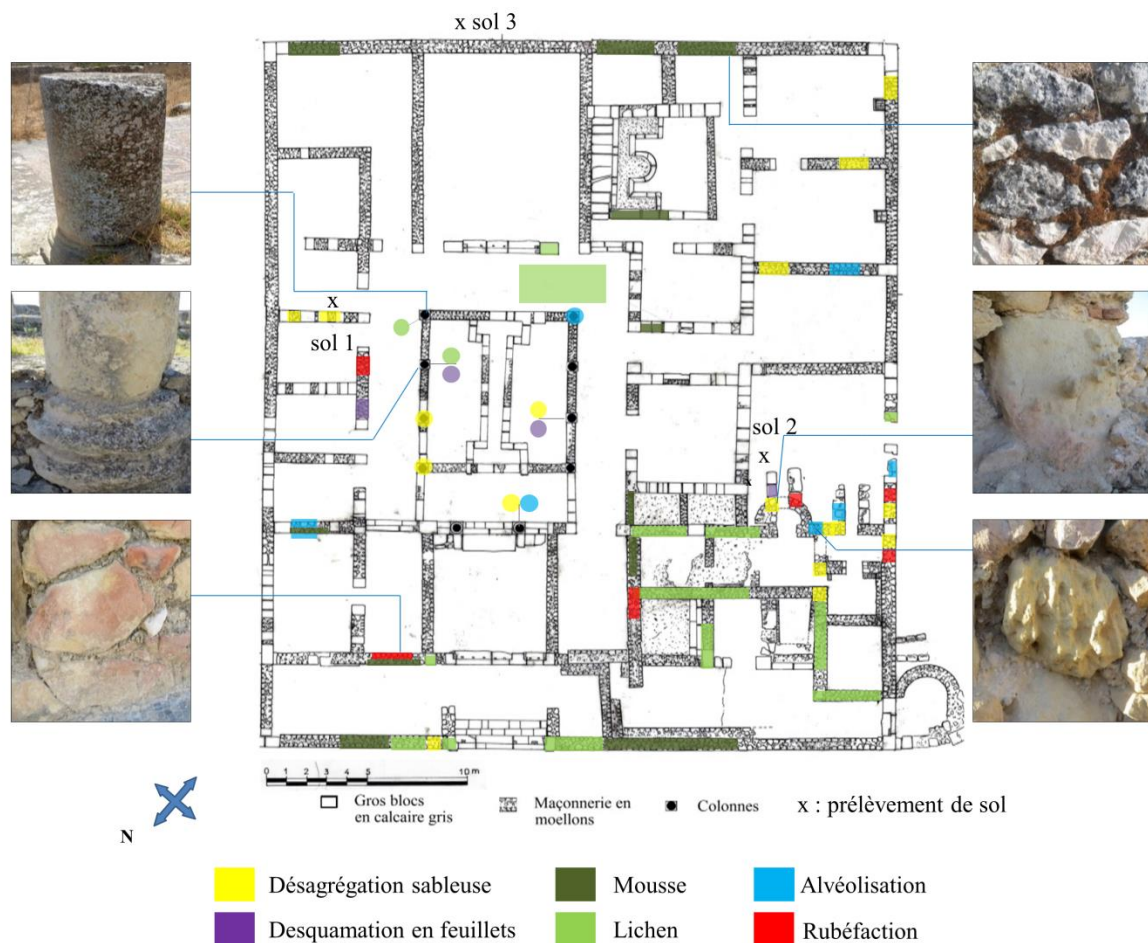


Figure III-7 Distribution des altérations de la pierre calcarénite au niveau de la maison de Vénus en 2015

Des détachements et des pertes de matières ont été observés principalement sur les surfaces orientales, soumis souvent à des vents secs. Ces dernières altérations sont plus dommageables par rapport aux précédentes. Il s'agit principalement de la désagrégation sableuse, l'alvéolisation et la desquamation en feuillets. La désagrégation sableuse a provoqué l'accumulation de sable et le recul de plusieurs surfaces de pierres. Elle a affecté les colonnes et plusieurs pierres en maçonnerie. De plus, l'alvéolisation apparaît comme une dégradation différentielle avec la formation des cavités centimétriques au niveau de quelques colonnes et des pierres de murs. Par ailleurs, la desquamation en feuillets millimétriques a été observée au niveau de certaines pierres et localement au niveau de deux colonnes. Les altérations de détachement et de perte de matière ont affectés généralement des pierres calcarénite avoisinantes du sol et des joints de mortiers utilisés lors des interventions antérieures. Il s'agit majoritairement des calcarénites de sous faciès jaunâtre et intermédiaire qui sont altérées. Cela pourrait justifier la sensibilité à l'altération par désagrégation sableuse et alvéolisation sur ces faciès.

III.2 Etude des pierres altérées

III.2.1 Effet de l'altération sur des mesures non-destructives : dureté et absorption d'eau

Dans cette partie, nous nous intéressons aux effets de l'altération sur certaines propriétés de la pierre calcarénite. Pour respecter le principe de l'intervention minimale et car nous ne sommes pas autorisés à extraire des échantillons de grande taille servant à la caractérisation physique des pierres altérées, nous avons recouru à l'utilisation de deux essais non destructifs in-situ, le tube de Karsten et le duromètre. Afin d'estimer la porosité et le coefficient de capillarité, nous avons supposé les corrélations déterminées précédemment restent valables (Cf II.3). En d'autres termes, chaque échantillon altéré a été considéré comme un nouvel échantillon sain ayant les mêmes propriétés. L'essai de tube de Karsten a été répété trois fois dans les mêmes zones : une fois au plus par demi-journée pour permettre le séchage. La méthode d'impact au Picolo 2 répété 20 fois a été utilisée pour les mesures de la dureté en dix points par zone.

On présente ci-après trois cas d'études :

III.2.1.1.1 Etude d'une colonne affectée par une desquamation en feuillets et des lichens

L'étude a été effectuée sur l'une des colonnes du péristyle. Quatre zones différentes au niveau de la colonne ont été investiguées (Figure III-8). La première zone (zone 1-PN) est couverte d'une patine jaunâtre, qu'on estime naturelle, adhérente à la pierre. La seconde zone (zone 1-CE) montre une couche épaisse, qui apparaît pulvérulente et se détache dans certaines parties, témoignant d'une desquamation en feuillets. La troisième zone (zone 1-H) consiste en l'hypoderme de la pierre, mise à nu après le détachement de la couche épaisse. Finalement la quatrième zone (zone 1-L) concerne une face affectée par des lichens.

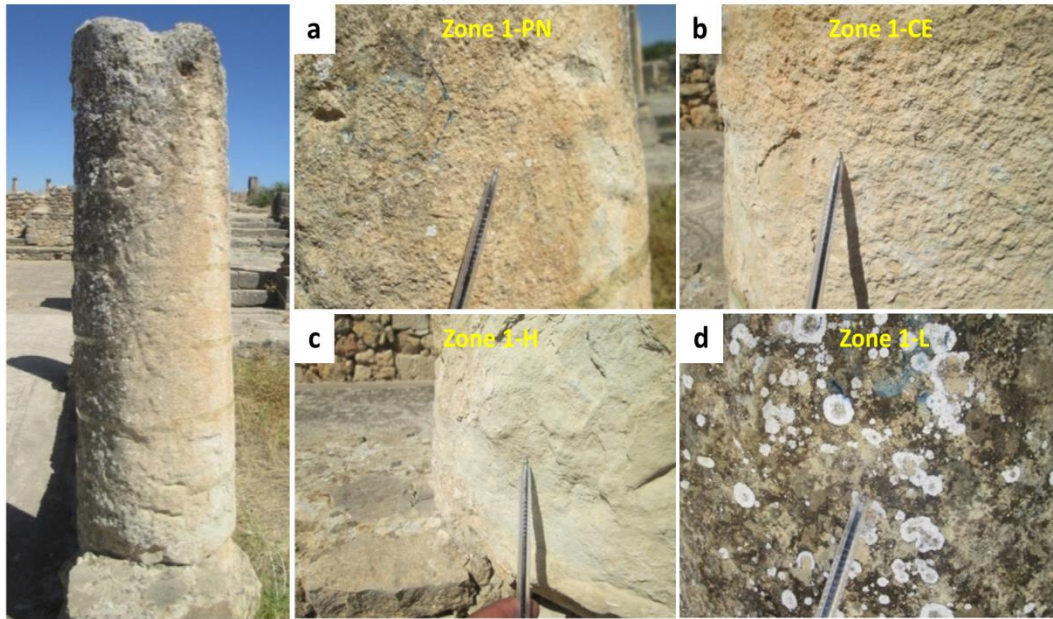


Figure III-8 Altérations d'une colonne sur la maison de Vénus: a)Zone 1-PN b)Zone 1-CE c)Zone 1-H d)Zone 1-L

La dureté initiale de la zone 1-PN est de 342 ± 35 HL alors que celle de la zone 1-CE est 14 % de moins : 295 ± 40 HL. Celles des zones 1-H et 1-L sont comparables à celles des zones 1-PN et 1-CE respectivement : 330 ± 27 HL et 294 ± 25 HL. La dureté augmente progressivement avec le nombre de coups en montrant plus d'écarts (Figure III-9). La dureté asymptotique la plus grande est observée à la zone 1-PN, suivie des deux zones 1-L et 1-H, puis la zone 1-CE en dernière position. A noter que les domaines de variations des courbes s'interfèrent même pour les deux extrêmes (celles des zones 1-PN et 1-CE). Si nous appliquons la corrélation déterminée entre la dureté initiale et la porosité (Cf II.3.4), la porosité des zones 1-PN, 1-CE, 1-H et 1-L seraient d'environ 19,4 %, 23,2 %, 20,4 %, et 23,2 % respectivement. Ces porosités indiquent qu'il s'agit du faciès jaunâtre. Bien évidemment ces valeurs restent des ordres de grandeurs de la porosité des échantillons « fictifs » de calcarénite plus au moins homogènes, ayant le même état de conservation que les zones étudiées.

Le Tableau III-1 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** présente les résultats d'absorption d'eau par le tube de Karsten et les coefficients de capillarité estimés correspondants. Ces derniers ont été déterminés en utilisant la corrélation déterminée entre les deux coefficients d'absorption d'eau (Cf II.3.3). D'après les résultats, la zone 1-PN présente un coefficient d'absorption d'eau par le tube de Karsten faible ($3,29 \pm 0,06 \text{ kg/m}^2 \cdot \sqrt{h}$) contrairement à la zone 1-CE dont le coefficient est pratiquement son triple : $9,41 \pm 0,52 \text{ kg/m}^2 \cdot \sqrt{h}$. De plus, les deux zones 1-H et 1-L ont des coefficients relativement très proches et compris entre les deux précédents. Par conséquent, la zone 1-PN aurait le plus petit coefficient d'absorption capillaire, suivie des zones 1-H et 1-L puis la zone 1-CE en dernière position comme le montre le Tableau III-1 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

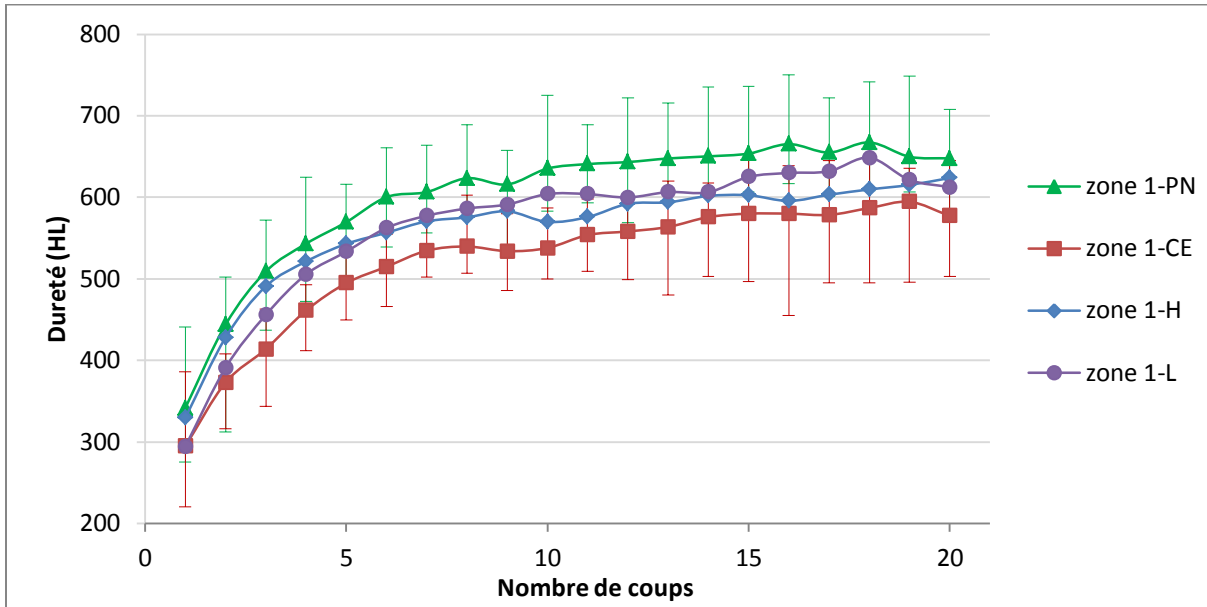


Figure III-9 Evolution de la dureté des quatre zones de la colonne étudiée

Tableau III-1 Coefficients d'absorption par le tube de Karsten mesurés et d'imbibition capillaire estimé

Parties de la colonne	Ck mesuré ($\text{kg/m}^2 \cdot \text{h}^{1/2}$)	A estimé ($\text{kg/m}^2 \cdot \text{h}^{1/2}$)
Zone 1-PN	$3,29 \pm 0,06$	$1,42 \pm 0,03$
Zone 1-CE	$9,41 \pm 0,52$	$4,05 \pm 0,22$
Zone 1-H	$5,23 \pm 0,58$	$2,25 \pm 0,25$
Zone 1-L	$5,56 \pm 0,71$	$2,39 \pm 0,31$

Avec l'hypothèse que la zone 1-H représente l'état de référence de la calcarénite car la zone de surface est partie sur plus d'un centimètre, la patine naturelle augmente la dureté et réduit l'absorption d'eau, contrairement à la desquamation en feuillets qui réduit la dureté tout en augmentant l'absorption d'eau. En effet, une fois que la pierre est extraite de la carrière, elle forme naturellement un épiderme suite à l'interaction avec l'environnement. Cette patine est généralement plus dense et dure que le cœur de la pierre et moins accessible à l'eau (Beck 2006), formant ainsi une protection pour le cœur de la pierre. Néanmoins, cette patine peut conduire à une altération par perte de matière suite à des facteurs de dégradation comme la dilatation thermique, entraînant sa décohésion et son détachement partiel du cœur de la pierre. Par ailleurs, les lichens ne semblent pas changer significativement la dureté et l'absorption d'eau de la pierre calcarénite. Cependant, il faut prendre en considération qu'avant l'apparition des lichens dans cette zone, elle a eu probablement une patine naturelle comme la zone 1-PN, puis a subi une réduction de dureté et une augmentation d'absorption d'eau sous l'effet de l'action chimique des lichens.

III.2.1.1.2 Etude d'un chapiteau détérioré

Il s'agit d'un chapiteau fissuré d'une colonne du péristyle, dont une partie est tombée en fin 2013 suite à des vents forts. Des essais de dureté et de tube de Karsten ont été effectués sur trois parties : une zone de patine naturelle notée 2-PN, une zone de cassure notée 2-C et une zone à lichens notée 2-L.

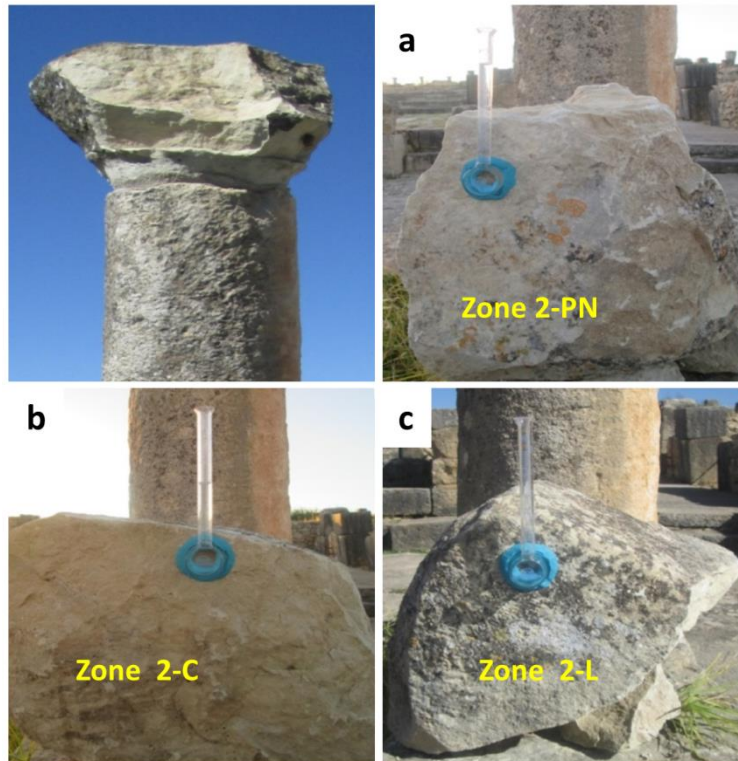


Figure III-10 *Altération et chute d'une partie du chapiteau d'une colonne à la maison de Vénus : a) Zone 2-PN b) Zone 2-C c) Zone 2-L*

Similairement au cas précédent, la dureté initiale de la partie de patine naturelle 2-PN est la plus grande 330 ± 42 HL et son coefficient d'absorption d'eau par le tube de Karsten est le plus faible ($1,73 \pm 0,84 \text{ kg/m}^2 \cdot \sqrt{h}$). Sa porosité estimée est d'environ 20,36 % indiquant le faciès jaunâtre alors que son coefficient de capillarité estimé est de $0,74 \text{ kg/m}^2 \cdot \sqrt{h}$ appartenant à l'intervalle entre le faciès blanchâtre et le faciès intermédiaire. De plus, la zone de cassure 2-C montre une dureté initiale inférieure à celle de la zone 2-PN (271 ± 33 HL) et un coefficient d'absorption d'eau plus important ($9,56 \pm 0,65 \text{ kg/m}^2 \cdot \sqrt{h}$). Ces propriétés sont du même ordre que celles de la zone altérée 1-CE du cas précédent. Cela signifie que la zone de cassure a subi probablement une altération qui a facilité la propagation d'une fissure et la chute d'une partie du chapiteau. Par ailleurs, la zone à lichens 2-L montre un coefficient d'absorption d'eau ($5,23 \pm 0,34 \text{ kg/m}^2 \cdot \sqrt{h}$) compris entre ceux des zones 2-PN et 2-C mais avec faible dureté au-delà du premier coup. La Figure III-12 montre que cette zone est couverte des lichens qui ne sont plus verdâtres et qu'elle est affectée par des petites perforations d'ordre millimétrique, communément

appelé pitting. Elles sont engendrées par des acides organiques réagissant avec les pierres calcaires (Scheerer et al. 2009). Ces perforations superficielles augmentent la porosité à la surface de la pierre entraînant une faible dureté sans affecter significativement l'absorption d'eau.

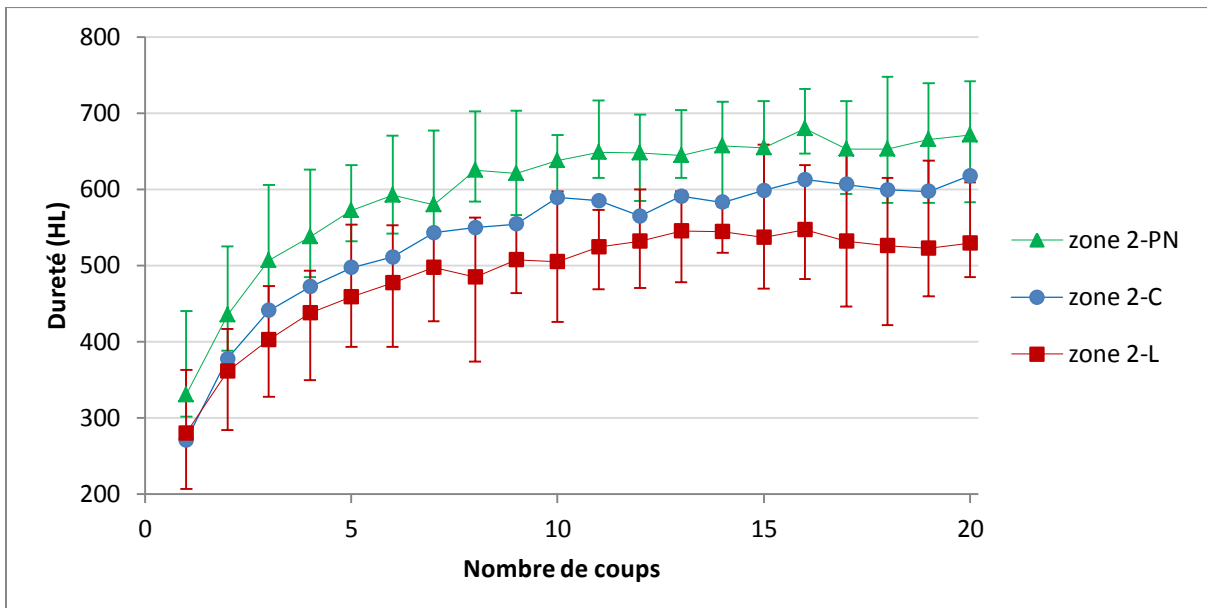


Figure III-11 Evolution de la dureté des trois zones du chapiteau étudié

Tableau III-2 Coefficients d'absorption par le tube de Karsten mesurés et d'imbibition capillaire estimés

Parties du chapiteau	Ck mesuré ($\text{kg/m}^2.\text{h}^{1/2}$)	A estimé ($\text{kg/m}^2.\text{h}^{1/2}$)
Zone 2-PN	$1,73 \pm 0,84$	$0,74 \pm 0,36$
Zone 2-C	$9,56 \pm 0,65$	$4,11 \pm 0,28$
Zone 2-L	$5,23 \pm 0,34$	$2,25 \pm 0,15$

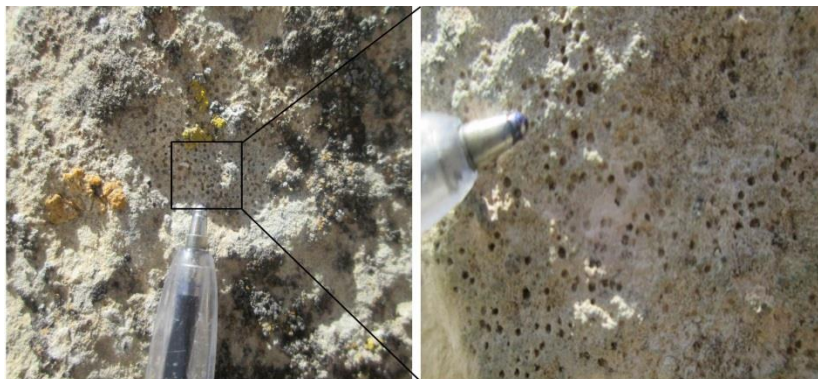


Figure III-12 Partie à lichens du chapiteau avec des trous submillimétriques (pitting)

III.2.1.1.3 Etude d'une patine jaunâtre

La Figure III-13 présente deux pierres d'un mur en maçonnerie dont les mortiers des joints sont à base de terre. Chacune des deux est montrée avec deux parties distinctes. La première partie est plane et couverte d'une patine naturelle beige (blanchâtre), alors que la deuxième partie est couverte d'une patine mince jaunâtre avec relief. Apparemment la patine jaunâtre se crée à cause du lessivage des joints par la pluie et du dépôt de la matière venant des joints et transportée dans certaines parties des pierres adjacentes.

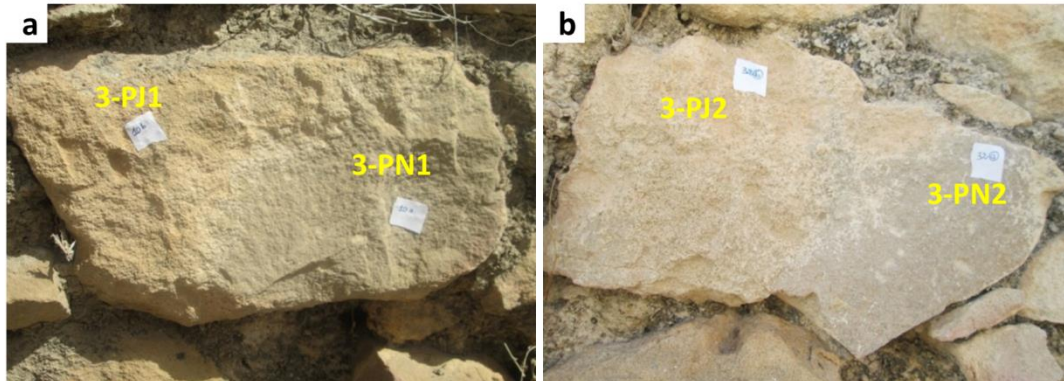


Figure III-13 Calcarénites affectées partiellement par une patine jaunâtre : a) Pierre1 b) Pierre2

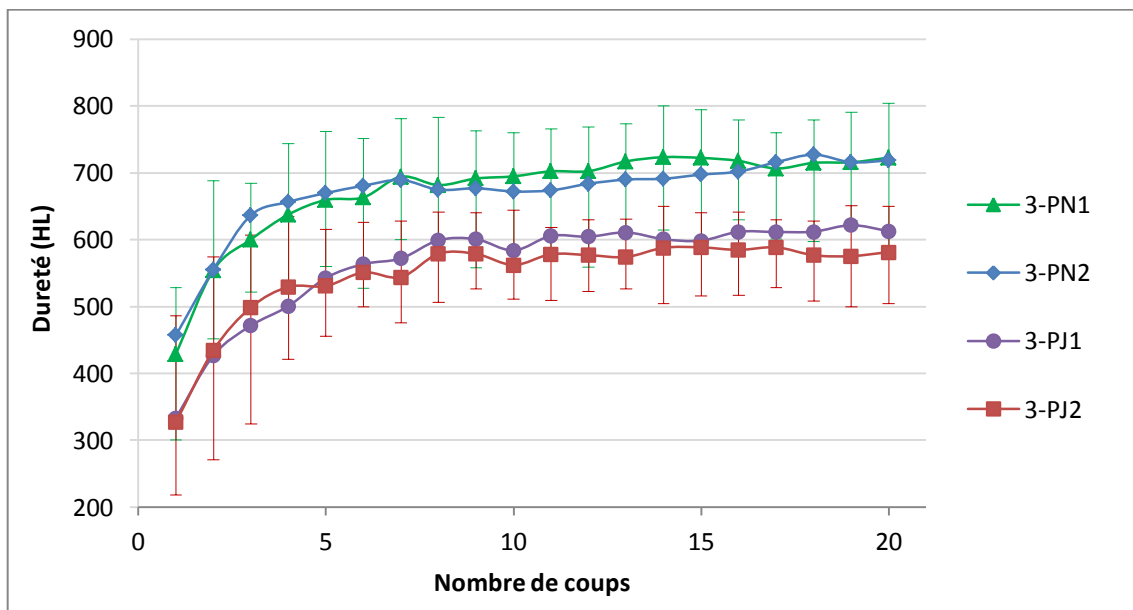


Figure III-14 Evolution de la dureté des parties altérées et saines de deux calcarénites étudiées

La Figure III-14 montre l'évolution de la dureté des deux parties pour chaque pierre en fonction du nombre de coups. D'une part, on remarque que les valeurs de dureté sont proches pour les deux pierres que ce soit au niveau des parties avec patine naturelle 3-PN1 et 3-PN2 ou des parties altérées avec la patine jaunâtre 3-PJ1 et 3-PJ2. En fait l'écart maximal de dureté entre

les deux pierres est de 7 % pour les deux types de patine quel que soit le nombre de coups. D'autre part, l'altération a réduit la dureté d'environ 110 HL pour les différents coups. En appliquant la corrélation dureté-porosité établie, la porosité des parties 3-PN1 et 3-PN2 seraient 12,4 % et 10,2 % respectivement, alors que celle des parties altérées 3-PJ1 et 3-PJ2 seraient d'environ 20,1 % et 20,6 %. Concernant l'absorption d'eau par le tube de Karsten, le Tableau III-3 montre que les valeurs des parties altérées 3-PJ1 et 3-PJ2 sont plus grandes que celles des parties 3-PN1 et 3-PN2, mais restent quand même très faibles et dans la plage du faciès blanchâtre. Par conséquent, on pourrait conclure que ce type de patine jaunâtre, en plus du changement de couleur, réduit la dureté de la pierre calcarénite sans trop affecter leur absorption d'eau.

Tableau III-3 Coefficients d'absorption par le tube de Karsten mesurés et d'imbibition capillaire estimés des deux calcarénites

Parties de pierres	Ck mesuré (kg/m ² .h ^{1/2})	A estimé (kg/m ² .h ^{1/2})
3-PN1	0,22 ± 0,04	0,09 ± 0,02
3-PN2	0,26 ± 0,03	0,11 ± 0,01
3-PJ1	0,27 ± 0,03	0,12 ± 0,01
3-PJ2	0,40 ± 0,10	0,17 ± 0,04

Des essais non destructifs ont été réalisés in situ sur des pierres calcarénites pour évaluer les effets de l'altération sur la dureté et l'absorption d'eau. Les résultats ont montré d'une part que les patines naturelles augmentent la dureté des pierres et réduisent leur absorption d'eau, contrairement aux desquamations en feuillets. Quant aux lichens, ils n'affectent pas remarquablement les deux propriétés sauf s'ils sont dans un état avancé entraînant la création des perforations submillimétriques (pitting), dans ce cas la dureté serait réduite. Par ailleurs, une patine jaunâtre réduit la dureté des calcarénites beiges (blanchâtres) sans trop affecter leur absorption. En se basant sur les résultats de cette étude, les mesures de dureté et d'absorption d'eau par le tube de Karsten peuvent être utilisées pour quantifier les différents degrés d'altération d'un même faciès, tout en estimant certaines propriétés comme la porosité et l'absorption par capillarité. Les deux mesures permettraient également de distinguer les différents faciès à moins qu'ils ne soient altérés. Dans ce cas-là, l'extrapolation des résultats du laboratoire au site doit se faire avec prudence et en combinant les deux essais.

III.2.2 Effet de l'altération sur la composition minéralogique

III.2.2.1 Echantillonnage et techniques d'analyses physico-chimiques au laboratoire

Nous avons prélevé 14 échantillons représentatifs à la surface de plusieurs pierres altérées au niveau de la maison de Vénus. Parmi les échantillons analysés, quatre sont affectés par une désagrégation sableuse S (Figure III-15) et trois sont affectés par une desquamation en feuillets F

(Figure III-16). Trois autres échantillons sont affectés chacun par une alvéolisation A, des lichens L, et une rubéfaction couplée à des desquamations en feuillet RF (Figure III-17).

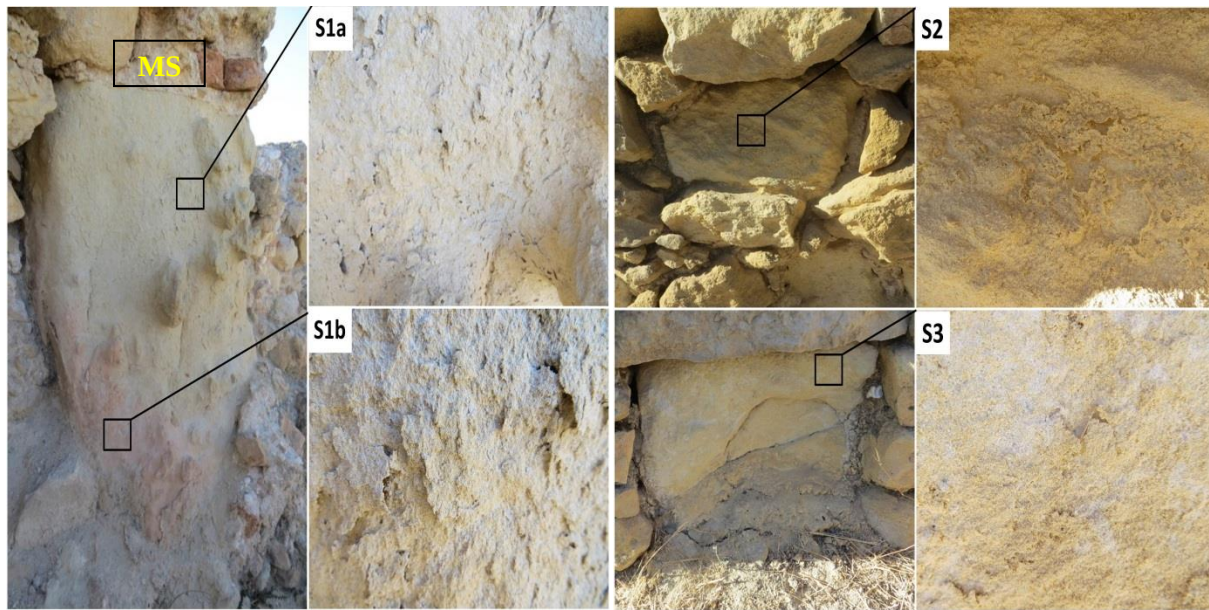


Figure III-15 Désagrégrations sableuses (S1a,S1b,S2,S3) et zone de prélèvement du mortier MS

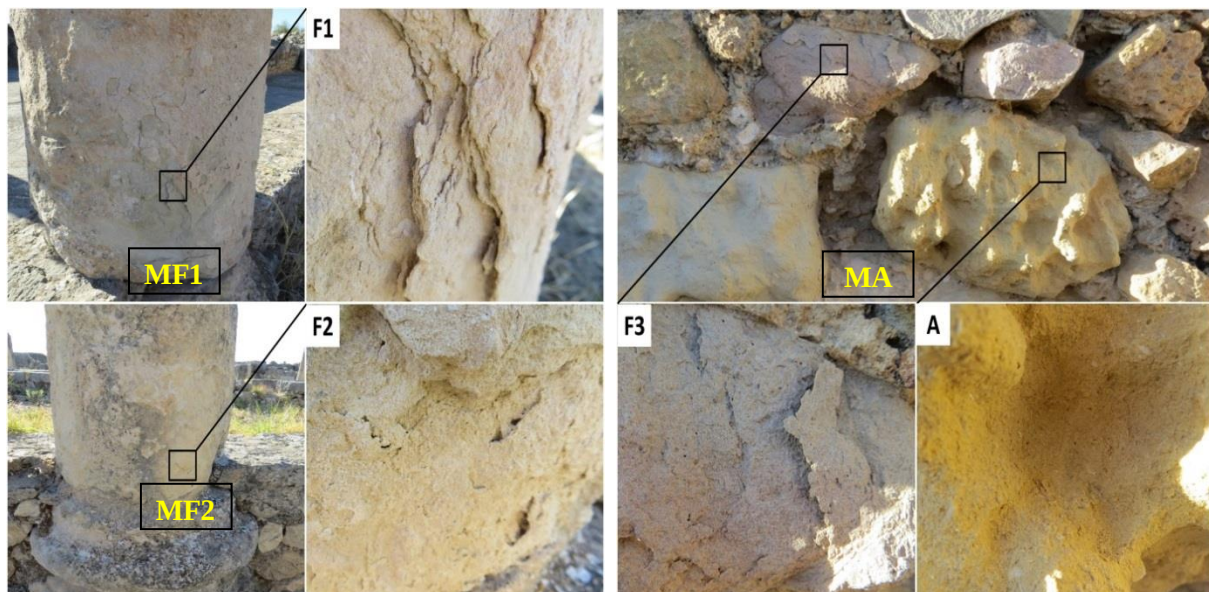


Figure III-16 Desquamations en feuillets et alvéolisation (F1, F2, F3, A) et zones de prélèvement des mortiers MF1, MF2 et MA

La composition minéralogique des échantillons a été déterminée par la diffraction des rayons X à l'aide d'un appareil INEL Diffractomètre (avec une raie $K\alpha_1$ de Cobalt: $\lambda = 1,78897$ Å). Les échantillons étudiés ont été également analysés par la chromatographie ionique (IC), afin de quantifier leurs teneurs en ions (cations et anions), selon la norme italienne (Normal 13/83 1983). Pour chaque échantillon, une solution a été préparée par dilution de 200 mg de poudre

dans de l'eau déminéralisée à une concentration de 10 g/l. Après agitation pendant 72 h, la solution a été filtrée à l'aide d'une membrane 0,45µm. Elle a été ensuite analysée à l'aide des appareillages Dionex ICS 900 et Dionex ICS 1100 pour les anions et les cations respectivement. Les mêmes échantillons ont été analysés aussi par l'analyse thermogravimétrique (ATG) à l'aide d'un appareil Linseis STA PT1000, avec une vitesse de chauffe de 5 °C/min jusqu'à 900 °C, pour quantifier les teneurs en gypse et en calcite et confirmer la présence de l'halite.



Figure III-17 Lichen et rubéfaction avec desquamations en feuillets (L, RF)

III.2.2.2 Résultats et discussion

Les résultats de l'analyse DRX des échantillons de pierres altérées sont présentés dans les Figure III-18 et Figure III-19. Les principaux constituants distinguant chaque échantillon par rapport à l'échantillon de la pierre saine sont mis en évidence. En plus des minéraux constitutifs de la calcarénite, d'autres minéraux ont été identifiés. Il s'agit de la dolomite, l'halite, le gypse et les oxalates de calcium. Etant donné que la dolomite a été détectée dans des calcarénites saines par des recherches antérieures (Dessandier et al. 2008), elle peut être considérée comme un minéral constitutif contrairement à l'halite, le gypse et les oxalates de calcium: la weddellite $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et la whewellite $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}$. Ces minéraux exogènes sont dus à une pollution extérieure. Les échantillons affectés par la désagrégation sableuse contiennent soit de l'halite soit du gypse ou les deux. Pour les échantillons atteints des desquamations en feuillets, du gypse est détecté dans l'échantillon F2 contrairement aux échantillons F1 et F3. Par ailleurs, l'échantillon d'alvéolisation contient de l'halite alors que l'échantillon affecté par la rubéfaction et des desquamations renferme du gypse. Quant à l'échantillon couvert de lichens, sa composition minéralogique indique la présence des oxalates de calcium (weddellite and whewellite), témoignant de l'activité biologique des lichens générant de l'acide oxalique (Steiger et al. 2011) Le microcline n'a pas été détecté dans certains échantillons de pierres altérées, probablement à cause de sa faible proportion ne dépassant la limite de détection.

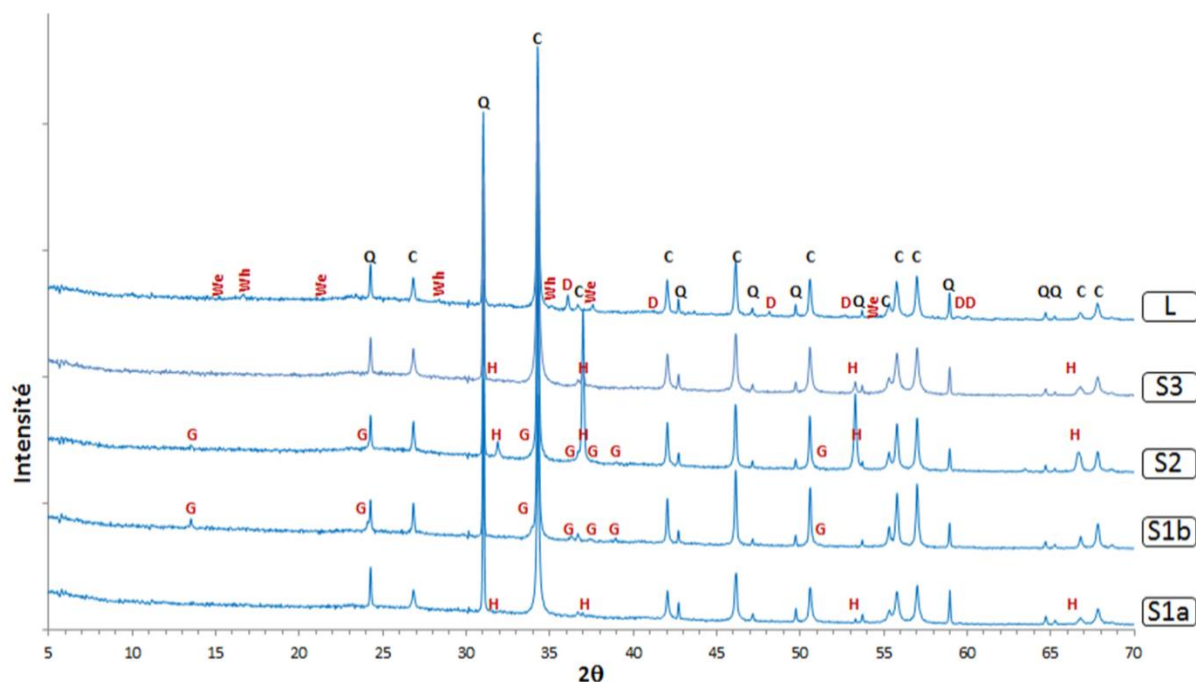


Figure III-18 Diffractogrammes des pierres altérées par les lichens ou la désagrégation sableuse

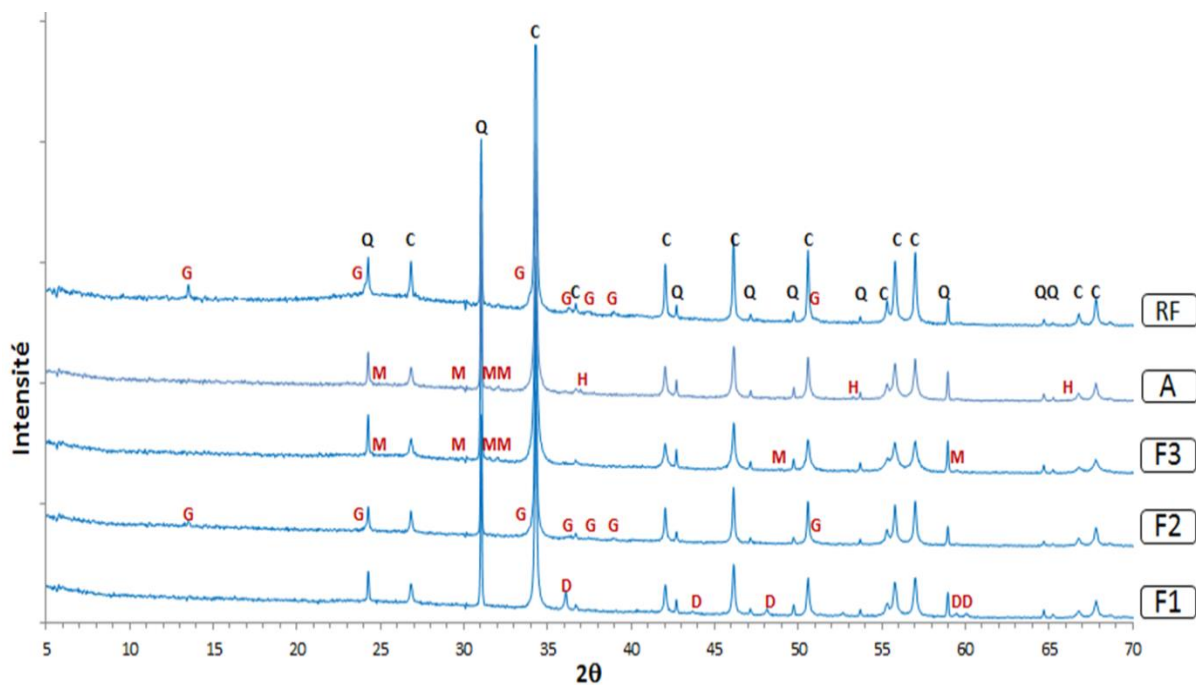


Figure III-19 Diffractogrammes des pierres altérées par les desquamations en feuillets, l'alvéolisation et la rubéfaction couplée à une desquamation

Le Tableau III-4 résume les résultats de l'analyse chromatographie ionique (IC) effectuée sur les échantillons de calcarénite saine et altérées. Ces ions sont issus de différents sels solubles présents dans les échantillons. La teneur en ion carbonates CO_3^{2-} de chaque échantillon n'a pas

été déterminée puisqu'elle est perturbée par le dioxyde de carbone de l'air, mais elle peut être déduite de la neutralité électrique des solutions. Par rapport à l'échantillon sain, les échantillons de désagrégation sableuse montrent des teneurs élevées en chlorure dépassant (0,1 %) qui est la limite recommandée par le Laboratoire de Recherche des Monuments Historiques (LRMH) du ministère français de la Culture et de la Communication (Mertz 2007). Les échantillons S1a, S2 et S3 contiennent également des teneurs importantes d'ions sodium, suggérant la présence de l'halite NaCl, surtout dans l'échantillon S2. L'échantillon S1b se caractérise par ses teneurs élevées en ions sulfate et calcium indiquant la présence éventuelle du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Ces ions sont majoritaires dans l'échantillon présentant de la desquamation en feuillets F2 contrairement aux deux autres échantillons F1 et F3. Ce dernier échantillon contient une proportion moyenne de chlorure. Quant à l'échantillon montrant de l'alvéolisation A, les ions chlorure et sodium sont les plus présents. Finalement l'analyse en chromatographie ionique révèle la présence des ions sulfate et calcium dans l'échantillon couvert de lichens L et surtout dans l'échantillon affecté par une rubéfaction (R). Ce dernier se distingue par ses fortes teneurs en sulfate et en calcium, confirmant la présence du gypse. D'autres sels tels que les sulfates de sodium et de magnésium, le chlorure et le nitrate potassium sont probablement présents dans les échantillons altérés mais en faibles quantités.

Tableau III-4 Teneurs en ions dans les calcarénites saine et altérées déterminées par la chromatographie ionique

Echantillons analysés	Teneurs en ions mesurées (%)						
	Cl^-	NO_3^-	SO_4^{2-}	Na^+	Mg^{2+}	K^+	Ca^{2+}
Echantillon Sain	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,11
Echantillons altérés - désagrégation sableuse							
S 1a	1,03	0,14	0,09	0,42	0,07	0,02	0,56
S 1b	0,39	0,04	2,79	0,14	0,06	0,03	2,34
S2	10,69	0,05	1,17	7,36	0,03	0,02	0,74
S3	2,21	0,06	0,11	1,35	0,06	0,01	0,34
Echantillons altérés - desquamation en feuillets							
F1	0,05	0,06	0,30	0,06	0,03	0,02	0,19
F2	0,02	0,00	3,55	0,01	0,01	0,01	1,99
F3	0,21	0,01	0,06	0,06	0,01	0,01	0,15
Echantillons altérés - alvéolisation, lichens, rubéfaction avec desquamations							
A	0,76	0,04	0,17	0,36	0,03	0,02	0,28
L	0,01	0,00	0,42	0,01	0,00	0,01	1,17
RF	0,13	0,00	12,52	0,10	0,09	0,03	7,22

Chapitre III

Etant donné que l'halite et le gypse ont été détectés dans les échantillons de pierres altérées par l'analyse DRX, leurs proportions maximales et minimales peuvent être estimées à partir des résultats de la chromatographie ionique. Pour déterminer la teneur maximale possible, nous avons affecté prioritairement les ions sodium-chlorure et de calcium-sulfate aux sels halite et gypse, respectivement. Si la quantité de matière en mole des cations diffère de celle des anions correspondants, le surplus des ions est affecté à d'autres sels, surtout les plus solubles, communément présents dans les matériaux du patrimoine bâti (Mertz 2007). Concernant la teneur minimale, nous avons supposé que les ions sodium-chlorure et calcium-sulfate proviennent d'autres sels solubles que l'halite et le gypse, comme l'antarctite ($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), le bischofite ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), l'epsomite ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), l'arcanite (K_2SO_4), la mirabilite ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), la thénardite (Na_2SO_4) et la nitratine (NaNO_3) (Mertz 2007). Ce n'est que leur surplus, s'il y en a, qui est affecté à l'halite et au gypse. A titre d'exemple, nous avons affectés initialement les ions chlorures à des cations autres que ceux de sodium, s'il en reste alors ils ont été obligatoirement liés aux ions sodium formant l'halite.

Tableau III-5 Teneurs extrêmes en gypse et en halite estimées à partir de la chromatographie ionique

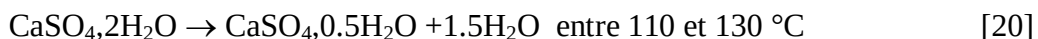
	Halite (%)		Gypse (%)	
	Max	Min	Max	Min
Echantillon Sain	0,01	0,00	0,02	0,00
Echantillons altérés - désagrégation sableuse				
S 1a	1,07	0,00	0,16	0,00
S 1b	0,36	0,00	4,99	3,99
S2	17,61	15,30	2,09	0,00
S3	3,44	2,34	0,19	0,00
Echantillons altérés - desquamation en feuillets				
F1	0,09	0,00	0,53	0,05
F2	0,03	0,00	6,35	6,24
F3	0,15	0,00	0,12	0,00
Echantillons altérés - alvéolisation, lichens, rubéfaction avec desquamations				
A	0,92	0,27	0,31	0,00
L	0,02	0,00	0,76	0,70
RF	0,21	0,00	22,43	21,37

Le Tableau III-5 montre que les teneurs minimales possibles de l'halite et du gypse de certains échantillons sont non nulles, voire importantes. Les échantillons S2, S3 et A contiennent

au moins 15,30 %, 2,34 % et 0,27 % de l'halite respectivement. Du même, il existe au moins 21,37%, 6,24 %, 3,99 % et 0,70 % du gypse dans les échantillons RF, F2, S1b et L.

L'analyse thermogravimétrique est une technique complémentaire que nous avons utilisée pour mesurer la teneur en minéraux tels que le gypse et la calcite. Les courbes thermogravimétriques des échantillons S1b, S2, F2, L et RF montrent une perte de masse dans la plage 110-200 °C (Figure III-20 et Figure III-21). Cette perte de masse correspond à la déshydratation du gypse (Moropoulou et al. 1995; Bakolas et al. 1998), qui se produit en deux étapes. Initialement, le gypse subit une déshydratation partielle vers 110-130 °C en perdant 1,5 molécules d'eau et devient par conséquent sous forme hémihydrate. Ensuite, il perd la moitié restante de la molécule d'eau à 170-190 °C et forme par conséquent le sulfate de calcium déshydraté (Papageorgiou et al. 2005). Par ailleurs, la perte de masse entre 600 et 800 °C, liée à la perte de CO₂ de la molécule CaCO₃, est plus faible pour les échantillons altérés en comparaison avec l'échantillon sain, indiquant ainsi la réduction de la teneur en calcite par l'altération. De plus, les courbes des échantillons S1a, S2, S3 et A présentent une légère perte de masse autour de 800 °C avec un pic très net dans les courbes de DTG (Figure III-20 et Figure III-21). Cette perte de masse être attribuée à l'évaporation partielle de l'halite et à l'émission du chlore (Biscontin et al. 2002; Földvári 2011; González et al. 2006), mais elle ne peut pas être utilisée pour estimer la teneur en halite puisque pour un minéral de halite de pureté nominale de 99,8 %, cette perte ne dépasse pas 0,9 % (Schindler & Schöneich n.d.). Nous observons également une légère perte de masse autour de 620 °C pour les échantillons S1a et S3. D'après les résultats de chromatographie ionique, ces échantillons sont parmi ceux qui contiennent simultanément plus d'ions de magnésium Mg²⁺ et de chlore Cl⁻. Cette perte de masse pourrait alors être due à la décomposition d'une petite quantité de dolomie non détecté par l'analyse de diffraction X : effectivement la décomposition de la dolomite s'effectue habituellement aux environs de 750-800 °C (Földvári 2011), mais elle pourrait commencer à 600-650 °C à cause de la présence de chlorure de sodium (Gunasekaran & Anbalagan 2007; Wieczorek-ciurawa et al. 1980). De surcroît, l'échantillon affecté par les lichens montre trois pertes de masse entre 100 °C et 600 °C. Elles sont attribuées à la présence d'oxalates de calcium : la weddellite et la whewellite. La décomposition thermique de la weddellite se déroule en trois étapes (Frost & Weier 2003). Premièrement, elle est convertie en whewellite en perdant des molécules d'eau entre 97 et 120 °C. La whewellite perd à son tour le reste des molécules d'eau autour de 250 °C pour former de l'oxalate de calcium anhydre. Ce dernier émet du monoxyde de carbone vers 428 °C pour former la calcite, qui se décompose autour de 600 °C.

Nous avons estimés les teneurs en gypse et en calcite dans les différents échantillons de pierres à partir de l'analyse thermogravimétrique en considérant respectivement les réactions [20] et [21].



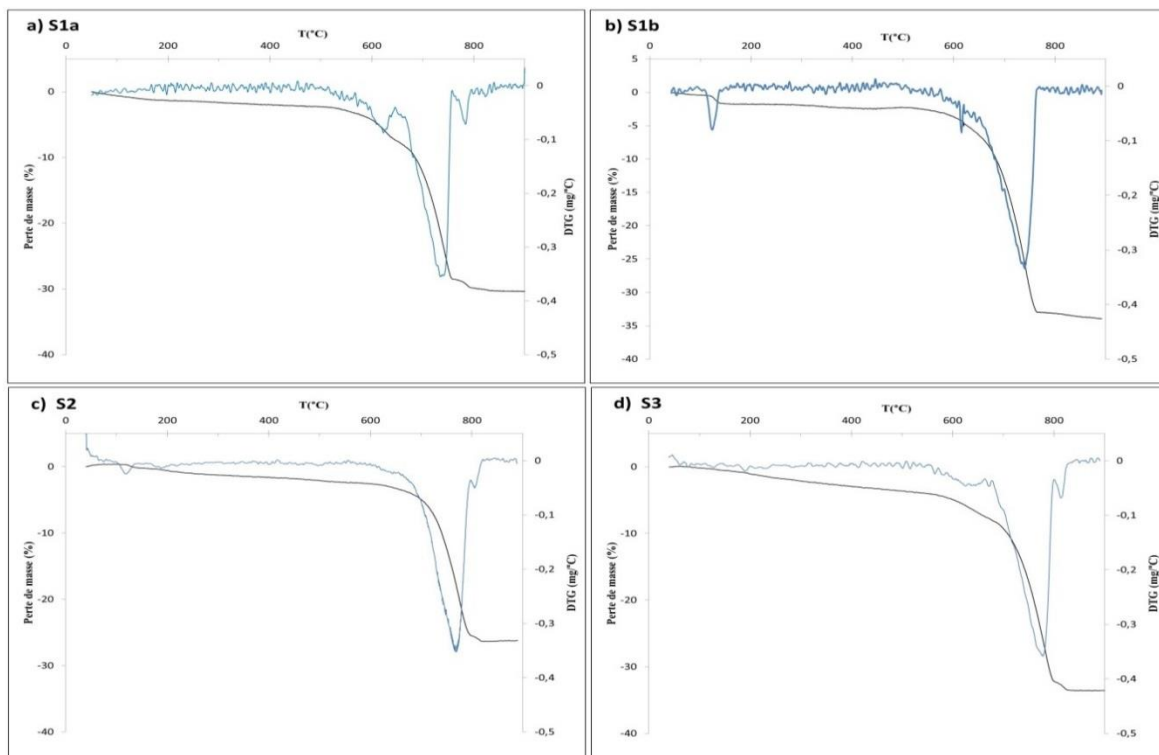


Figure III-20 Courbes thermogravimétriques des pierres altérées par la désagrégation sableuse

Tableau III-6 Les teneurs en calcite et en gypse estimées à partir de l'analyse thermogravimétrique

Echantillons analysés	Calcite (%)	Gypse (%)
Echantillon Sain	84,10	0,03
Echantillons altérés - désagrégation sableuse		
S 1a	58,09	1,17
S 1b	66,83	5,22
S2	52,40	2,50
S3	62,02	1,11
Echantillons altérés - desquamation en feuillets		
F1	69,90	0,38
F2	60,52	6,75
F3	76,58	0,10
Echantillons altérés - alvéolisation, lichens, rubéfaction		
A	69,07	0,72
L	51,03	1,01
RF	48,23	24,23

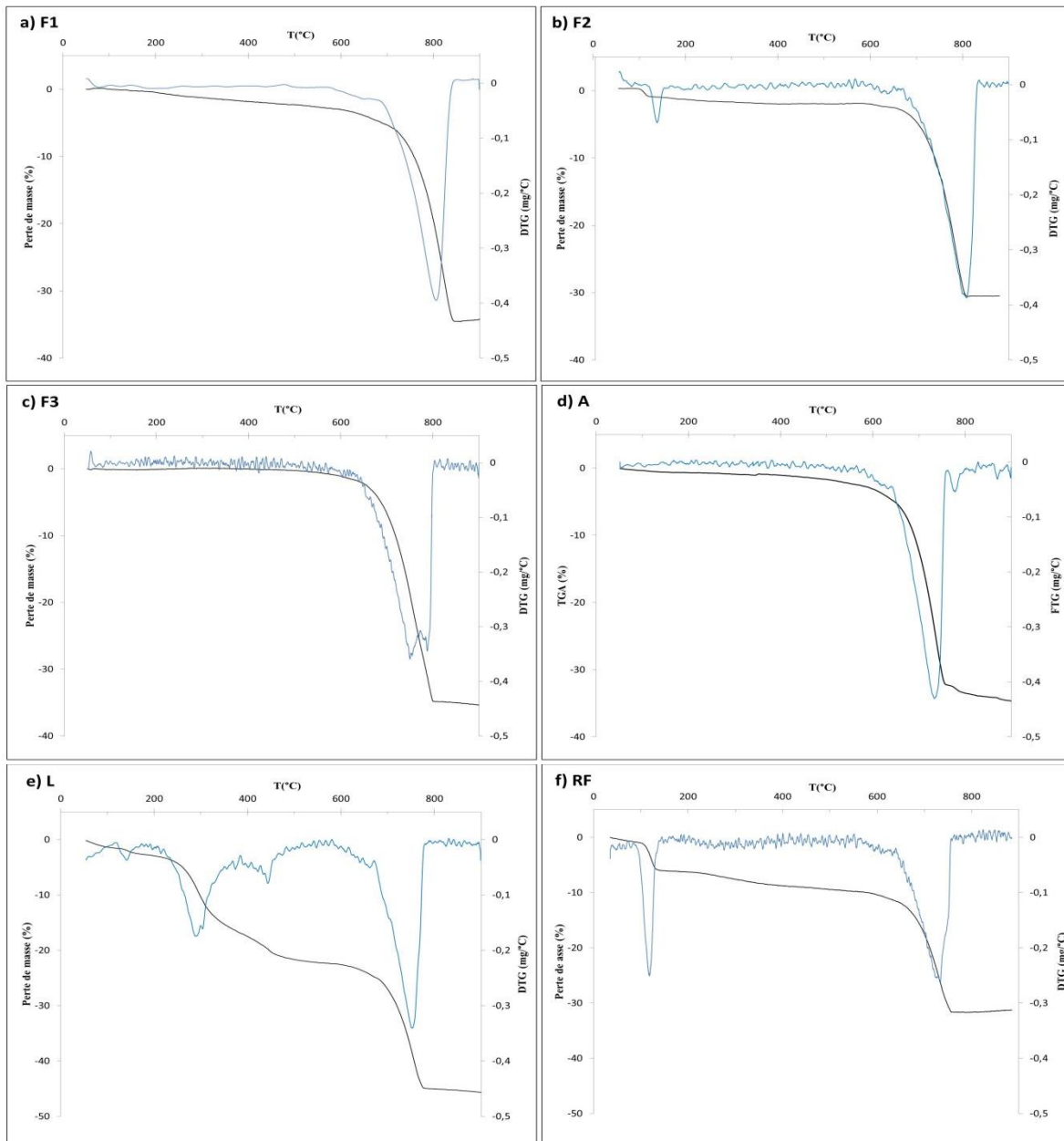


Figure III-21 Courbes thermogravimétriques des pierres altérées par les desquamations en feuillet, l'alvéolisation, les lichens et la rubéfaction avec desquamations

Le Tableau III-6 résume les résultats obtenus. Il montre clairement que la teneur en calcite des échantillons altérés est plus faible que celle de l'échantillon sain comme indiqué précédemment. Les plus faibles teneurs en calcite sont observées dans les échantillons S2, RF et L. Dans les deux premiers échantillons, l'halite et le gypse sont présents en grande proportion réduisant par conséquent la proportion de la calcite. Pour l'échantillon L, la faible teneur en calcite peut être due à la réaction de la calcite avec l'acide oxalique produit par les lichens, pour former des oxalates de calcium (Steiger et al. 2011).

La teneur en gypse varie de 0,03 % pour l'échantillon sain à 24,23 % pour l'échantillon RF. Les résultats de l'analyse thermogravimétrique et la chromatographie ionique sont donc en accord pour la majorité des échantillons à l'exception des échantillons S1a, S3, A et L pour lesquels les teneurs en gypse évaluées à partir de l'analyse thermogravimétrique dépassent largement celles estimées à partir de la chromatographie ionique. En effet, les teneurs en gypse de ces échantillons ont été vraisemblablement surestimées puisque leurs courbes DTG ne montrent pas un pic net entre 110-130 °C pour les trois premiers échantillons. Les pertes de masse dans cette plage de température pourraient être attribuées également à l'évaporation de l'eau physiquement liée, qui peut se produire jusqu'à 120 °C-150 °C (Marques et al. 2006; Podoba et al. 2014), notamment pour les trois échantillons contenant un sel hygroscopique: l'halite. De la même manière, concernant l'échantillon L, une partie de la perte de masse peut être due à la déshydratation partielle des oxalates de calcium (Frost & Weier 2003).

Sur la maison de Vénus, l'altération a affectée principalement des calcarénites de faciès jaunâtre et intermédiaire, avoisinantes du sol et des joints de mortiers utilisés lors des interventions antérieures. Afin de déterminer les causes d'altération de ces pierres calcarénites, des prélèvements ont été effectués sur leurs parties superficielles. Des analyses minéralogiques et chimiques ont été réalisées sur ces échantillons et sur un échantillon de calcarénite saine pour comparer leurs compositions. Ces analyses ont montré que la majorité des pierres altérées analysées contiennent de l'halite et du gypse issus d'une contamination puisque la pierre calcarénite saine n'en contient pas (Aalil, Beck, et al. 2016a). Les échantillons altérés par une désagrégation sableuse ou une alvéolisation contiennent surtout de l'halite. Sa teneur pourrait atteindre plus de 15 % dans certains échantillons, notamment l'échantillon (S2). Concernant, les échantillons altérés par desquamation en feuillets, certains contiennent du gypse, comme l'échantillon (F2) contenant plus de 6 %, prélevé au voisinage d'un joint de mortier à base de ciment gris, et surtout l'échantillon (RF) affecté par une rubéfaction couplée à des desquamations, dont le teneur en gypse s'élève à plus de 21 %. D'autres échantillons desquamés ne renferment pas des phases nocives malgré leur altération très prononcée. Cette dernière est éventuellement due plutôt aux effets thermiques, ou bien les sels ayant générés l'altération ont été lessivés par les pluies. Dans la partie suivante, nous étudierons d'abord les sources potentielles des sels détectés et nous évaluerons ensuite l'effet des contraintes thermiques sur les pierres calcarénites au niveau de la maison de Vénus.

III.3 Les principales causes des altérations de la calcarénite à la maison de Vénus

III.3.1 Cristallisation des sels

Etant donné que le site Volubilis est situé dans une zone rurale non polluée par l'activité industrielle, à plus de cent kilomètres des rives côtières, les sources potentielles de l'halite et du gypse peuvent être les matériaux voisins des pierres altérées comme, par exemple, les sols et les mortiers (Aalil, Beck, et al. 2016a).

III.3.1.1 Sources potentielles des sels exogènes

III.3.1.1.1 Les sols

Trois échantillons de sols ont été prélevés à 200 mm de profondeur en éliminant la partie supérieure contenant de la végétation : deux à l'intérieur de la maison de Vénus et le troisième à son voisinage (Figure III-7). Ces échantillons ont été analysés, comme précédemment, par la diffraction aux rayons X, la chromatographie ionique et l'analyse thermogravimétrique.

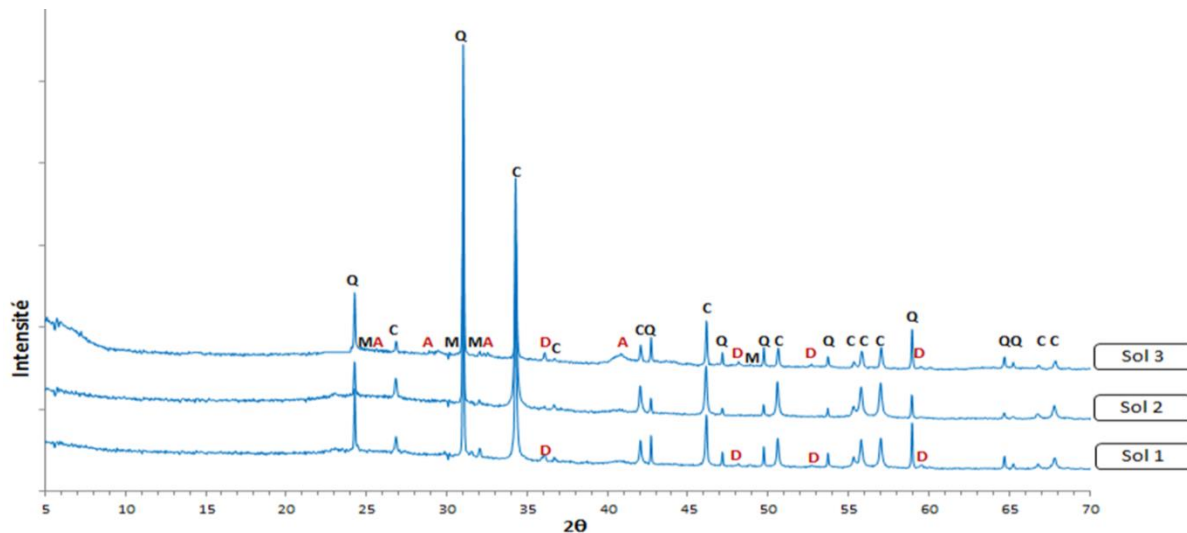


Figure III-22 Diffractogrammes RX des trois sols étudiés

La Figure III-22 présente les résultats de l'analyse DRX effectuée sur les trois échantillons de sols. Ces derniers sont constitués principalement de la calcite, du quartz et de petites quantités de microcline, de dolomite et d'albite. Des sels tels que l'halite et le gypse n'ont pas été détectés. Le tableau ci-dessous donne les teneurs en ions déterminées par la chromatographie ionique. Il est clair que les teneurs en ions chlorure et de sulfate des trois échantillons de sols sont trop faibles (Tableau III-7). Cela suggère que le sol n'est pas la source des sels abondants dans les pierres et que la contamination n'est pas due au contact direct entre le sol et les pierres calcarenite qui étaient sous terre avant l'excavation du site.

Tableau III-7 Teneurs en ions par CI dans les trois sols étudiés

	Teneurs en ions mesurées (%)						
	Cl ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Na ⁺	Mg ²⁺	K ⁺	Ca ²⁺
Sol 1	0,01	0,02	0,01	0,01	0,01	0,02	0,19
Sol 2	< 0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,02	0,12
Sol 3	0,01	0,01	0,11	0,01	0,01	0,01	0,14

III.3.1.1.2 Les mortiers

Quatre échantillons de mortiers voisins aux pierres altérées précédentes ont été analysés pour déterminer leurs teneurs en sels. Les Figure III-15 et Figure III-16 montrent la localisation de prélèvement des échantillons étudiés.

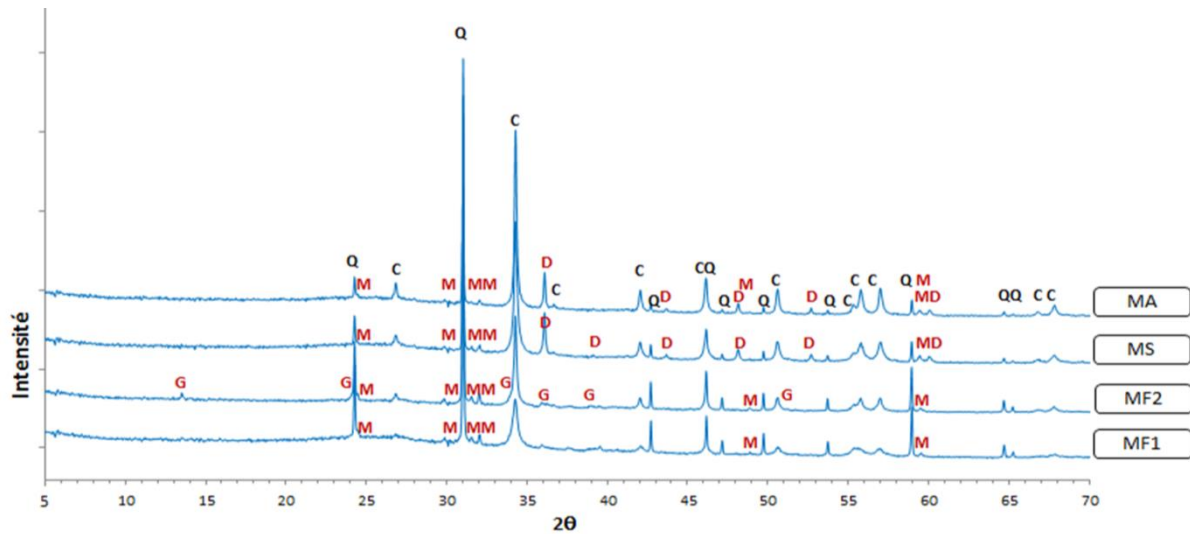


Figure III-23 Diffractogrammes RX des quatre mortiers analysés

Tableau III-8 Teneurs en ions par CI dans les quatre échantillons de mortiers étudiés

Mortiers analysés	Teneurs en ions mesurées (%)						
	Cl ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Na ⁺	Mg ²⁺	K ⁺	Ca ²⁺
Mortier MF1	0,02	0,02	0,04	0,01	0,00	0,01	0,13
Mortier MF2	0,09	0,06	2,67	0,11	0,02	0,08	1,98
Mortier MS	0,95	0,10	0,16	0,25	0,06	0,02	0,44
Mortier MA	0,44	0,04	0,21	0,18	0,02	0,02	0,27

D'après les résultats de l'analyse DRX, ces mortiers sont composés principalement comme phases cristallisées, par de la calcite et du quartz, en plus de la dolomite et du microcline (Figure III-23). Le mortier MF1 ne contient ni de l'halite ni du gypse selon la DRX et l'analyse thermogravimétrique (Figure III-23 et Figure III-24). Ces teneurs en ions sont très faibles d'après la chromatographie ionique (Tableau III-8). Par contre, le gypse a été identifié dans l'échantillon du mortier MF2, prélevé d'un joint de mortier à base de ciment gris au voisinage de la pierre (échantillon F2) atteinte par la desquamation en feuillets (Figure III-16). Le mortier F2 a une grande teneur en ions sulfate (2,67 %) et de calcium (1,98 %) indiquant la présence du gypse. Ceci est confirmé par l'analyse thermogravimétrique montrant une perte de masse autour de 120 °C (Figure III-24). Par ailleurs, l'halite n'a pas été détectée dans les échantillons des mortiers MS et MA par la DRX même si leurs teneurs en chlorure et en sodium sont importantes. La courbe

thermogravimétrie de l'échantillon S montre une perte de masse autour de 800 °C confirmant la présence de l'halite. Cette perte n'est pas assez marquante pour l'échantillon du mortier MA, due éventuellement à sa faible teneur en halite.

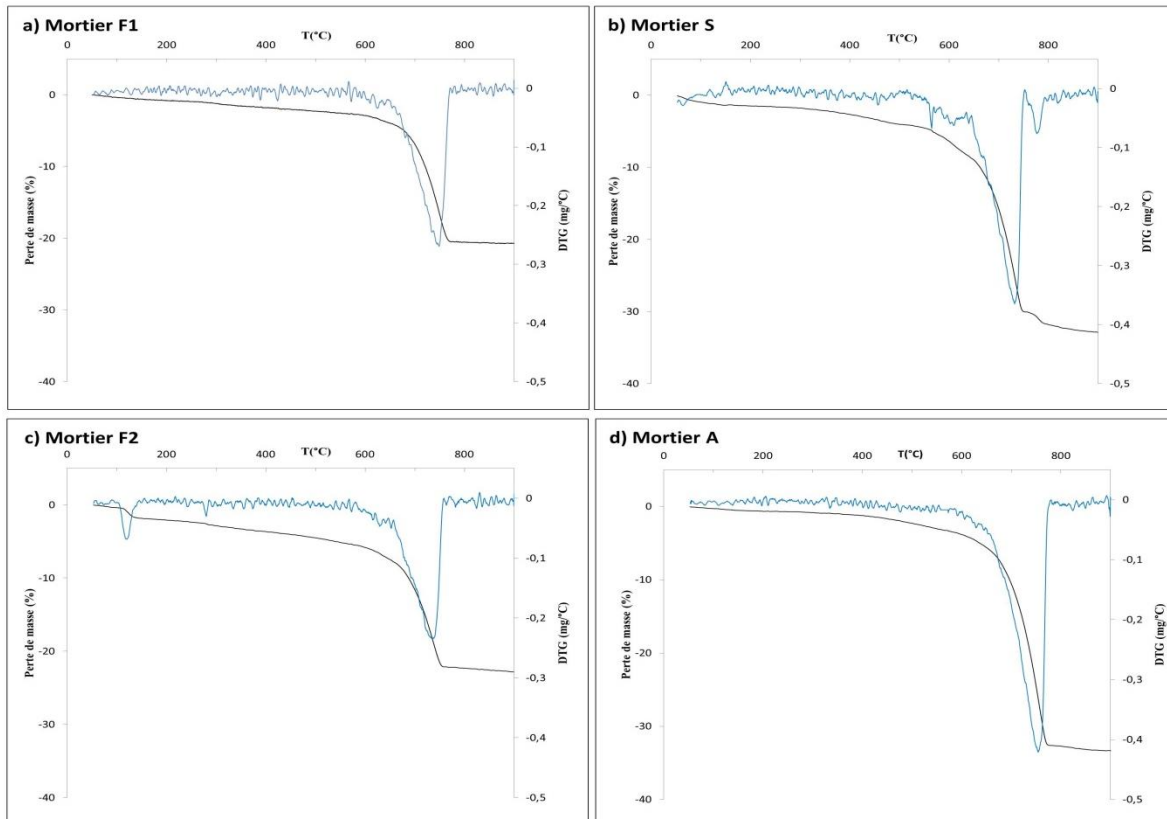


Figure III-24 courbes thermogravimétriques des quatre mortiers étudiés

Les teneurs en halite et en gypse ont été estimées dans les échantillons de mortiers comme précédemment. Comme le montre le Tableau III-9, la teneur en halite d'après la chromatographie ionique peut atteindre 0,65 % dans le mortier MS et 0,45 % dans le mortier MA, sans dépasser 0,14 % dans les mortiers MF1 et MF2. Cependant, la teneur en gypse dans l'échantillon du mortier MF2 est au moins 4,04 % d'après la chromatographie ionique et atteint 6,79 % d'après l'analyse thermogravimétrique. Les autres échantillons contiennent moins de gypse. Les teneurs en gypse déterminées par l'analyse thermogravimétrique sont supérieures à celles déterminées par la chromatographie ionique. En fait, une partie de perte de masse entre 110 et 130 °C peut être attribuée à la perte de l'eau physiquement liée (Podoba et al. 2014; Wilson et al. 2003; Shoval & Paz 2013) et à l'eau intercouche des silicates de calcium hydratées, qui se décompose entre 100 et 125 °C (Feldman & Ramachandran 1971). Nous n'avons pas détecté cette phase par l'analyse DRX en raison de sa faible teneur, puisqu'elle a été détectée dans des mortiers à base de chaux-ciment (Arizzi & Cultrone 2011; Cizer et al. 2008), des mortiers naturellement hydrauliques (Lanas et al. 2004) et des mortiers pouzzolaniques (Ubbriaco & Tasselli n.d.).

Tableau III-9 Teneurs en gypse et en halite estimées à partir de la chromatographie ionique et l'analyse thermogravimétrique

Mortiers analysés	CI				ATG
	Halite (%)		Gypse (%)		Gypse (%)
	Max	Min	Max	Min	
Mortier MF1	0,03	0,00	0,07	0,00	0,58
Mortier MF2	0,14	0,00	4,79	4,04	6,79
Mortier MS	0,65	0,00	0,28	0,00	0,97
Mortier MA	0,47	0,00	0,38	0,00	0,81

Comme nous l'avons constaté auparavant, la contamination en sels est une cause principale de la dégradation de la pierre calcarénite au niveau de la maison de Vénus. L'halite et le gypse sont les principaux sels identifiés dans les pierres dégradées. Ces deux sels exogènes sont communément détectés dans les monuments (Charola et al. 2006; Doehne 2002). On peut les identifier dans plusieurs environnements : urbain, rural et marin (Al-Omari et al. 2015; Janvier-Badosa et al. 2013; Zaouia et al. 2005) et peuvent avoir différents origines. L'halite est liée surtout à l'eau de mer, aérosols marins (Cardell et al. 2003) et aux sels de déverglaçage (Winkler 1987). Le gypse est principalement associé à la pollution atmosphérique (Janvier-Badosa et al. 2013; Beck & Al-Mukhtar 2010b), la colonisation biologique (Sand & Bock 1991) ou des matériaux incompatibles comme des mortiers et des produits de nettoyage et de conservation (Přikryl & Svobodova 2004; Silva Hermo et al. 2010; Kloppmann et al. 2011). Afin d'identifier les sources de l'halite et de gypse détectés dans la majorité des pierres dégradées de la maison de Vénus, il est important de préciser que le site Volubilis est situé dans une zone rurale, à environ 105 km de la mer, sans phénomènes de gel. Les résultats des analyses précédentes indiquent que les sels pourraient provenir des mortiers utilisés pour la restauration de la maison de Vénus. Des travaux précédents ont souligné l'utilisation de matériaux riches en sels comme la brique, le béton et des mortiers à base du ciment gris lors des interventions de restauration et d'entretien sur le site pendant les XIX-XX^{ème} siècles (Vallet et al. 2011).

Tableau III-10 Teneurs en CO₂ et l'inverse de ratio d'hydraulicité des quatre mortiers étudiés

Mortiers	CO ₂ (%)	CO ₂ /H ₂ O
Mortier MF1	17,82	8,49
Mortier MF2	17,01	4,56
Mortier MS	26.51	5,43
Mortier MA	29.51	9,33

D'une part, la grande teneur en gypse dans certains mortiers semble être due à l'utilisation de grandes quantités du ciment Portland comme ajout aux mortiers à base de chaux, et ceci afin

d'améliorer leurs performances mécaniques et de réduire leurs temps de prise. D'après le Tableau III-10, les quatre mortiers étudiés ont un ratio inverse d'hydraulicité CO₂/H₂O inférieur à 10. Nous pouvons alors les considérer comme des mortiers hydrauliques (Moropoulou et al. 1995). Nous avons calculé ce rapport à partir de l'analyse thermogravimétrique en attribuant la perte de masse entre 200 et 600 °C à l'eau liée structurellement à des constituants hydrauliques et celle au-dessus de 600 °C au CO₂ (Moropoulou et al. 2000; Moropoulou et al. 1995). Le mortier MF2, présentant un ratio inverse de 4,56 et une teneur en CO₂ de 17,01 %, est le mortier le plus hydraulique. En revanche, le mortier MA ayant un ratio inverse important (9,33 %) et une grande teneur en CO₂ (29,56 %), est le plus proche des mortiers à base de chaux aérienne qui s'est carbonaté. La forte hydraulicité du mortier MF2 est attribuable à l'ajout de grandes quantités de ciment Portland, surtout que ce mortier a été utilisé pour réassembler une colonne à sa base (Figure III-16). Malheureusement, les inconvénients physico-chimiques de l'utilisation de ciment Portland en restauration n'ont pas été pris en considération puisque il a été utilisé pour imperméabiliser les sommets des murs durant des interventions non planifiées entre 2004 et 2006 (Figure III-25). D'autre part, les sels peuvent aussi être issus du sable ou de l'eau utilisés pour formuler les mortiers. Comme les matériaux régionaux sont généralement utilisés lors des interventions de restauration, le sable était sans doute apporté de l'Oued Khoumane ou des carrières proches du site. L'Oued Khoumane qui borde le site de Volubilis, et la carrière des pierres peuvent être contaminés puisque la région comprend des affleurements de marnes gypseuses et des évaporites (Cf I.1.2). En outre, selon une étude menée d'août 2010 à juillet 2011 par Ben Moussa et al. (Ben-Moussa et al. 2013), l'eau de l'Oued Khoumane est contaminée par des ions chlorure et sulfate, contenant en moyenne 286 mg/L et 628 mg/L respectivement. Cette étude spatio-temporelle a montré que les plus hauts niveaux des deux ions sont enregistrés à la zone de confluence de l'Oued Khoumane et de la source thermique Ain Hamma en été et en automne. Cela est dû au fait que l'eau de la source contient 1099 ± 212 mg/L de sulfate et 548 ± 76 mg/L de chlorure et que pendant la saison sèche il y a moins de dilution d'eau par les précipitations (Ben-Moussa et al. 2013; Ben-Moussa et al. 2012). Ainsi, le sable de ce ruisseau est potentiellement pollué par les ions chlorure et sulfate. Par ailleurs, l'analyse chromatographie réalisée sur un échantillon de l'Oued Fertassa qui traverse le site a révélé ses teneurs élevées en certains ions principalement le nitrate et le sodium (Tableau III-11), par rapport à la majorité des eaux minérales commercialisées au Maroc. Néanmoins, ces teneurs ne dépassent pas les limites européennes contrôlant la qualité des eaux destinées à la consommation humaine, qui sont 50 mg/L pour les nitrates et 200 mg/L pour le sodium (European Council 1998). Par conséquent, l'utilisation de cette eau pour les nettoyages occasionnels des mosaïques ou la formulation des mortiers pourrait ne pas être la source principale du gypse et de l'halite.

Tableau III-11 Teneurs en ions dans l'échantillon de l'Oued Fertassa

Eau d'Oued Fertassa	Teneurs en ions mesurées (mg/L)						
	Cl ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Na ⁺	Mg ²⁺	K ⁺	Ca ²⁺
	51,16	41,51	30,12	166,59	27,55	15,60	10,64



Figure III-25 Imperméabilisation des murs par des mortiers à base du ciment Portland

Le scénario le plus probable de contamination des mortiers est le suivant : pour les mortiers MS et MA), qui contiennent de l'halite et moins du gypse, nous pensons que la contamination est due à l'utilisation d'un sable contaminé en l'halite et/ou en gypse et de l'eau d'Oued Khoumane contenant des ions chlorure et sulfate. Les ions sulfate réagissent avec les ions calcium de la chaux pour générer le gypse. Pour le mortier MF2, la présence de gypse pourrait être due à l'utilisation des matériaux précédents en plus de l'ajout des grandes quantités du ciment Portland. Et pour les pierres dégradées, comment ont-elles été contaminées ? D'après les résultats précédents, les teneurs maximales en halite d'après la chromatographie ionique des échantillons de pierres S1a (1,07 %) et A (0,36 %) dépassent celles des mortiers voisins MS (0,65 %) et MA (0,47 %) respectivement. Cela pourrait être dû aux phénomènes de migration grâce à la grande mobilité de l'halite (Steiger 2003). Une fois que l'eau pénètre dans la maçonnerie par la pluie ou par condensation, l'halite se dissout et ses ions sont ensuite transportés des mortiers aux pierres adjacentes (Siedel & Klemm 2000; Perry & Duffy 1997), en particulier par absorption capillaire (Beck & Al-Mukhtar 2010a). Ces pierres contaminées s'altèrent ainsi par désagrégation sableuse ou par alvéolisation selon leur degré d'hétérogénéité. Par ailleurs, l'échantillon de pierre F2 et son mortier voisin MF2 ont des teneurs en gypse proches d'après l'analyse thermogravimétrique (6,75 % contre 6,79 %). Cependant, d'après la chromatographie ionique, la teneur en gypse dans l'échantillon de pierre F2 (> 6,24 %) dépasse celle de l'échantillon de mortier MF2 (< 4,79 %). Par conséquent, on peut conclure que le gypse provient de l'effet combiné de lichens entourant la zone d'échantillonnage et de la migration des ions sulfate du mortier vers la pierre (Siedel & Klemm 2000; Chwast et al. 2015). Par ailleurs, la grande teneur en halite dans l'échantillon de pierre S2 est fort probablement due à l'utilisation d'un sable marin dans le mortier qui l'entoure, parce que ce type de sable est largement utilisé au Maroc (Hakkou et al. 2015). Quant à l'échantillon (RF), nous estimons que sa pierre aurait subi une sulfatation à cause de la pollution entraînée par la combustion des herbes et du bois.

III.3.1.2 Mécanismes d'altération

L'altération par cristallisation des sels est un mécanisme contrôlée par les conditions climatiques (température, humidité, transfert d'eau à l'intérieur de la pierre). Chaque sel cristallise à l'intérieur des pores des matériaux poreux à son humidité relative d'équilibre de déliquescence RH_{eq} (GROSSI et al. 2011). Lorsque l'humidité relative fluctue au-dessus et au-dessous de cette humidité relative, les cycles de cristallisation et de dissolution du sel se produisent. Le dommage potentiel peut donc être estimé par le nombre de cycles de cristallisation (Benavente et al. 2010; GROSSI et al. 2011). Dans le cas des pierres contaminées par l'halite, c'est le nombre de fois que l'humidité relative diminue et franchit l'humidité de déliquescence de 75,30 % durant des jours consécutifs. À partir de l'analyse des données météorologiques au niveau de la maison de Vénus (Figure III-4), le nombre de transitions de l'halite est de 19 transitions par an. Par ailleurs, même si le gypse n'est pas hygroscopique et son humidité de déliquescence est d'environ 99,99 % (Steiger et al. 2011), la cristallisation rythmique modérée à une humidité relative entre 65 et 75 % a été observée pour des solutions de mélanges de sels (Zehnder & Schoch 2009). Un estimateur basé sur la concentration de gaz dans l'atmosphère, la durée de l'exposition et le nombre de jours avec une humidité relative supérieure à 80 % a été utilisé pour estimer l'altération par le gypse issu de la pollution atmosphérique (Lefèvre & Ausset 2002), cependant on ne pourrait pas l'utiliser pour le site Volubilis puisqu'il est situé dans une zone plus ou moins rurale.

En plus de pressions de cristallisation dans les pores (Espinosa et al. 2008), la détérioration de la pierre calcarenite peut être liée à d'autres mécanismes d'endommagement tels que la fatigue et les contraintes de cisaillement dues aux variations de température et d'humidité relative. Les variations de l'humidité relative pourraient créer une expansion irréversible et différentielle entre les parties contaminées et le cœur sain de la pierre (Lubelli & de Rooij 2009). De nombreuses études de laboratoire ont montré que les matériaux de construction contenant de l'halite se comportent différemment vis-à-vis des variations d'humidité par rapport à ceux non contaminés (Snethlage & Wendler 1997; Lubelli et al. 2007); les échantillons contaminés se dilatent suite à la chute d'humidité et se contractent à cause de son augmentation, contrairement aux échantillons non contaminés. Ce comportement inverse est observé seulement si l'humidité relative franchit l'humidité de déliquescence RH_{eq} du sel et peut entraîner la dégradation du matériau suite à des contraintes de cisaillement développées à l'interface des zones contenant différentes quantités de l'halite (Lubelli et al. 2007). En outre, l'expansion-contraction hygrique des échantillons contaminés par l'halite augmente et devient irréversible progressivement. Elle pourrait alors entraîner des dommages par fatigue. De surcroît, la contamination d'une pierre par l'halite augmente son coefficient de dilatation thermique (Al-Naddaf 2009), quant à la contamination par le gypse qui lui augmente son coefficient de dilatation hygrique et sa prise d'eau hygroscopique (Lubelli & Nijland 2014).

Des échantillons de sols et de mortiers ont été prélevés au niveau de la maison de Vénus pour identifier s'ils sont les sources principales de l'halite et du gypse, détectés au niveau des

pierres altérées de la maison. Ces échantillons ont été analysés, similairement aux pierres altérées, par la diffraction aux rayons X, la chromatographie ionique et l'analyse thermogravimétrique. Les analyses ont montré que les teneurs en halite et en gypse des sols étudiés sont trop faibles. Par conséquent, le sol n'est pas probablement la source des sels et la contamination n'est pas due au contact direct entre le sol et les pierres calcarenite avant l'excavation du site. Par ailleurs, les analyses précédentes ont révélé que certains mortiers renferment de l'halite (environ 0,65 % dans le mortier MS) et d'autres contiennent une quantité importante du gypse (plus de 4 % dans le mortier MF2). Ces sels proviennent probablement d'un mauvais choix des matières premières : eau et sable de l'oued Khoumane contaminés, ajout du ciment Portland, sable marin. Une fois que les mortiers contaminent les pierres, elles peuvent être altérées par des pressions de cristallisation des sels dans les pores, ou par des déformations différentielles excessives.

III.3.2 Contraintes thermiques

III.3.2.1 Introduction

Les contraintes thermiques constituent un facteur de dégradations des pierres monumentales. Les températures extrêmes entraînent via divers mécanismes des désagréations sableuses et des desquamations sur les pierres (Hall 1999; Tang & Hudson 2010). En effet, les pierres sont généralement hétérogènes, que ça soit à l'échelle macroscopique ou à l'échelle microscopique (plusieurs minéraux). Les diverses parties d'une pierre ne se comportent pas similairement vis-à-vis des sollicitations thermiques, notamment si leurs coefficients de dilatations thermiques sont assez différents. Cette disparité entraîne l'apparition des contraintes thermiques (Gómez-Heras et al. 2006; Hall 2011). Le comportement thermique anisotrope de la calcite pourrait induire des dégradations comme dans le cas des marbres (Siegesmund et al. 2000). Par ailleurs, lorsqu'une pierre est exposée à une température donnée, un gradient thermique est créé entre sa surface et son cœur (Tang & Hudson 2010). Il est significatif surtout pour une pierre à faible conductivité thermique et pendant des successions de journées chaudes et de nuits fraîches. Ces variations, aussi importantes soient-elles dans le cas d'un climat continental, engendrent des cycles de compression et de traction pouvant entraîner la fatigue de la pierre et sa dégradation.

Les contraintes thermiques dans les pierres sont estimées en utilisant un modèle de (Timoshenko & Goodier 1970) pour un solide élastique isotrope confiné suivant deux directions et libre dans la troisième (Bonazza et al. 2009; Ponziani et al. 2012; Turcotte & Schubert 2002; Al-Omari et al. 2014b) :

$$\sigma_T = \frac{E \cdot \alpha \cdot \Delta T}{1 - \nu} \quad [22]$$

Où

- σ_T est la contrainte thermique maximale (MPa),

- E est le module de Young (MPa),
- α est le coefficient de dilatation thermique (K^{-1}),
- ΔT est la variation de température journalière à la surface de la pierre,
- ν est le coefficient de Poisson.

Pour évaluer le risque de dégradation par les contraintes thermiques, on compare la contrainte thermique maximale à une résistance caractéristique obtenue en divisant la résistance à la compression par un coefficient de sécurité égal à 3 (Al-Omari et al. 2014b; Bonazza et al. 2009). Nous avons appliqué cette démarche en utilisant les températures enregistrées au niveau de la station météo de Meknès pour la période 1990-2016. Elles ont été d'abord traitées en vérifiant que l'écart entre deux températures maximales (ou minimales) journalières consécutives ne dépassent pas 10 °C. Ensuite, nous avons calculé les variations journalières de la température et nous les avons majorées de 6 °C (Cf III.1.2).

III.3.2.2 Résultats et discussion

Le Tableau III-12 présente les valeurs des centiles des contraintes thermiques maximales pour la période 1990-2016 et les résistances caractéristiques pour les trois faciès de la calcarénite. En statistique, un centile P % désigne un nombre N_p tel que le P % des valeurs soient inférieures ou égales à N_p . Le centile 0 % correspond alors à la valeur minimale et le centile 100 % indique la valeur maximale. D'une part, nous observons que les contraintes thermiques sont plus importantes pour le faciès blanchâtre, suivi du faciès jaunâtre puis du faciès intermédiaire. D'autre part, la contrainte thermique maximale a dépassé la résistance caractéristique seulement durant 7 % des jours pour les faciès blanchâtre et intermédiaire. En effet, les résistances caractéristiques de ces deux faciès sont égales à 15,95 MPa et 6,15 MPa alors que 93 % des contraintes thermiques maximales sont inférieures ou égales à 15,78 MPa et 6,14 MPa pour les deux faciès respectivement. Si le risque pour les faciès blanchâtre et intermédiaire serait très faible, ce n'est pas le cas pour le faciès jaunâtre. La résistance caractéristique de ce dernier (4,21 MPa) serait excédée par les contraintes thermiques durant plus de 80 % des jours puisque seulement 20 % des contraintes journalières sont inférieures à 4,43 MPa. A noter qu'il s'agit là d'une estimation du risque et non pas d'une vérification de contraintes dans le sens du dimensionnement proprement dit. D'ailleurs, dans le cas d'une maçonnerie, les pierres ne sont pas totalement encastrées parallèlement au parement. Leurs joints devraient avoir une certaine souplesse quelle que soit leur nature, par conséquent seulement une partie des contraintes thermiques calculées apparaît suite à déformations partiellement empêchées. Par ailleurs, le faciès intermédiaire, dont les contraintes estimées par le modèles sont les plus faibles, pourrait être dégradé par des contraintes engendrées par des déformations différentielles à cause de son hétérogénéité. En fait, les parties blanchâtres empêcheraient les parties jaunâtres, qui ont un coefficient de dilatation thermique plus important, de se dilater librement.

Tableau III-12 les centiles des contraintes thermiques maximales (1990-2016) et les résistances caractéristiques des trois faciès

Centiles	Contraintes thermiques maximales (MPa)		
	Faciès blanchâtre	Faciès Intermédiaire	Faciès jaunâtre
0 %	4,06	1,58	1,90
1 %	5,89	2,29	2,76
5 %	7,18	2,79	3,36
20 %	9,48	3,69	4,43
25 %	10,16	3,95	4,75
50 %	12,19	4,74	5,70
75 %	14,02	5,45	6,56
93 %	15,78	6,14	7,38
95 %	16,25	6,32	7,60
97 %	16,80	6,53	7,85
100 %	20,52	7,98	9,60
Résistances caractéristiques (MPa)	<u>15,95</u>	<u>6,15</u>	<u>4,21</u>

La Figure III-26 présente la distribution des contraintes thermiques maximales pour les trois faciès de la calcarénite pour la période (Avril 2015-Mars 2016). Elle montre clairement le caractère cyclique des contraintes thermiques résultant de celui des variations de températures. L'amplitude des cycles est d'environ 5 MPa pour le faciès blanchâtre et 2 MPa pour les faciès intermédiaires et jaunâtre. Ces chargements cycliques répétés pour des siècles, comme c'est le cas pour Volubilis, pourraient provoquer la fatigue des faciès de la calcarénite.

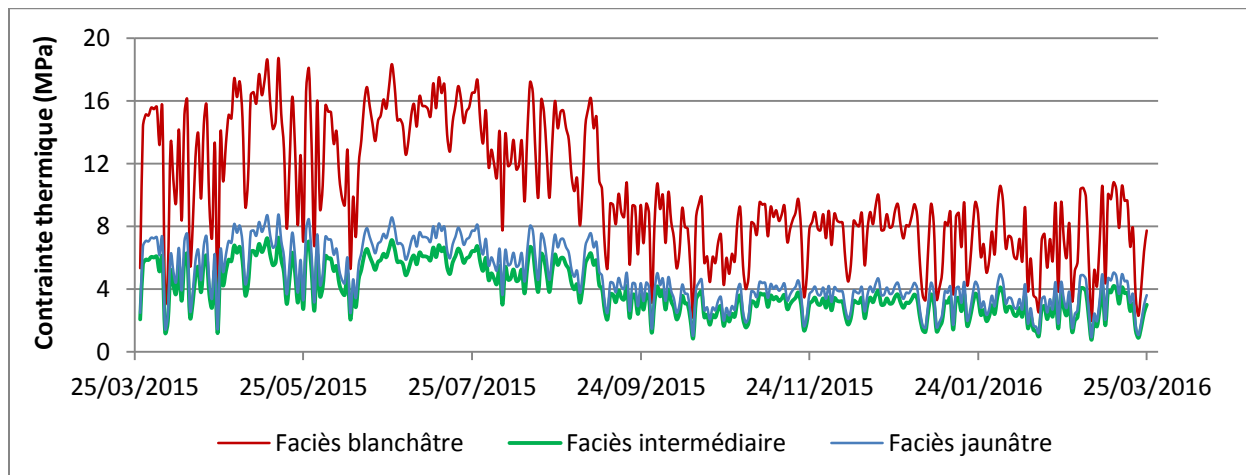


Figure III-26 Distribution de contraintes thermiques maximales estimées pour les trois faciès de la calcarénite pendant la période (Avril 2015-Mars 2016)

III.4 Conclusion

Plusieurs dégradations ont été observées au niveau du site Volubilis, notamment à l'échelle de la maison de Vénus, considérée l'une de ses somptueuses maisons. Cette maison est affectée par plusieurs désordres structuraux comme des bombements, des inclinaisons, des effondrements et des fractures. Ils entraînent l'éparpillement des pierres sur terre et l'entreprise des interventions de restauration rapides, voire précipitées, sans études préliminaires. Ces deux situations peuvent augmenter la vulnérabilité des pierres calcarénites à l'altération. D'après une investigation visuelle globale de la maison, l'altération prend plusieurs formes. Les lichens et les mousses apparaissent principalement dans les côtés nord-ouest à l'abri du soleil. De plus, certaines calcarénites sont affectées par une coloration rouge, éventuellement due aux feux allumés par des bergers. De surcroît, des détachements et des pertes de matières ont été observés principalement sur les surfaces orientales, sous forme de désagrégation sableuse, d'alvéolisation et de desquamation en feuillets. Elles ont affectés généralement des calcarénites de faciès jaunâtre et intermédiaire avoisinantes du sol et des joints de mortiers utilisés lors des interventions antérieures.

Des essais non destructifs comme la mesure de dureté et l'absorption d'eau par le tube de Karsten, peuvent être appliquées in situ pour évaluer les effets d'altération tout en respectant le principe de l'intervention minimale. Généralement, la patine naturelle augmente la dureté et réduit l'absorption d'eau contrairement aux détachements et pertes de matière. Concernant les lichens, ils ne changent pas significativement la dureté et l'absorption d'eau sauf s'ils engendrent des perforations (pitting). La patine jaunâtre à son tour, ne change pas seulement la couleur des calcarénites mais aussi elle réduit leur dureté sans trop affecter leur absorption d'eau. De plus, l'altération a affecté la composition minéralogique et chimique des certaines calcarénites. Les analyses DRX, IC et ATG ont montré que certaines calcarénites altérées, par des détachements et des pertes de matière, sont contaminées de l'halite et du gypse alors que d'autres ne contiennent pas de phases nocives.

La caractérisation des sols et des mortiers avoisinants des pierres altérées a révélé que les sols ne contiennent pas du gypse et de l'halite contrairement à certains mortiers. Ces phases sont vraisemblablement issues d'un mauvais choix des matières premières utilisées pour la formulation des mortiers : sable et/ou eau contaminés, ajout du ciment Portland. Par ailleurs, le risque de dégradation des calcarénites par les contraintes thermiques s'est avéré peu probable pour les faciès intermédiaire et blanchâtre mais élevé pour le faciès jaunâtre. Ceci pourrait justifier l'altération de d'autres calcarénites dont la composition n'est pas contaminée.

IV Mortiers pour la restauration des pierres calcarénites

Les monuments de Volubilis sont des édifices dont les pierres sont très souvent liées par des mortiers. Il s'agit des mortiers de jointoiement qui servent de liens entre les pierres pour former des maçonneries ou constituer des éléments architecturaux comme les colonnes avec leurs chapiteaux et leurs embases. Dans le chapitre précédent, nous avons vu que des mortiers à base de terre ou de chaux-terre ou de ciment ont été utilisés sur le site Volubilis. Les deux premiers types de mortier sont d'une faible résistance entraînant des écroulements des murs alors que le dernier est très rigide, pouvant causer des dommages physico-chimiques, car il contient de fortes teneurs en gypse. Le choix d'un mortier de restauration est donc essentiel. Ce chapitre est consacré par conséquent à la proposition d'un nouveau mortier compatible avec la pierre calcarénite. Il est constitué de deux parties. La première constitue une étude préliminaire pour choisir les meilleures matières premières des mortiers après leur caractérisation et leur utilisation. Quant à la deuxième partie, nous étudions les effets du dosage en différents constituants sur plusieurs propriétés des mortiers et nous proposons des modèles estimant ces effets. Ces derniers nous permettront de déterminer des mortiers compatibles à la pierre calcarénite.

IV.1 Etude préliminaire

Cette étude a été réalisée au sein du laboratoire de génie civil à l'ENSAM Meknès. Elle a deux objectifs principaux. D'une part, il s'agit de caractériser les matières premières servant à la formulation des mortiers de restauration. D'autre part, elle vise à étudier et évaluer la pouzzolanité de certains ajouts régionaux pour en choisir le meilleur. Les mortiers avec l'ajout sélectionné sont étudiés en détail dans la deuxième partie.

IV.1.1 Caractérisation des matières premières et formulation des mortiers

IV.1.1.1 Caractérisation des matières premières

IV.1.1.1.1 Présentation des matières premières

Les matières premières que nous avons étudiées sont les suivantes :

- La chaux éteinte : C'est une chaux produite par l'entreprise Lafarge, le seul producteur industriel de la chaux au Maroc. Elle est commercialisée dans des sacs sans étiquetage. Elle est destinée à être utilisée principalement dans l'agriculture, l'activité minière et l'environnement (Lafarge n.d.)
- Le sable : il s'agit d'un sable concassé issu de la carrière Moussawa située en plein montagne à 15 km au sud-est du site Volubilis (Figure IV-1). Nous l'avons initialement tamisé à 2 mm pour enlever les grands granulats. Ensuite nous l'avons lavé à l'aide d'un tamis de 100 μm pour réduire la fraction des fines qui a été très importante.
- La pouzzolane naturelle : ce sont des fragments d'une pierre volcanique noirâtre fournis par Lafarge Meknès qui l'utilise dans la fabrication du ciment, extraite de la région de Timahdite à

100 km du site. Nous avons broyé ces fragments à l'aide d'une machine de LOS ANGELES puis nous les avons tamisés ensuite à 315 μm .

- La poudre de brique : Elle est issue des briques cassées, récupérées d'un chantier sur la ville de Meknès. Les briques utilisées ont été fabriquées dans la province de Meknès qui contient 40 % des briqueteries du Maroc (Khomsi 2016). Après broyage à l'aide d'une machine de LOS ANGELES, la poudre a été tamisée aussi à 315 μm .
- Les cendres de bois : Il s'agit des cendres de bois d'oliviers récupérés des thermes publiques à Meknès. Avant leur utilisation, nous les avons également tamisés à 315 μm . Ce type de cendres a été utilisée au niveau du site Volubilis d'après la direction du site.



Figure IV-1 Carrière du sable de Moussawa

La Figure IV-2 ci-dessous présente les courbes granulométriques des cinq matières premières.

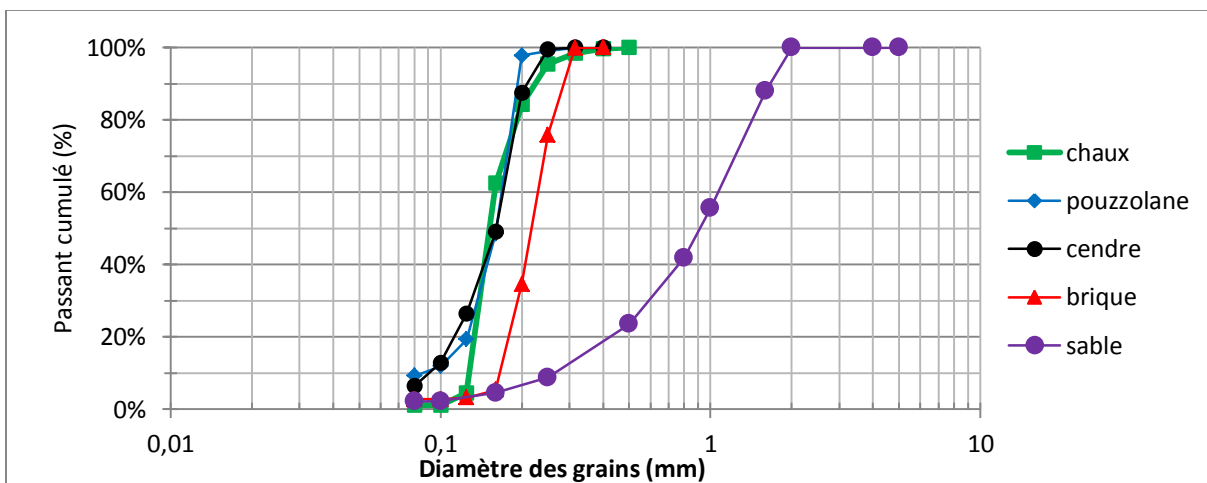


Figure IV-2 Analyse granulométrique des matières premières

IV.1.1.1.2 Composition minéralogique et chimique

La Figure IV-3 présente les diffractogrammes RX des matières premières, obtenus suite à des essais de diffraction des rayons X. La chaux est composée principalement de portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ avec deux impuretés : la calcite CaCO_3 et l'anhydrite CaSO_4 . La première phase d'impureté est engendrée par une carbonatation de la chaux avec le dioxyde de carbone ambiant, contrairement à l'anhydrite qui résulte vraisemblablement de l'impureté du calcaire traité ou de son ajout volontairement. Concernant le sable, il est purement dolomitique. Par ailleurs, la poudre de brique est constituée du quartz, du diopside et du microcline alors que la pouzzolane contient de l'augite et des traces de calcite, de diopside, de dolomite, de fluorapatite et de l'oxyde de potassium. Quant aux cendres, elles sont formées principalement de la calcite et des faibles quantités de d'autres éléments comme la dolomite, l'oxyde de potassium, le quartz et la fluorapatite.

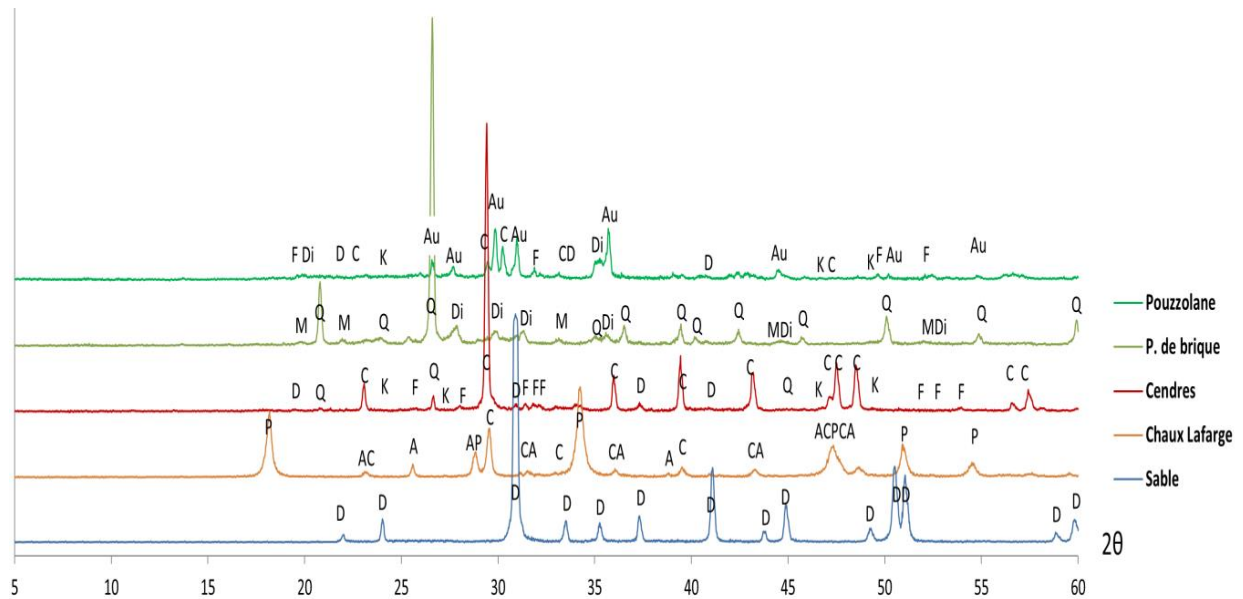


Figure IV-3 Diffractogrammes RX des matières premières : A anhydrite, Au augite, C calcite, D dolomite, Di diopside, F fluorapatite, K oxyde de potassium, M microcline, Q quartz

Tableau IV-1 Teneurs en éléments majeurs des matières premières déterminées par XRF

Matières	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	P ₂ O ₅	Na ₂ O	TiO ₂	K ₂ O	P.a.F
Chaux	69,40	1,06	0,36	0,16	0,42	4,32	0,10	0,04	-	-	24,10
Sable	26,80	1,23	0,74	0,23	25,50	0,07	0,05	0,27	-	0,07	46,40
Pouzzolane	9,78	43,10	13,90	10,30	7,87	0,22	1,38	6,00	2,74	1,24	1,79
Brique	11,2	58,8	15,3	3,72	3,56	0,83	0,28	1,15	0,51	1,48	2,93
Cendres	42,7	5,02	1,49	0,69	3,62	1,69	2,61	0,97	0,06	4,52	35,90

Une analyse chimique par fluorescence des rayons X a été réalisée sur les échantillons précédents. Nous présentons dans le Tableau IV-1 les teneurs massiques des constituants chimiques dans chaque échantillon. Pour déterminer la nature d'une chaux, un indice d'hydraulicité noté HI, appelé aussi indice de Vicat, peut être utilisé (Vicat 1818; Guillot & Roque 2010; Callebaut et al. 2001). Il permet de classer la chaux en cinq types comme le montre le Tableau IV-2 (Ecole d'Avignon 2003; Guillot & Roque 2010).

$$HI = \frac{SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3}{CaO + MgO} \quad [23]$$

Tableau IV-2 Classification des chaux en fonction de l'indice d'hydraulicité

Types de chaux	Indice d'hydraulicité
Chaux aérienne	0 - 0,10
Chaux faiblement hydraulique	0,10 - 0,16
Chaux moyennement hydraulique	0,16 - 0,30
Chaux hydraulique	0,30 - 0,40
Chaux éminemment hydraulique	0,40 - 0,50

D'après les résultats de l'analyse fluorescence des rayons X, la chaux étudiée a un indice d'hydraulicité $HI = 0,02$, confirmant bien sa nature aérienne. Cependant, sa teneur en trioxyde de soufre SO_3 est très importante, dépassant la limite exigée par la norme (NF EN 459-1 2012), qui est 2 %. Concernant le sable, les fortes teneurs en CaO, MgO et la perte à feu indiquent sa grande teneur en dolomite, qui dépasse 97 %. D'après des indices de pouzzolanité, définis comme étant la teneur en $(SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3)$ (Ramezani pour 2014) ou la teneur en $(SiO_2 + Al_2O_3)$ (Walker & Pavia 2011), la poudre de brique et la pouzzolane naturelle apparaissent comme plus pouzzolaniques que les cendres contenant principalement de la calcite.

IV.1.1.1.3 Densités et surface spécifique

Le Tableau IV-3 donne les densités apparentes et réelles des matières premières. La densité apparente du sable a été déterminée à l'aide du remplissage par le cône d'écoulement à sable d'un récipient dont le volume connu alors que celles des autres matières premières à base de fines ont été mesurées à l'aide d'un appareil de Rigden (NF EN 1097-4 2008). Quant aux masses volumiques réelles, elles ont été déterminées à l'aide d'un pycnomètre (NF EN 1936 2007). Par ailleurs, les surfaces spécifiques de la chaux et des trois ajouts minéraux ont été déterminées à l'aide de l'appareil de Blaine (NF EN 196-6 2012) (Tableau IV-4). D'après les résultats, les masses volumiques réelles des matières premières sont globalement corrélées à celles des principaux minéraux constitutifs : dolomite (2,84 g/cm³), portlandite (2,26 g/cm³), augite (3,40 g/cm³), quartz (2,65 g/cm³) et calcite (2,71 g/cm³). Par ailleurs, la chaux a une grande surface spécifique, typique des chaux aériennes (8000-15000 cm²/g) (Ecole d'Avignon 2003). Les trois ajouts ont des surfaces spécifiques inférieures à celle du ciment Portland qui est de l'ordre de 4250 cm²/g (Singh et al. 2000). La pouzzolane naturelle a la plus faible surface spécifique malgré

que sa courbe granulométrique montre qu'elle est plus fine que la poudre de brique. Ces résultats montrent que l'effet de la masse volumique apparente sur la surface spécifique de Blaine est plus marquant que celui de la granulométrie.

Tableau IV-3 Densités apparentes et réelles des matières premières

Densités (g/cm ³)	Sable	Chaux	Pouzzolane	P. de brique	Cendres
apparente	1,540	0,886	2,037	1,582	1,347
réelle	2,868	2,333	2,924	2,794	2,777

Tableau IV-4 Surfaces spécifiques de la chaux et des ajouts

Surface spécifique (cm ² /g)	Chaux	Pouzzolane	P. de brique	Cendres
	12468	1579	2945	3372

IV.1.1.2 Formulation des mortiers

Nous avons formulé sept mortiers comme le montre le Tableau IV-5 ci-dessous. Un ratio liant/sable égal à 1/3 en masse a été adopté similairement à d'autres études (Theodoridou & Charalambous 2016; E Vejmelková et al. 2012). Ce ratio a été largement utilisé au passé (Moropoulou et al. 2005; Theodoridou et al. 2013) et appartient à l'intervalle recommandé (20-40 % de chaux) pour avoir une meilleure résistance à la compression (Lanas & Alvarez 2003). En plus du mortier témoin, la poudre de brique, la pouzzolane et les cendres ont été ajoutés séparément à raison de 15 % et 30 % en masse comme taux de remplacement de la chaux. Par ailleurs, nous avons visé une maniabilité constante pour tous les mortiers. Par conséquent, nous avons ajouté à chaque mélange sec la quantité d'eau qu'il faut pour obtenir un étalement à table à secousses de 18 ± 1 cm, conformément à la norme (NF EN 459-2 2010). Les formulations ont été réalisées en deux lots : la confection des mortiers T, B15, B30 et P30 a précédé celle des mortiers P15, C15 et C30 d'une semaine. Chaque mélange sec a été malaxé pendant 5 min à vitesse lente, puis nous lui avons ajouté la quantité d'eau nécessaire préalablement déterminée, le tout a été malaxé pendant 5 min à vitesse lente et 1 min à vitesse rapide (Lanas & Alvarez 2003). Les quantités d'eau ajoutées sont en accord avec les surfaces spécifiques.

Nous avons réalisé pour chaque formulation, 3 éprouvettes prismatiques $4 \times 4 \times 16$ cm³ et 6 éprouvettes cubiques $5 \times 5 \times 5$ cm³. L'ensemble des éprouvettes ont été conservées sous un drap constamment mouillé pendant 6 jours, afin d'éviter toute évaporation tout en permettant l'accès à l'air, ensuite elles ont été démoulées puis laissées pour maturation aux conditions ambiantes du laboratoire ($T = 15 \pm 5$ °C et $H_r = 55 \pm 10$ %). A l'âge de trois mois, nous avons réalisé les différents essais de caractérisation et deux essais de vieillissement artificiel afin d'estimer leur durabilité: la cristallisation de l'halite NaCl et le choc thermique.

Tableau IV-5 Dosages des sept mortiers formulés

Formulations		Parts massiques			Teneur en eau (%)
		Sable	Chaux	Ajout	
Mortier témoin	T	3	1	0	26,3
Mortiers à poudre de brique	B15	3	0,85	0,15	25,6
	B30	3	0,70	0,30	24,4
Mortiers à pouzzolane	P15	3	0,85	0,15	25,0
	P30	3	0,70	0,30	23,4
Mortiers aux cendres	C15	3	0,85	0,15	25,9
	C30	3	0,70	0,30	25,0

IV.1.2 Caractérisation des mortiers et évaluation de leur durabilité

IV.1.2.1 Méthodes

Nous avons déterminé la porosité des mortiers par la méthode de pesée hydrostatique, de façon similaire que pour les pierres, sur trois échantillons prismatiques 4×4×16 cm³ par mortier. Ensuite, nous avons déterminé le coefficient de capillarité des mortiers par l'essai d'imbibition capillaire suivant la norme (NF EN 1015-18 2003), l'équivalente de la norme (NF EN 1925 1999) pour les pierres.

Nous avons réalisé l'essai de résistance à la flexion et à la compression selon la norme (NF EN 1015-11 2000) à l'aide d'une machine 15 kN / 300 kN PILOT Automatic compression-flexural de marque Controls. Chaque éprouvette prismatique a été mise en place de façon à avoir l'un de ses cotés sur les rouleaux. Nous avons ensuite appliqué une charge croissante avec une vitesse de 10 N/s jusqu'à la rupture. L'essai de résistance à la compression a été réalisé ensuite sur les demi prismes avec une vitesse de chargement de 50 N/s. Les résistances à la flexion et à la compression sont calculées en utilisant les formules suivantes :

$$\sigma_f = \frac{1,5FL}{bd^2} \quad (\text{N/mm}^2) \quad [24]$$

$$\sigma_c = \frac{F}{1600} \quad (\text{N/mm}^2) \quad [25]$$

Où

- σ_f est la résistance à la flexion (MPa),
- σ_c est la résistance à la compression (MPa),
- F est la force maximale appliquée,
- b est la largeur de l'éprouvette (mm),

- d est l'épaisseur de l'éprouvette (mm),
- L est la distance entre les rouleaux, égale à 100 mm.

Deux essais de vieillissement artificiel ont été réalisés sur les échantillons cubiques de 5 cm, 3 échantillons par mortier pour chaque essai. Le premier essai est un essai de cristallisation de l'halite NaCl effectué en suivant les mêmes prescriptions de la norme (NF EN 12370 1999) en remplaçant le sulfate de sodium par le chlorure de sodium. Ce sel a été choisi car il a été détecté sur le site. Par ailleurs, le deuxième essai concerne le choc thermique réalisé suivant la démarche indiquée par la nouvelle version de la norme (NF EN 14066 2003), dans laquelle la température de séchage est de 75 °C au lieu de 105 °C. Nous avons réalisé 35 cycles de chaque essai de vieillissement artificiel.

Des échantillons de mortiers T, B30, P30 et C30 ont été analysés par la chromatographie ionique (IC) à l'âge de six mois de maturation, suivant la même procédure que pour les échantillons de pierres altérées (chapitre III), pour quantifier leurs teneurs en ions.

IV.1.2.2 Résultats et discussion

IV.1.2.2.1 Densités et porosité

Les densités et la porosité des sept mortiers formulés sont présentées dans le Tableau IV-6. Le remplacement de la chaux par un ajout augmente les densités tout en réduisant la porosité. Les valeurs de porosité sont très proches des mortiers à base de chaux avec ou sans ajouts pouzzolaniques (Eva Vejmelková et al. 2012). Le taux d'augmentation des densités est plus grand pour les mortiers P, suivi par celui des mortiers B et finalement celui des mortiers C. Cela est dû principalement aux valeurs de densités des ajouts : la pouzzolane naturelle est le plus dense des ajouts alors que les cendres sont le moins dense. L'effet d'utilisation de la poudre de brique et de la pouzzolane naturelle est plus remarquable que celui des cendres. La porosité des mortiers est bien corrélée à leur teneur en eau lors de la formulation.

Tableau IV-6 Densités apparentes et réelles des mortiers formulés

Mortiers	Densité apparente (g/cm ³)	densité réelle (g/cm ³)	Porosité (%)
T	1,711 ± 0,003	2,711 ± 0,001	36,87 ± 0,14
B15	1,751 ± 0,007	2,740 ± 0,002	36,08 ± 0,27
B30	1,815 ± 0,015	2,767 ± 0,019	34,40 ± 0,63
P15	1,757 ± 0,020	2,742 ± 0,004	35,91 ± 0,67
P30	1,832 ± 0,005	2,767 ± 0,006	33,79 ± 0,08
C15	1,747 ± 0,003	2,736 ± 0,010	36,37 ± 0,09
C30	1,785 ± 0,025	2,757 ± 0,012	35,58 ± 0,71

IV.1.2.2.2 Capillarité

Les résultats de l'essai de capillarité sont présentés sur la Figure IV-4. Globalement, l'effet des trois ajouts montre la même tendance : le coefficient de capillarité décroît pour un taux de remplacement de 15 % puis croît pour un taux de 30 %. Certes, la réduction de la quantité d'eau lors de la préparation des mortiers avec ajouts pourrait diminuer le coefficient de capillarité (Arandigoyen et al. 2005), mais l'ajout pourrait modifier la distribution porale des mortiers (Arizzi & Cultrone 2012). Les mortiers à pouzzolane naturelle sont les moins absorbants d'eau par capillarité.

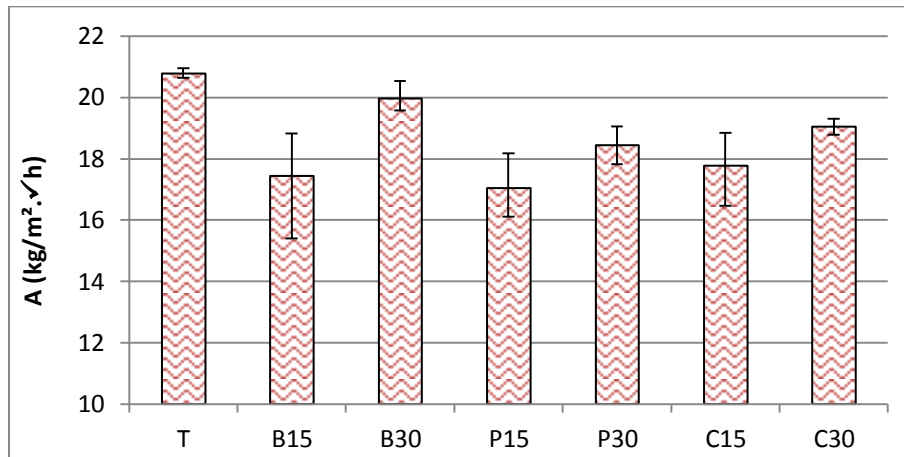


Figure IV-4 Coefficient d'absorption capillaire des mortiers

IV.1.2.2.3 Résistance mécanique

Les résistances à la compression et à la flexion des mortiers sont indiquées sur les figures Figure IV-5 et Figure IV-6. La poudre de brique a amélioré la résistance à la compression d'environ 25 % et 80 % pour des taux de remplacement de 15 % et 30 % respectivement alors que la pouzzolane naturelle entraîne une amélioration de 10 % et 35 % pour les mêmes taux. Par contre, les cendres entraînent une chute de résistance à la compression d'environ 30 %. Ceci peut être justifié par le caractère non pouzzolanique des cendres. Par ailleurs, nous observons que la résistance à la compression du mortier témoin est plus grande par rapport aux résistances à la compression habituelles des mortiers à base de chaux aérienne (1,5 MPa en moyenne d'après (Lawrence 2006)). Ce dépassement pourrait être dû à la teneur en anhydrite de la chaux. En effet, la résistance mécanique des mortiers à base d'un mélange du gypse et de la chaux est d'autant plus grande que le ratio gypse/chaux est grand (Romera et al. 2013). De plus, l'ajout du gypse anhydre, 5 % comme optimum, a augmenté la résistance à la compression des mortiers à base de chaux et de metakaolin de plus de 60 % (Morsy et al. 2017). Concernant la résistance à la flexion, les ajouts l'ont globalement augmenté sauf pour les cendres avec un taux de 30 %.

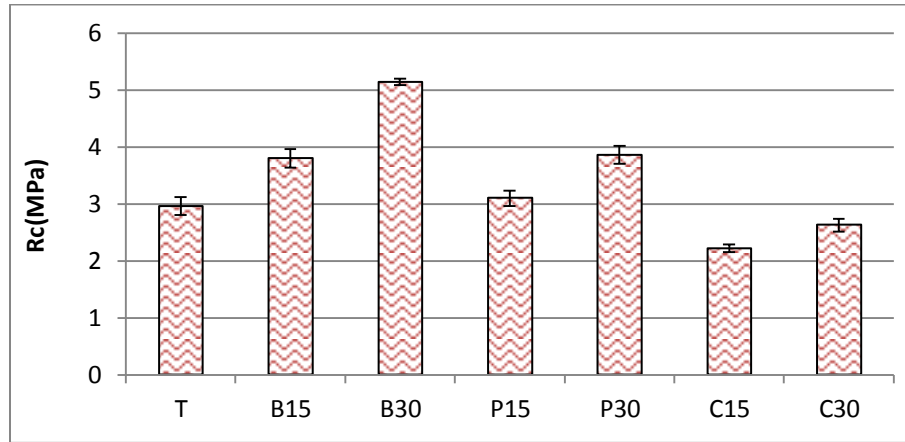


Figure IV-5 Résistance à la compression des mortiers

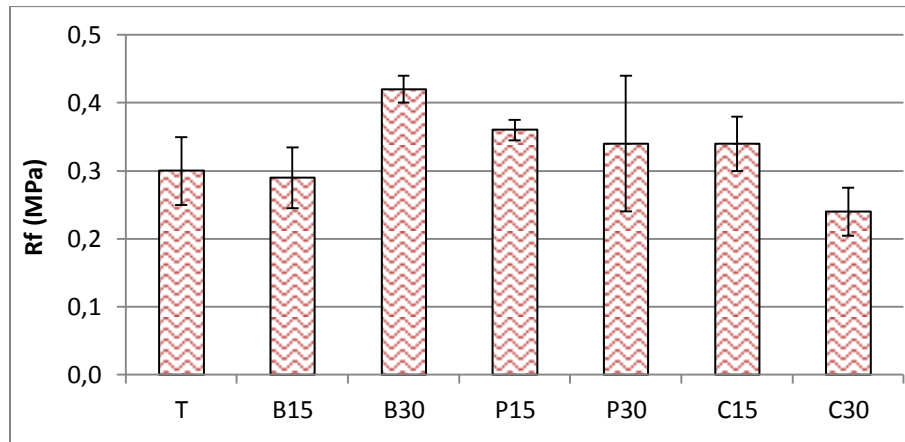


Figure IV-6 Résistance à la flexion des mortiers

IV.1.2.2.4 Durabilité

L'évolution de la variation de la masse des sept mortiers en fonction du nombre de cycles de vieillissement par cristallisation de l'halite est présentée par la Figure IV-7. D'une part, l'évolution est uniforme pour les échantillons de chaque mortier puisque les barres de variations de dispersion expérimentales sont faibles. D'autre part, pour toutes les formulations, la masse croît jusqu'au 20^{ème} cycle avec une augmentation de la masse de 16 à 24 % suite à la précipitation de l'halite dans les pores des échantillons, puis elle se stabilise pour la majorité des mortiers sauf pour les mortiers T et C15. Ces derniers commencent à perdre de la masse à partir du 17^{ème} cycle.

L'observation visuelle des échantillons montre qu'en plus des mortiers T et C15, la dégradation a atteint le mortier C30 et des petites fissures apparaissent au niveau des échantillons P15 et P30, contrairement aux mortiers à base de poudre de brique qui montrent une bonne résistance à la cristallisation de l'halite (Figure IV-8). Ces résultats sont en accord avec les valeurs de résistance à la compression.

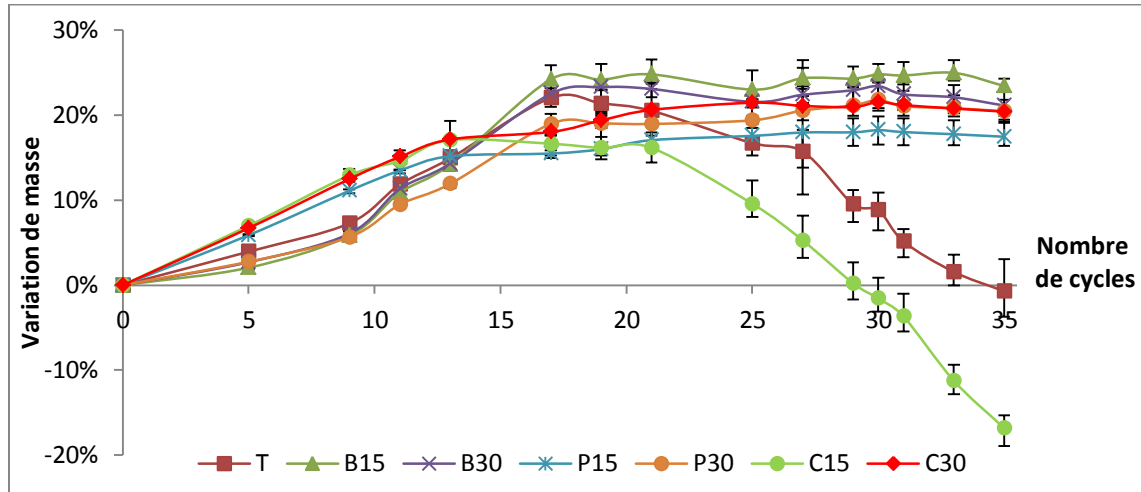


Figure IV-7 Evolution de la masse des échantillons des mortiers durant les cycles de cristallisation de l'halite

La Figure IV-9 présente la variation de masse des échantillons des mortiers durant les cycles du choc thermique. Contrairement à l'essai de cristallisation de l'halite, l'essai du choc thermique a causé des dégradations non uniformes sur les échantillons de certains mortiers comme l'indiquent les domaines de variation de la masse pour un cycle donné. Les mortiers C30, P30 et surtout P15 sont les plus vulnérables au choc thermique, perdant leurs masses à partir du 15^{ème} cycle.

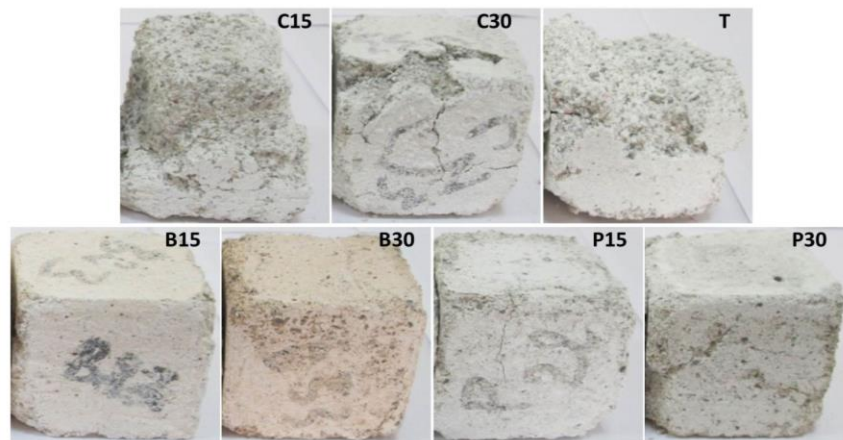


Figure IV-8 Etat de quelques échantillons des mortiers après l'essai de cristallisation de l'halite

La Figure IV-10 montre qu'en plus des mortiers C30, P30 et P15, le mortier B15 est affecté par des fissurations entraînant une petite perte de masse de 1% durant les 2 derniers cycles. Les mortiers T, C15 et B30 sont les plus résistants au choc thermique. Des recherches antérieures ont montré que les mortiers à base de chaux résistent bien aux cycles thermiques (Pavía & Treacy 2006). Cette résistance pourrait être liée à des paramètres comme le module de Young, le coefficient de dilatation thermique et les résistances mécaniques (Hasselman 1969).

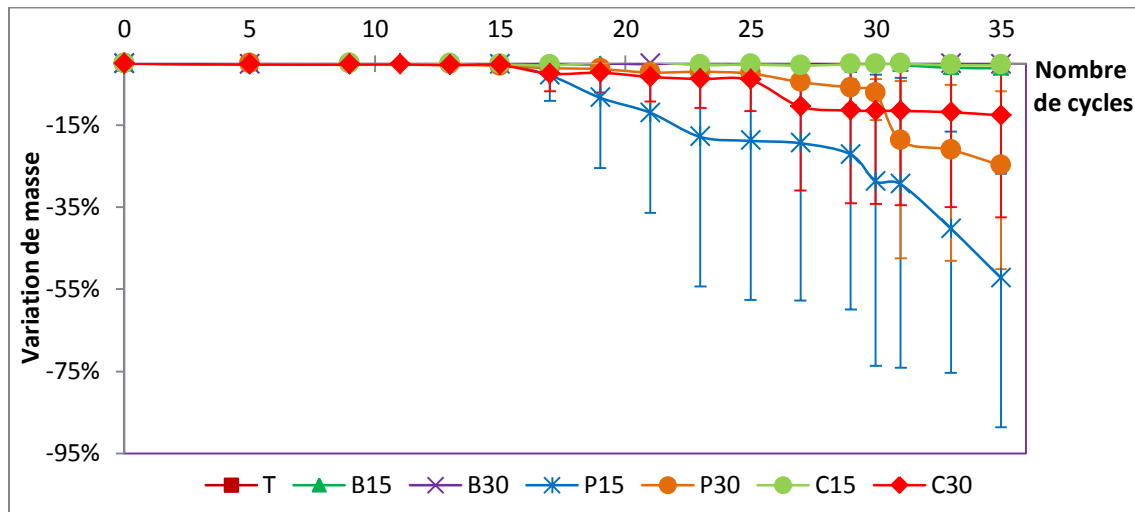


Figure IV-9 Evolution de la masse des échantillons des mortiers durant les cycles du choc thermique

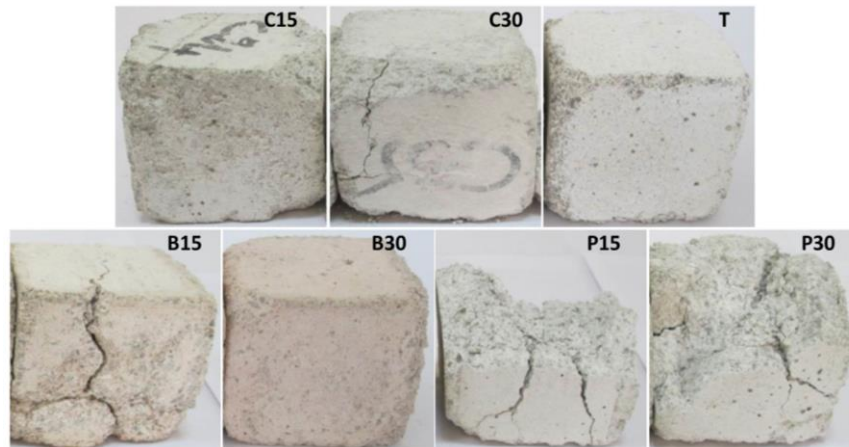


Figure IV-10 Etat de quelques échantillons des mortiers à la fin de l'essai du choc thermique

IV.1.2.2.5 Chromatographie ionique

Le Tableau IV-7 donne les teneurs en ions de quatre mortiers, le mortier témoin et les mortiers à 30 % d'ajouts à l'âge de six mois de maturation, déterminées d'après l'analyse de chromatographie ionique. Ces résultats indiquent que le mortier témoin contient une grande teneur en ion sulfate par rapport aux trois autres mortiers. La teneur en ion sulfate du mortier témoin atteint 1,05 %, elle est équivalente à une teneur en trioxyde de soufre SO_3 de 0,88 %. En considérant que l'échantillon analysé est représentatif du mortier témoin de point de vue teneurs en chaux et en sable, ce mortier devrait contenir environ 1,13 % ($4,32 \times 0,25 + 0,07 \times 0,75 = 1,13$) d'après les résultats de l'analyse XRF (Tableau IV-1) . Nous pouvons en déduire que l'ion sulfate est principalement issu de la chaux. En fait comme vue précédemment selon les analyses DRX et XRF, la chaux contient une quantité non négligeable d'anhydrite. La dissolution de celle-ci provoquerait la génération des ions sulfate détectés dans les mortiers.

Tableau IV-7 Teneurs en ions de quelques mortiers formulés

Mortiers	Teneurs en ions mesurées (%)						
	Cl ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Na ⁺	Mg ²⁺	K ⁺	Ca ²⁺
T	0,01	0,00	1,05	0,01	0,00	0,04	1,32
B30	0,02	0,02	0,27	0,01	0,00	0,02	0,88
P30	0,01	0,00	0,40	0,01	0,00	0,01	1,18
C30	0,02	0,00	0,52	0,02	0,00	0,34	3,12

D'après les résultats des essais de caractérisation et de durabilité précédents, nous concluons que :

- La chaux de Lafarge utilisée n'est pas appropriée pour la formulation des mortiers de restauration vu sa teneur en anhydrite. Par ailleurs, si elle est utilisée en restauration sur le site de Volubilis, cette chaux pourrait être une source de sulfate, et donc nocive pour la durabilité des pierres.
- Les cendres de l'olivier n'ont pas d'effet remarquable sur la performance des mortiers en termes de propriétés mécaniques et de durabilité.
- La pouzzolane naturelle réduit la porosité, augmente la résistance mécanique et améliore la résistance à la cristallisation de l'halite des mortiers à base de chaux. Cependant, ses mortiers sont vulnérables aux chocs thermiques.
- La poudre de brique s'est avéré un bon ajout pouzzolanique améliorant les propriétés mécanique et physiques et la durabilité des mortiers à base de chaux, surtout pour des taux de remplacement de l'ordre de 30 %.

Nous consacrons par conséquent la partie suivante à l'étude détaillée des mortiers à base d'une chaux normalisée et de la poudre de brique (Aalil et al. 2017). Elle a été réalisée au sein du laboratoire de génie civil à Polytech'Orléans en France.

IV.2 Etude des mortiers par un plan de mélange

IV.2.1 Présentation de la démarche et formulation des mortiers

Un mortier est un mélange de plusieurs constituants. Dans notre cas il s'agit d'un mélange de la chaux, de la poudre de brique, du sable et de l'eau. Etant donné que la quantité d'eau dépend de la rhéologie visée, nous nous sommes focalisés sur l'étude du mélange sec composés des trois constituants de base : chaux, brique, sable. Afin d'étudier l'effet de chaque constituant, nous avons appliqué la méthode des plans de mélanges (Ellis et al. 2016; Ghafari et al. 2015). Les mélanges ternaires sont représentés par un triangle équilatéral (Figure IV-11). Chaque point interne à ce triangle vérifie la loi des mélanges:

$$x_1 + x_2 + x_3 = 1 \quad [26]$$

Où x_i est la fraction massique du constituant i .

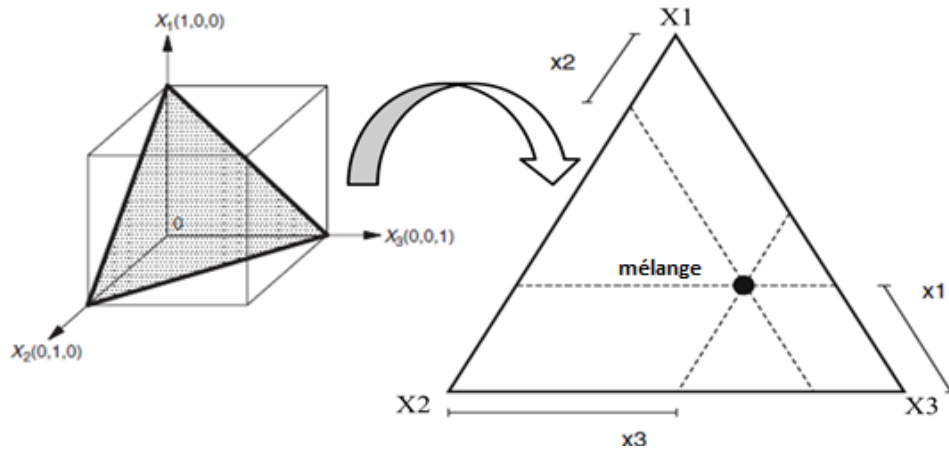


Figure IV-11 Représentation d'un mélange ternaire

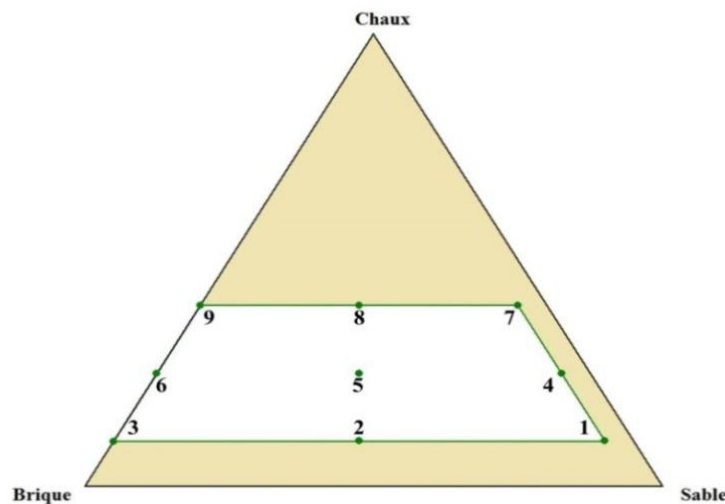


Figure IV-12 Domaine expérimental effectif des mélanges secs de mortiers avec 9 points expérimentaux

Dans le triangle de la Figure IV-11, les sommets correspondent à des produits purs composés de 100 % de l'un des constituants. Dans le cas des mortiers, le pourcentage de chaque constituant dans le mélange sec varie d'une teneur minimale à une teneur maximale. Par conséquent, le domaine d'étude n'est qu'une partie du triangle précédent. D'une part, nous avons choisi une teneur minimale en poudre de brique de 5 % du mélange sec au lieu de 0 % puisque l'effet de brique est positif d'après l'étude préliminaire. D'autre part, nous avons fait varier la teneur en chaux de 10 % à 40 % du mélange sec. Pour moins de 10 % de chaux, les mortiers à 5 % de poudre de brique sont pulvérulents à cause de leur grande teneur en sable alors que pour plus de 40 % de chaux, la résistance à la compression décroît (Lanas & Alvarez 2003). Les deux

contraintes ci-dessus et la loi des mélanges définissent le domaine de variation des fractions des trois constituants. Nous n'avons pas fixé de teneur maximale pour la poudre de brique pour étudier l'effet supplémentaire de son utilisation comme granulat sans le sable. Le domaine expérimental se présente sous forme d'un trapèze (Figure IV-12). Les points expérimentaux sont communément choisis, de façon à tirer le maximum d'information, aux sommets, aux milieux des arêtes et au centre de gravité du domaine étudié.

Avant de formuler des mortiers, la chaux de Lafarge-Maroc a été remplacée par une chaux CAEB de Ciments Calcia. Il s'agit d'une chaux aérienne éteinte pour le bâtiment, normalisée de type CL 90-S. Afin de vérifier sa composition minéralogique, nous avons réalisé une analyse DRX. La Figure IV-13 présente le diffractogramme RX obtenu, indiquant qu'elle est principalement constituée de portlandite et de traces de calcite due à la carbonatation.

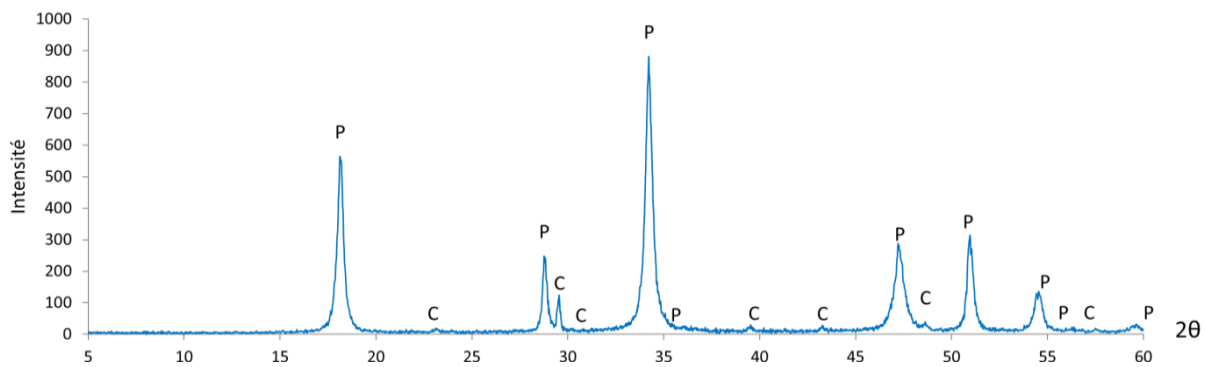


Figure IV-13 Diffractogramme de la chaux CAEB de Calcia

Les mortiers correspondant aux mélanges secs des neuf points expérimentaux ont été réalisés en ajoutant aux constituants secs la quantité d'eau nécessaire pour avoir une rhéologie correspondant à un étalement à table à secousses de 18 ± 1 cm (NF EN 459-2 2010), (Tableau IV-8). Nous avons observé que la quantité d'eau ajoutée est linéairement corrélée à la somme des teneurs en chaux, en brique et en sable pondérées des coefficients 1, 0,25 et 0,07. La relation [27] est en accord avec les résultats de surface spécifique, celle de la chaux est le quadruple de celle de la poudre de brique et celle du sable devrait être trop petite à cause de sa granulométrie.. Cette relation permettra de déterminer la quantité d'eau nécessaire pour d'autres dosages de mortiers à base des trois matières premières.

$$\text{Eau (\%)} = 0,86 \times [1 \times \text{Chaux (\%)} + 0,25 \times \text{Brique (\%)} + 0,07 \times \text{sable (\%)}] \text{ avec } R^2 = 0,94 [27]$$

Deux lots ont été réalisés, pour être caractérisés à un mois et trois mois. Pour chaque mortier, nous avons confectionné 6 prismes $4 \times 4 \times 16$ dont 3 prismes contiennent des plots de retrait. Le mélange sec a été malaxé initialement pendant 3 min puis l'eau lui a été ajoutée et le tout a été malaxé pendant 12 min. Le malaxage a été arrêté pendant 15 secondes avant les 6 dernières minutes pour remettre le mortier adhérent aux parois à l'intérieur du bol de malaxeur. L'ensemble des éprouvettes ont été conservées dans des boîtes en plastique pour réduire

l'évaporation pendant 6 jours, ensuite elles ont été démoulées puis laissées pour leur maturation à l'ambiance du laboratoire ($T = 20 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et $H_r = 45 \pm 10 \text{ \%}$).

Tableau IV-8 Dosages correspondant aux neuf points expérimentaux et quantités d'eau ajoutées

Formulation	Mélange sec			Teneur en eau (%)
	Chaux (%)	Brique (%)	Sable (%)	
1	10,0	5,0	85,0	18,7
2	10,0	47,5	42,5	22,7
3	10,0	90,0	0,0	31,3
4	25,0	5,0	70,0	26,3
5	25,0	40,0	35,0	31,3
6	25,0	75,0	0,0	37,3
7	40,0	5,0	55,0	36,0
8	40,0	32,5	27,5	41,3
9	40,0	60,0	0,0	47,5

IV.2.2 Caractérisation des mortiers

IV.2.2.1 Mesure de retrait et de masse

Le retrait des mortiers a été mesuré hebdomadairement à partir du démoulage des éprouvettes. Le dispositif de mesure est constitué d'un comparateur numérique, un support rigide et une barre en invar pour l'étalonnage (Figure IV-14). La longueur de chaque éprouvette après démoulage a été considérée comme sa longueur de référence.



Figure IV-14 Dispositif de mesure de retrait : a) Etalonnage b) Mesure de retrait

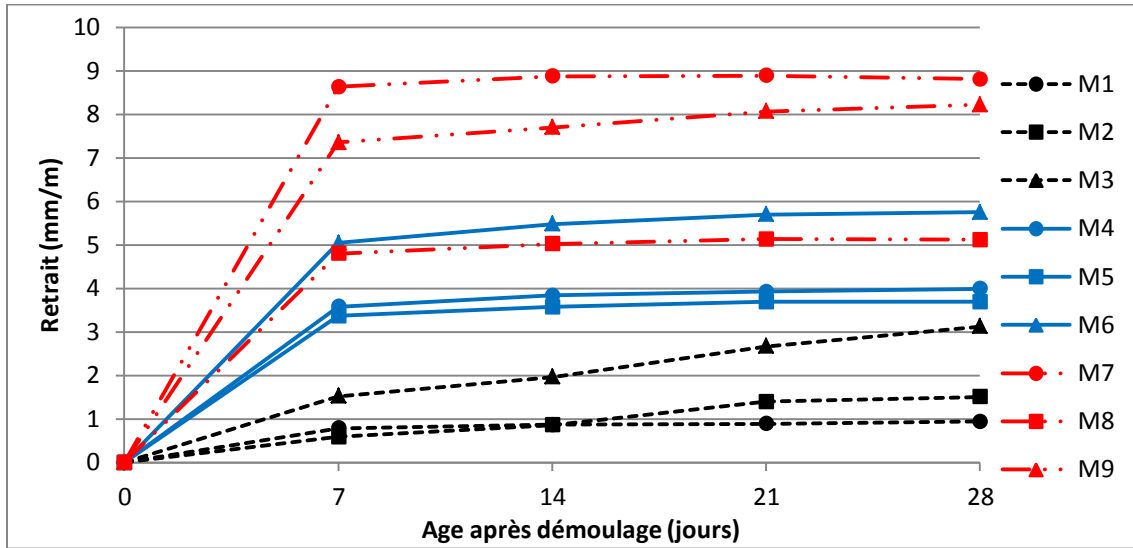


Figure IV-15 Evolution de retrait des mortiers après démoulage

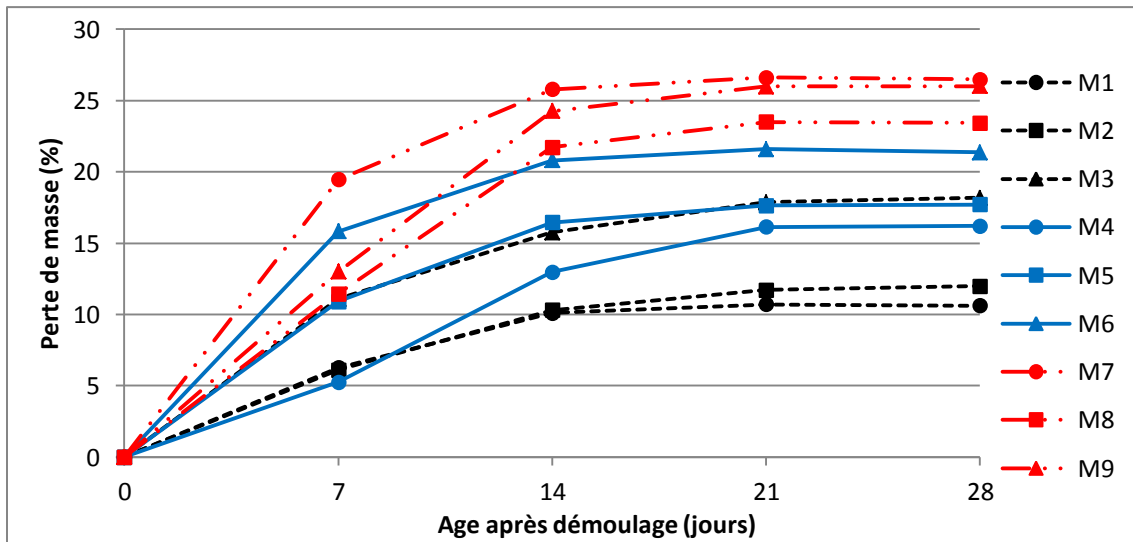


Figure IV-16 Evolution de la perte de masse des mortiers après démoulage

Les résultats de mesure de retrait sont présentés sur la Figure IV-15. Elle montre que le retrait s'est produit principalement durant la première semaine après le démoulage et qu'il a évolué faiblement dans les jours qui l'ont suivi sauf pour les mortiers 2 (10% de chaux+ 47,5% de brique+42,5% de sable) et 3 (10% de chaux+90% de brique). En considérant comme retrait final celui à 28 jours après démoulage, le retrait à 7 jours n'a atteint que 39 % pour le mortier 2, 49 % pour le mortier 3 alors qu'il dépasse 83 % pour le reste des mortiers. En termes d'amplitude, le retrait final varie de 0,94 mm/m pour le mortier 1, qui possède 10% de chaux, à 8,81 mm/m pour le mortier 7, qui possède 40% de chaux. Ce mortier riche en chaux et en sable a montré un faible durcissement lors de démoulage. D'après ces résultats, le remplacement de la chaux par la poudre de brique réduit le retrait. Cette tendance a été observée par (Nežerka et al. 2014). Ils indiquent également que l'augmentation du ratio chaux/sable augmente le retrait et que

l'effet du remplacement du sable par la poudre de brique sur le retrait dépend du taux de remplacement et de la teneur en chaux.

La Figure IV-16 présente l'évolution de masse des échantillons des neuf mortiers formulés. A partir de 14 jours après le démoulage, la perte de masse des mortiers devient faible puis se stabilise au-delà de 21 jours après le démoulage. La perte finale est maximale pour le mortier 7 (26,5 %) et minimale pour le mortier 1 (10,6 %). Plus précisément, la perte de masse est bien corrélée avec la quantité d'eau ajoutée, elle en représente à peu près 58 % ($R^2 = 0,86$ pour les neuf mortiers et $R^2 = 0,98$ pour les mortiers sans le mortier 7).

Le retrait et la perte de masse des mortiers à 28 jours après démoulage sont bien linéairement corrélés comme le montre la Figure IV-17

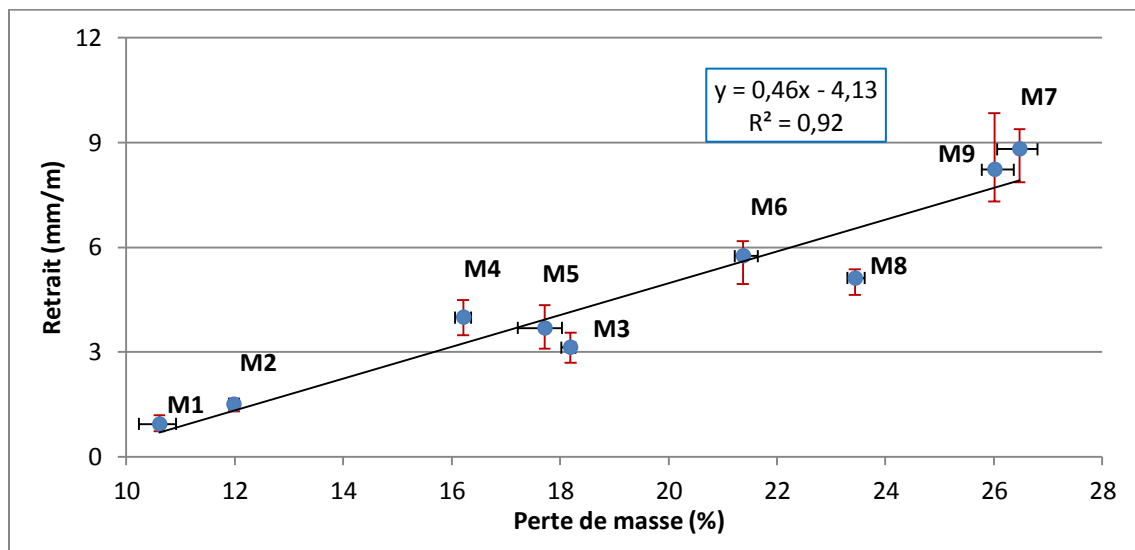


Figure IV-17 Relation entre le retrait et la perte de masse des mortiers à 28 jours après démoulage

IV.2.2.2 Composition minéralogique, densités et porosité

La Figure IV-18 présente les diffractogrammes RX des neuf mortiers formulés, regroupés en trois catégories selon la teneur en sable : nulle, moyenne et élevée. Les mortiers à forte teneur en sable (1, 4 et 7) sont constitués de la dolomite (D), la portlandite (P), la calcite (C) et des faibles quantités de quartz (Q). La portlandite est d'autant grande que la teneur en chaux est élevée. Les mortiers dont une partie du sable a été remplacée par la poudre de brique contiennent, en plus des minéraux précédents, deux autres phases : le diopside (Di) et le gismondine (Gi). La première phase provient de la poudre de brique alors que la deuxième est un aluminosilicate hydraté, identifié dans des mortiers pouzzolaniques (Walker & Pavía 2011). Quant aux mortiers ne contenant pas du sable, ils sont de même composition minéralogique que les mortiers 2, 5 et 8 à l'exception de la dolomite qui n'y figure pas.

Le Tableau IV-9 regroupe les densités apparentes et réelles des mortiers formulés à l'âge d'un mois et de trois mois. Nous observons que les deux densités ont augmenté en passant d'un mois à trois mois. Cette augmentation est due principalement à la conversion progressive de la portlandite en calcite par carbonatation (Lanas & Alvarez 2003) et éventuellement à l'apparition progressive des phases hydrauliques (Gameiro et al. 2014). Les densités des mortiers sont principalement liées aux densités des matières premières qui les constituent : les mortiers contenant plus de sable apparaissent plus denses contrairement aux mortiers riches en chaux et en poudre de brique.

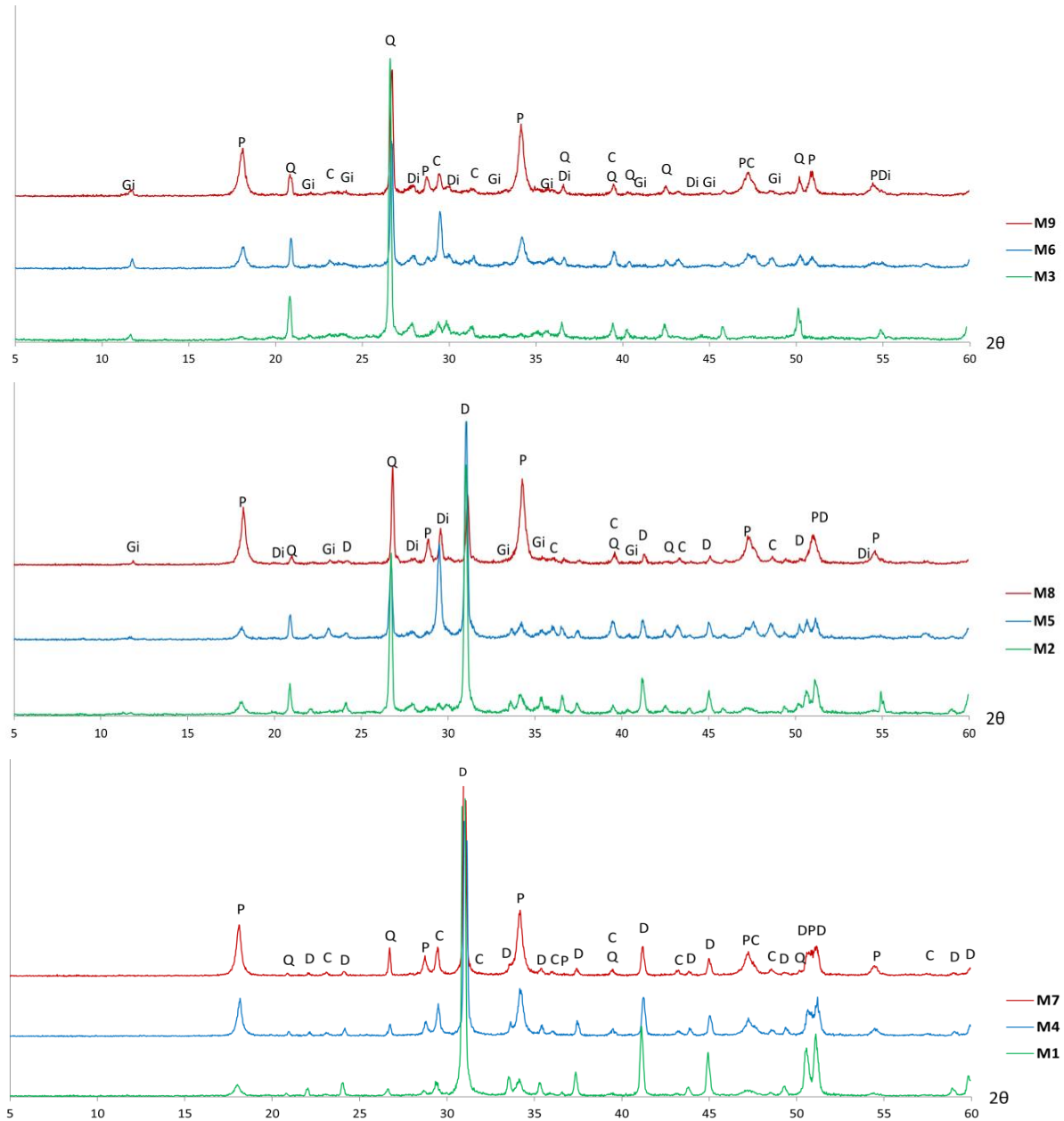


Figure IV-18 Diffractogrammes RX des neuf mortiers à 3 mois

Tableau IV-9 densités apparentes et réelles des mortiers

Mortier	Densité apparente (g/cm ³)		Densité réelle (g/cm ³)	
	1 mois	3 mois	1 mois	3 mois
1	1,898 ± 0,006	1,894 ± 0,004	2,776 ± 0,004	2,798 ± 0,002
2	1,762 ± 0,003	1,775 ± 0,005	2,720 ± 0,004	2,734 ± 0,004
3	1,502 ± 0,002	1,527 ± 0,003	2,702 ± 0,011	2,704 ± 0,002
4	1,681 ± 0,004	1,710 ± 0,008	2,679 ± 0,005	2,700 ± 0,005
5	1,538 ± 0,008	1,572 ± 0,007	2,632 ± 0,005	2,670 ± 0,001
6	1,420 ± 0,003	1,440 ± 0,008	2,650 ± 0,007	2,652 ± 0,001
7	1,468 ± 0,006	1,489 ± 0,010	2,591 ± 0,014	2,616 ± 0,015
8	1,334 ± 0,004	1,378 ± 0,001	2,581 ± 0,008	2,602 ± 0,001
9	1,229 ± 0,005	1,305 ± 0,010	2,578 ± 0,006	2,628 ± 0,006

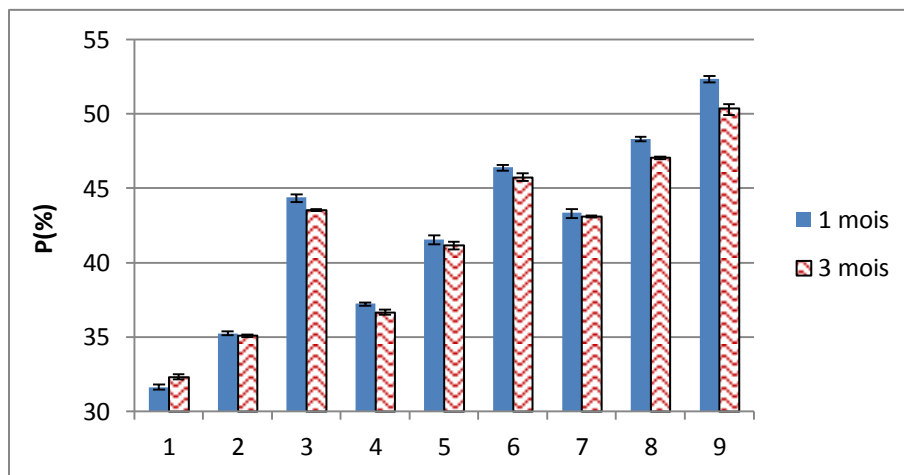


Figure IV-19 Porosité des mortiers à 1 mois et à 3 mois

Le dosage affecte les densités mais aussi la porosité des mortiers. La Figure IV-19 présente la porosité des neuf mortiers. D'une part la porosité a diminué en passant d'un mois à trois mois, sans dépasser un taux de 4%, sauf pour le mortier 1 qui a subi une légère augmentation. D'autre part, la porosité montre une gamme de variation importante allant de 32,3 % à 51,6 % à trois mois. En comparant la porosité des mortiers 1, 4 et 7, possédant 5 % de poudre de brique, nous pouvons affirmer que pour le même taux de poudre de brique, plus le ratio chaux/sable est grand plus le mortier est poreux (Lanas & Alvarez 2003). De plus, l'effet d'utilisation de la poudre de brique sur la porosité dépend si elle est utilisée comme ajout complémentaire à la chaux ou comme granulats remplaçant une partie ou la totalité du sable. Dans le premier cas, elle entraîne une réduction de la porosité comme l'indique la porosité des mortiers 9,6 et 3 : la porosité passe de 50,4 % à 43,5 % à trois mois. Ceci peut être justifié par la diminution de la quantité d'eau

ajoutée (Isebaert et al. 2014), due à la différence des surfaces spécifiques des deux matières. Quant au deuxième cas d'utilisation, la poudre de brique induit une augmentation de la porosité : à titre d'exemple, elle passe de 36,7 % à 45,7 % pour les mortiers 4,5 et 6 correspondant à une teneur en chaux de 25 %. Cette tendance est toujours en accord avec les quantités d'eau ajoutées (Tableau IV-8).

IV.2.2.3 Propriétés hydriques

IV.2.2.3.1 Capillarité

Les résultats de l'essai de capillarité sont présentés sur la Figure IV-20. La majorité des mortiers ont un coefficient de capillarité et un degré de saturation en fin d'imbibition plus grands à trois mois qu'à un mois (à l'exception du mortier 3). Les mortiers à grande teneur en chaux montrent des barres d'erreurs importantes à l'âge d'un mois. De plus, les mortiers à faible teneur en poudre de brique montrent plus de différence entre le coefficient de capillarité et le degré de saturation entre un mois et trois mois surtout le mortier 1. Cette variabilité peut être due à la carbonatation lente de la chaux. A moyen terme (trois mois), le coefficient de capillarité croît avec un ratio chaux/sable plus grand, à titre d'exemple il passe de 11,00 kg/m².h^{1/2} pour le mortier 1 à 16,80 kg/m².h^{1/2} pour le mortier 7. Il croît globalement aussi en remplaçant le sable par la poudre de brique. Cependant, Il diminue avec un remplacement de la chaux par la poudre de brique comme l'indiquent les mortiers 9, 6 et 3 pour lesquels le coefficient de capillarité passe de 24, 73 à 16,44 puis à 10,55 kg/m².h^{1/2}. Ces résultats peuvent être justifiés par les quantités d'eau ajoutées. En effet, les pores capillaires sont d'autant plus importants que la quantité d'eau ajoutée est grande (Isebaert et al. 2014). De plus les travaux de (Theodoridou & Charalambous 2016) ont montré que le remplacement partiel de la chaux par la poudre de brique entraîne une réduction du diamètre moyen des pores à cause du remplissage des discontinuité et des pores de la matrice par les hydrates produites par les réactions pouzzolaniques.

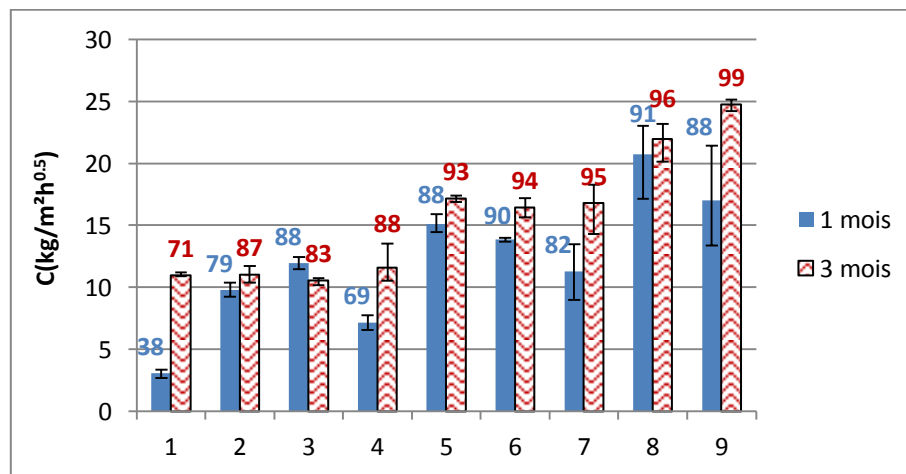


Figure IV-20 Coefficients de capillarité et degrés de saturation atteints en fin d'imbibition (en %) des mortiers à 1 mois et 3 mois

IV.2.2.3.2 Dilatations hydriques et hygriques

L'essai a été réalisé sur les échantillons avec les plots de retrait à un âge de trois mois. Nous avons déterminé leurs longueurs avec le dispositif de mesure du retrait. La longueur de référence de chaque échantillon a été prise sa longueur à l'âge de trois mois, à l'état sec et à une température 20 °C. Nous avons saturé les échantillons sous vide puis mesuré la variation de leur longueur afin de déterminer leur dilatation hydrique, ensuite les échantillons ont été mis dans une enceinte climatique. Nous avons fixé la température dans l'enceinte à $T = 20\text{ °C}$ et nous avons programmé une série d'humidités relatives décroissante (98 %, 86 %, 76 %, 66 %, 55 %, 44 %, 33 %, 22 %). Pour obtenir une humidité de 0 %, nous avons mis les échantillons à l'étuve à $T = 60\text{ °C}$ pour les sécher puis les avons laissés refroidir dans un dessiccateur contenant le gel de silice. La masse des échantillons a été suivie pour chaque humidité jusqu'à sa stabilisation (une variation inférieure à 0,1% entre deux mesures consécutives en 48h). L'essai a duré quatre mois et demi.

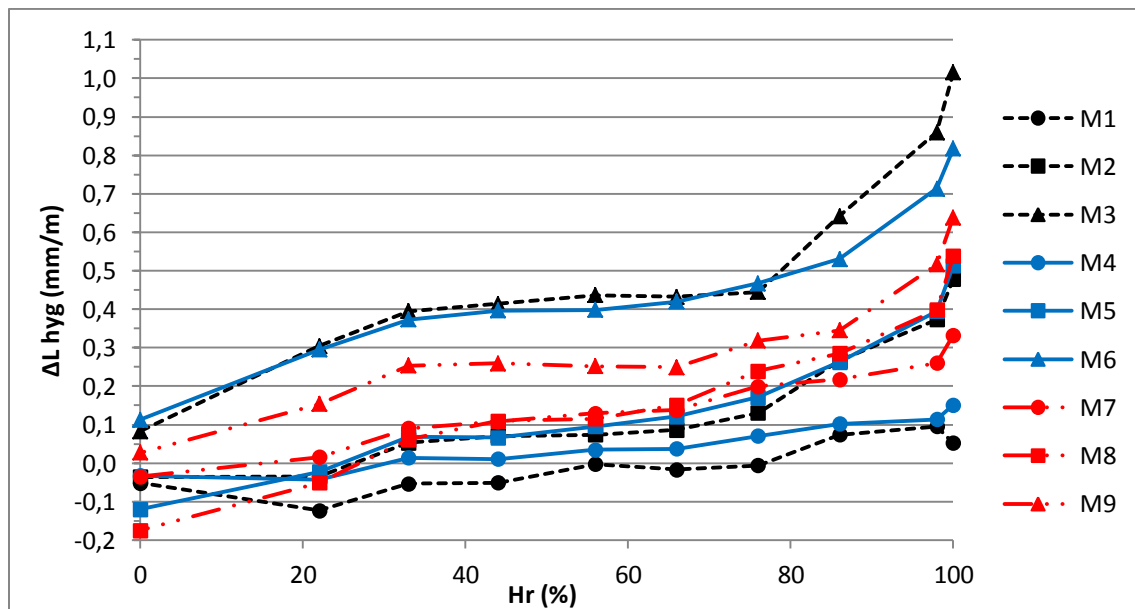


Figure IV-21 Dilatations hydrique ($Hr=100\%$) et hygriques ($Hr<100\%$) des mortiers à différentes humidités relatives

La Figure IV-21 présente l'évolution de la dilatation des mortiers en fonction de l'humidité. La dilatation hydrique varie 0,05 à 1,02 mm/m. Elle est plus importante pour les mortiers riches en poudre de brique (mortiers 3, 6 et 9) et plus faible pour les mortiers qui en contiennent moins (mortiers 7, 4 et 1). L'augmentation du ratio chaux/sable l'augmente également (mortiers 1, 4 et 7). Concernant la dilatation hygrique, sa valeur maximale (à $Hr = 98\%$) représente entre 74 et 87 % de la dilatation hydrique sauf pour le mortier 1 pour lequel la dilatation hydrique (0,05 mm/m) est inférieure à la dilatation hygrique à 98 % (0,10 mm/m), ceci pourrait être dû à la précision de la mesure. Similairement à la dilatation hydrique, la dilatation hygrique est plus grande pour les mortiers de grande teneur en poudre de brique. Ceci confirme les résultats de l'étude de (Černý

et al. 2006) sur l'effet des ajouts pouzzolaniques sur les propriétés des mortiers à base de chaux. De plus, la dilatation hygrique montre trois intervalles de variations selon les valeurs de l'humidité. Elle diminue fortement dans l'intervalle d'humidité 98-76 % ; puis elle varie très légèrement entre $H_r = 76\%$ et $H_r = 33\%$; et enfin, pour l'intervalle d'humidité 33-0 %, la dilatation hygrique évolue significativement et d'autant plus fortement pour les mortiers à forte teneur en briques (mortiers 3, 6, 9) avec des valeurs résiduelles de 0,08, 0,11 et 0,03 mm/m respectivement à $H_r = 0\%$. Elle diminue moins significativement pour les mortiers à moyenne teneur en poudre de brique (mortiers 2, 5, 8) pour atteindre des valeurs résiduelles négatives. Dans le même intervalle, la dilatation des mortiers à faible teneur en brique, surtout les mortiers 1 et 4, diminue en passant de $H_r = 33\%$ à $H_r = 22\%$ puis croît plus ou moins pour $H_r = 0\%$.

La Figure IV-22 présente les courbes de rétention d'eau des différents mortiers montrant l'évolution des teneurs en eau des mortiers en équilibre à différentes humidités relatives suivant la courbe de désorption. Ces courbes ont une allure similaire à celle des dilatations hygriques et suivent les mêmes variations. Les teneurs en eau diminuent fortement jusqu'à une humidité $H_r = 56\%$ à partir de laquelle elles commencent à se stabiliser. Globalement, on peut dire que les dilatations hygriques sont bien corrélées aux teneurs en eau. Ces dernières dépendent principalement de la teneur en brique.

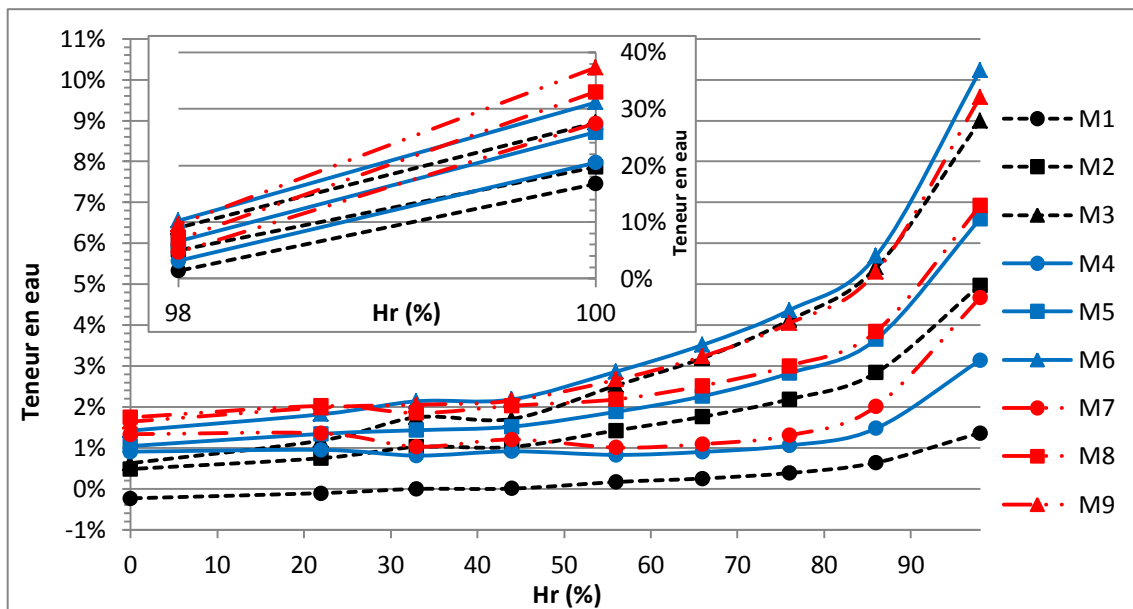


Figure IV-22 Courbe de désorption des neuf mortiers

IV.2.2.4 Propriétés mécaniques

IV.2.2.4.1 Résistances mécaniques

L'essai de résistance à la compression a été réalisé à l'aide d'une machine FORM TEST SEIDNER à une vitesse de chargement de 1 kN/s et celui de la résistance à la flexion moyennant

une machine AUTOMATIC FLEXURAL L15 de marque Controls à une vitesse de chargement de 10 N/s.

Les valeurs de résistance à la flexion des mortiers formulés sont résumées sur la Figure IV-23. Elles varient de 0,42 MPa à 1,27 MPa à un mois et de 0,50 à 1,66 MPa à trois mois. Les échantillons du mortier 9 à trois mois ont été cassés par accident et donc par conséquent nous n'avons pas pu réaliser l'essai de flexion pour cette formulation. Les résistances à la flexion maximales à 1 mois et 3 mois sont obtenues pour le mortier 2 (10% de chaux+47,5% de brique+42,5% de sable). Ce mortier est le 2^{ème} mortier le moins poreux après le mortier 1 (10% de chaux+5% de brique+85% de sable). Ce dernier n'est pas assez résistant malgré sa faible porosité car il contient moins de liant et trop de sable. Les résultats indiquent que la résistance à la flexion a augmenté avec l'âge de maturation sauf pour les mortiers 1 et 4 qui ont subi une légère décroissance. Ils montrent également que pour une faible teneur en brique, plus le ratio chaux/sable est grand plus la résistance à la flexion est importante à trois mois. Ceci est dû à la carbonatation du supplément de liant. De plus, la résistance à la flexion est améliorée par le remplacement du sable par la poudre de brique à un mois et trois mois jusqu'à un taux d'environ 50 % ensuite elle décroît. Ceci pourrait être dû au rôle que jouent les grains du sable dans l'empêchement de la propagation des microfissures créés par les contraintes de traction. Par ailleurs, le remplacement de la chaux par la brique apparait aussi bénéfique pour la résistance à la flexion jusqu'à un certain taux.

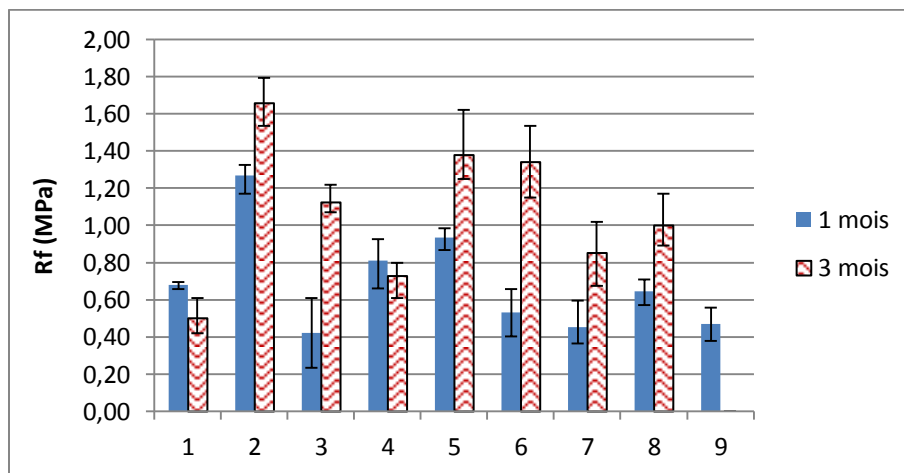


Figure IV-23 Résistance à la flexion des mortiers à 1 mois et 3 mois

Les résultats de l'essai de compression sur les mortiers à l'âge d'un mois et trois mois sont présentés sur la Figure IV-24. La résistance à la compression varie de 0,45 MPa à 3,69 MPa à l'âge d'un mois, et de 1,34 MPa à 7,29 MPa à l'âge de trois mois. Pour les mortiers à faible teneur en brique (mortiers 1, 4 et 7), plus le ratio chaux/sable est grand plus la résistance à la compression est faible à court terme. Cette tendance s'inverse au moyen terme (3 mois). Autrement dit la résistance à la compression des mortiers riches en chaux est faible à un mois, mais évolue plus rapidement pour dépasser celle des mortiers de faible teneur en chaux à trois

mois. En fait, les mortiers de faible teneurs en chaux nécessitent moins de temps pour que leur portlandite se carbonate, contrairement aux mortiers de grande teneur en chaux qui exigent plus de temps pour acquérir leur résistance mécanique suite à la carbonatation de leur portlandite. Par ailleurs, le remplacement du sable ou de la chaux par la poudre de brique augmente la résistance à la compression. Cette amélioration est due aux phases pouzzolaniques produites. Ainsi les mortiers les plus résistants à la compression sont ceux qui contiennent simultanément plus de poudre de brique et moins de chaux surtout le mortier 3 (10% de chaux + 90% de brique).

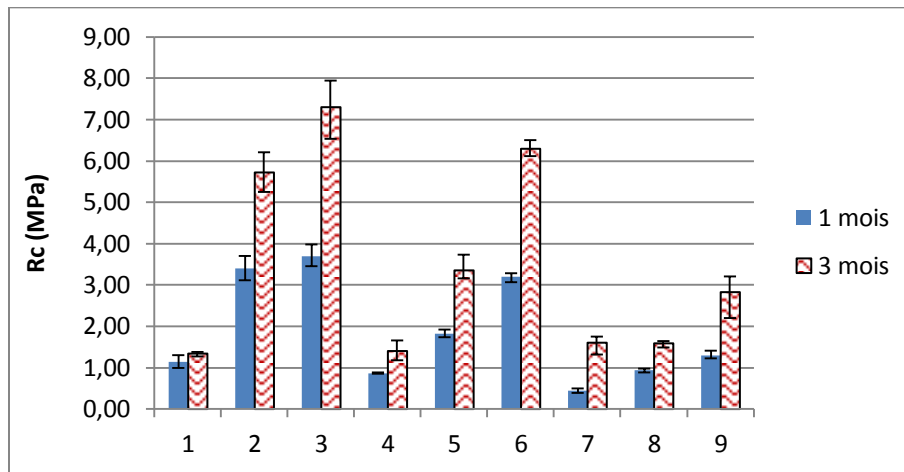


Figure IV-24 Résistance à la compression des mortiers à 1 mois et 3 mois

IV.2.2.4.2 Vitesse ultrasonore et module de Young estimé

L'essai de vitesse ultrasonore des ondes longitudinales P a été réalisé sur les mortiers formulés, à l'âge d'un mois et de trois mois, à trois états de saturation : l'état sec, l'état partiellement saturé par imbibition capillaire et l'état totalement saturé sous vide. Les échantillons du mortier 9 à trois mois ont été cassés par accident après la mesure de la vitesse ultrasonore à l'état sec. Les Figure IV-25, Figure IV-26, et Figure IV-27 présentent les résultats obtenus respectivement pour les trois états de saturation. Les vitesses ultrasonores ont augmenté avec la maturation pour la majorité des mortiers. La vitesse ultrasonore à l'état sec varie de 959 m/s à 1482 m/s pour les mortiers d'un mois et de 1029 m/s à 1769 m/s pour les mortiers de trois mois. Sous l'effet de saturation partielle, la vitesse ultrasonore a varié par rapport à l'état sec. Le taux de variation va -3% à 21% pour les mortiers d'un mois et de -14% à 7% pour les mortiers de 3 mois. Une partie de cette dispersion des taux de variation pourrait être due à des erreurs expérimentales liées aux défauts de parallélisme d'autant plus que les prismes font 16 cm de longueur et les moules utilisés pour leur confection sont en caoutchouc. A l'état totalement saturé, elle a augmenté de 39% et 26% en moyenne par rapport à l'état sec pour les mortiers d'un mois et de trois mois respectivement. Cette augmentation est due au fait que l'onde ultrasonore longitudinale se propage plus rapidement dans l'eau que dans l'air.

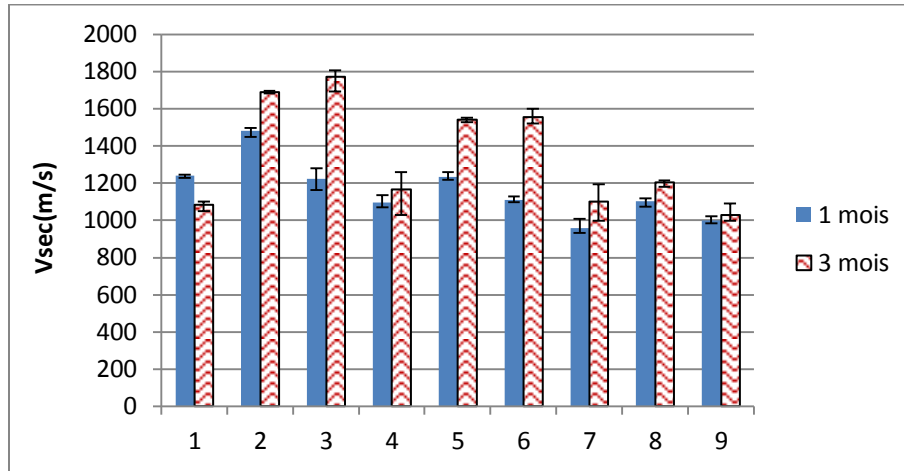


Figure IV-25 Vitesse ultrasonore à l'état sec des neuf mortiers

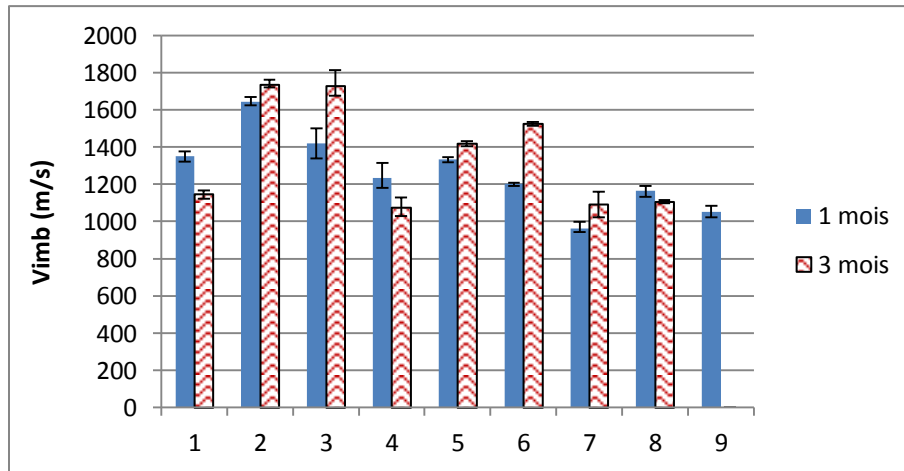


Figure IV-26 Vitesse ultrasonore à l'état partiellement saturé des neuf mortiers

Concernant l'effet de dosage sur la vitesse ultrasonore, généralement le remplacement du sable par la poudre de brique l'augmente s'il est fait partiellement, mais il pourrait la diminuer s'il est à 100 %. Le ratio chaux/sable apparait sans grande influence pour des faibles teneurs en briques comme le montrent les vitesses ultrasonores des mortiers 1, 4 et 7. De plus, les vitesses ultrasonores des mortiers 3, 6 et 9 indiquent que le remplacement de la chaux par de la poudre de brique augmente la vitesse ultrasonore pour les trois cas de saturation. A l'état sec, la vitesse ultrasonore est d'autant plus grande que la résistance à la compression est grande et la porosité est petite. Nous pouvons alors lier les trois propriétés par des lois, en utilisant des régressions linéaires, comme les suivantes :

Pour un mois : $V \text{ (m/s)} = 1340 + 112 \times \sigma_c \text{ (MPa)} - 985 \times P$ avec $R^2 = 0,85$ [28]

Pour trois mois : $V \text{ (m/s)} = 1395 + 114 \times \sigma_c \text{ (MPa)} - 1067 \times P$ avec $R^2 = 0,82$ [29]

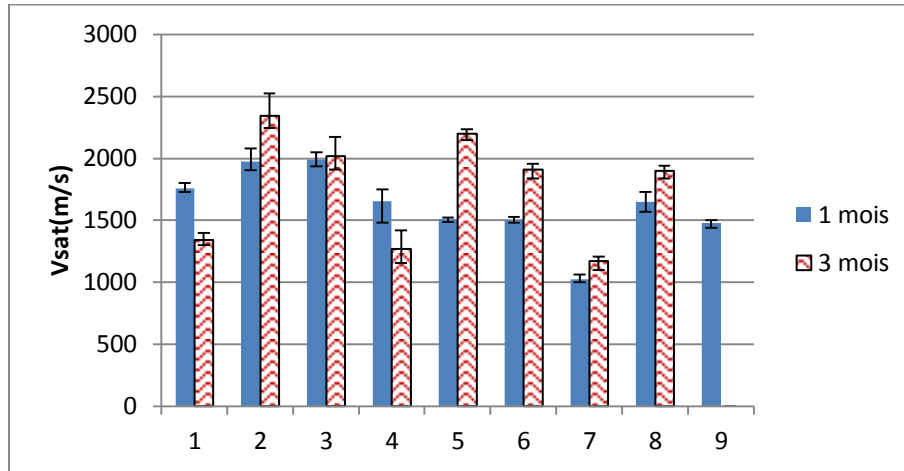


Figure IV-27 Vitesse ultrasonore à l'état totalement saturé des mortiers formulés

A partir des résultats de la vitesse ultrasonore à l'état sec (V) et de la densité apparente ρ_a , nous avons estimé le module de Young dynamique des mortiers à l'état sec en appliquant la relation suivante négligeant l'effet de Poisson :

$$E_d = \rho_a \cdot V^2 \quad [30]$$

Où

- E_d est le module de Young dynamique en (Pa),
- ρ_a est la densité apparente (g/cm^3),
- V est la vitesse ultrasonore à l'état sec (m/s).

Comme le montre la Figure IV-28, le module de Young dynamique varie de 1,23 GPa à 3,87 GPa à l'âge d'un mois et de 1,38 GPa à 5,52 GPa à trois mois. A part pour le mortier 1, le module de Young dynamique a augmenté avec la maturation comme pour la résistance mécanique et les mortiers deviennent donc plus rigides avec le temps entre un et trois mois. En comparant les modules des mortiers 1, 4 et 7, nous en tirons que plus le ratio chaux/sable est petit, plus le mortier est rigide, mais sans dépasser 3 GPa. La faible rigidité est une caractéristique des mortiers à base de chaux (Lanas & Alvarez 2003). Plus on remplace de la chaux par la poudre de brique, plus le module de Young croît comme le montre les mortiers 3, 6 et 9 : il augmente de 1,38 GPa à 5,05 GPa. L'ajout de la poudre de brique en tant que substituant du sable augmente le module de Young tant qu'un seuil de substitution autour de 50 % n'est pas atteint, après lequel il commence à décroître. L'effet de la brique est d'autant significatif que la teneur en chaux est faible : la variation de module de Young pour des mortiers de 40 % de chaux (mortiers 7, 8 et 9) est très faible par rapport à celle des mortiers à 10 % de chaux (mortiers 1, 2 et 3). Comme précédemment pour la vitesse ultrasonore, le module de Young dynamique apparaît corrélé à une combinaison de la résistance à la compression (avec une pondération positive) et de la porosité (avec une pondération négative).

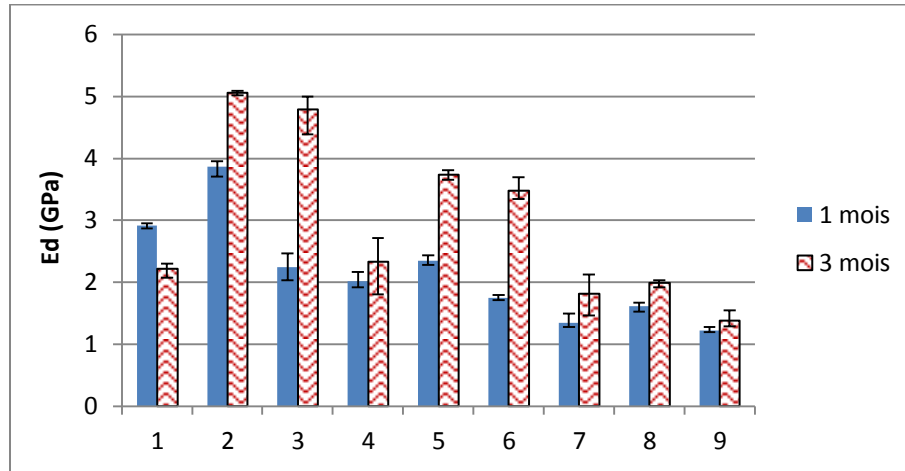


Figure IV-28 Module de Young dynamique des mortiers

IV.2.2.5 Propriétés thermiques

IV.2.2.5.1 Dilatation thermique

La dilatation thermique des mortiers a été mesurée sur des échantillons de trois mois. Nous les avons mis dans une étuve de température 60 °C pendant 48h. Ensuite, nous avons sorti les échantillons un à un et nous avons mesuré la variation de leur longueur, par rapport à la longueur de référence correspondant à l'état sec et $T = 20\text{ °C}$, à l'aide de dispositif du retrait.

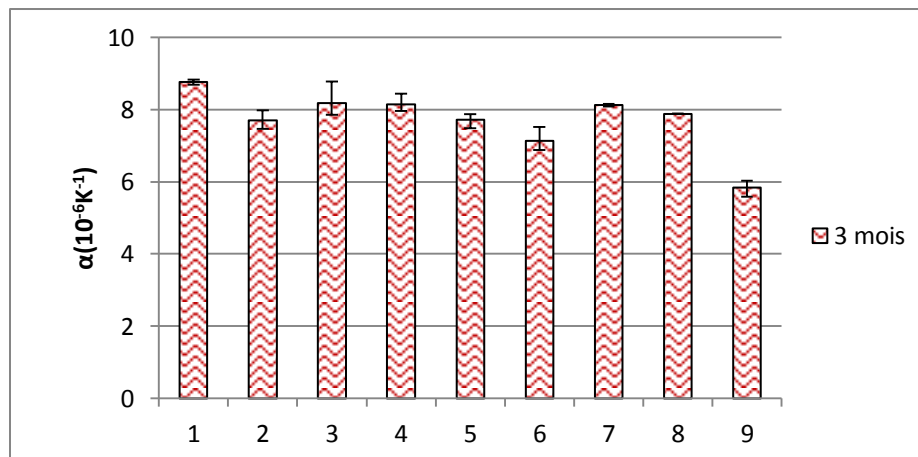


Figure IV-29 Coefficient de dilatation thermique des mortiers

La Figure IV-29 présente le coefficient de dilatation thermique des neufs mortiers à l'âge de trois mois. A part la formulation 9, ces mortiers ont des coefficients assez proches, allant de $5,85$ à $8,77\ 10^{-6}\text{ K}^{-1}$. L'ajout de la poudre de brique réduit généralement le coefficient de dilatation thermique si elle est utilisée comme substituant du sable. Néanmoins, elle l'augmente si elle remplace une partie de la chaux. Ceci est confirmé par les travaux de (Černý et al. 2006), qui a montré que l'ajout de la poudre de brique ($<500\ \mu\text{m}$) à un mélange de référence composé de chaux et de sable a réduit son coefficient de dilatation thermique de $12\ 10^{-6}\text{ K}^{-1}$ à $11\ 10^{-6}\text{ K}^{-1}$.

IV.2.2.5.2 Conductivité thermique

Nous avons déterminé la conductivité thermique λ des mortiers à l'état sec, partiellement saturé par imbibition capillaire et totalement saturé sous vide. La Figure IV-30 présente la conductivité thermique des mortiers à l'état sec. Elle varie de 0,264 W/m.K à 0,811 W/m.K pour les mortiers d'un mois puis augmente généralement avec la maturation. La conductivité thermique diminue nettement avec l'augmentation du ratio chaux/sable et avec le remplacement du sable par la poudre de brique pour une teneur en chaux donnée. De surcroît, le remplacement de la chaux par la poudre de brique n'a pas d'effet marquant sur la conductivité thermique (mortiers 9,6 et 3). De très bonnes corrélations ont été établies entre la conductivité thermique et la porosité comme l'indique la Figure IV-31.

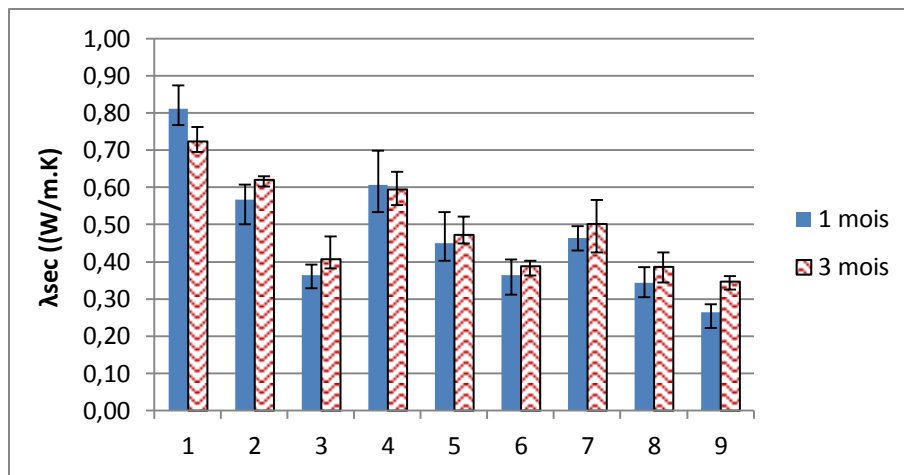


Figure IV-30 Conductivité thermiques à l'état sec des mortiers

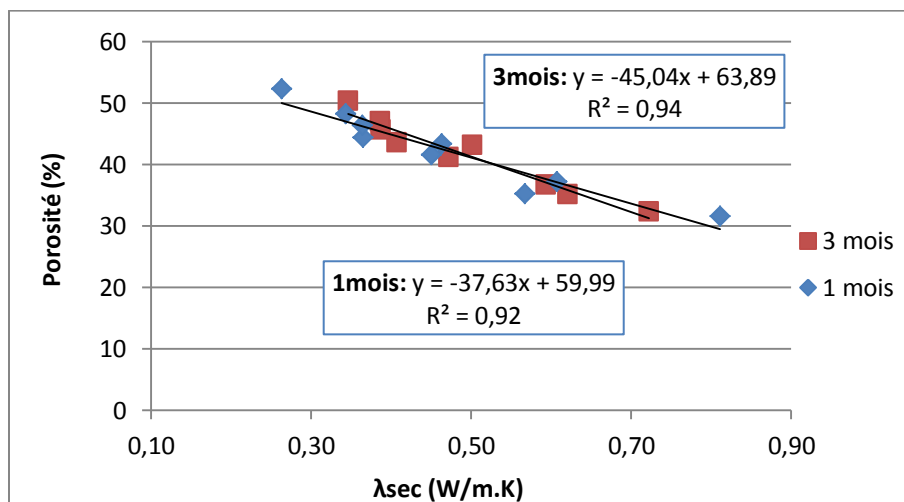


Figure IV-31 Corrélation entre la conductivité thermique à l'état sec et la porosité des mortiers

L'eau étant meilleur conducteur de la chaleur comparé à l'air, la conductivité thermique augmente sous l'effet de saturation partielle ou totale comme le montrent la Figure IV-32 et la

Figure IV-33. Pour ces deux états de saturation, la conductivité thermique montre exactement les mêmes tendances qu'à l'état sec. Les conductivités thermiques à un mois ne diffèrent pas assez de celles de trois mois sauf pour les mortiers 1 et 4 à l'état partiellement saturé. Cette différence est due aux faibles degrés de saturation atteints par ces deux mortiers à un mois lors de l'essai d'imbibition : 38 % et 69 % respectivement.

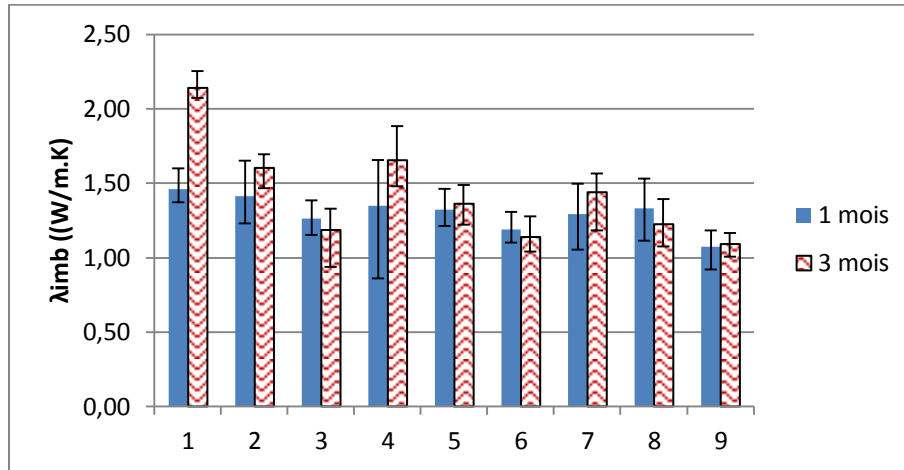


Figure IV-32 Conductivité thermiques à l'état partiellement saturé des mortiers

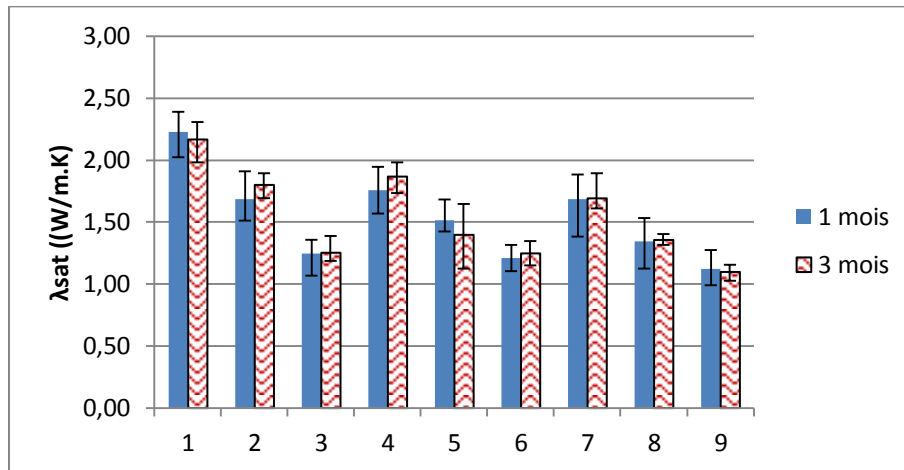


Figure IV-33 Conductivité thermiques à l'état totalement saturé des mortiers

IV.2.2.6 Colorimétrie

Afin de quantifier la couleur des mortiers (Figure IV-34), des mesures de colorimétrie ont été réalisées sur les différents mortiers formulés, à l'âge d'un mois et de trois mois, aux trois états de saturation précédemment cités. Les valeurs pour un mois et trois mois ne sont pas différentes, la maturation n'ayant donc pas d'effet sur la couleur des mortiers. Le Tableau IV-10 présente les coordonnées colorimétriques L^* , a^* et b^* des neuf mortiers à l'âge de trois mois. La couleur d'un mortier dépend de celle de ces constituants. Ainsi, l'ajout de la brique comme substituant de la chaux ou du sable diminue la clarté L^* , comme la brique a une teinte moins claire que la

chaux, naturellement très blanche. De même, il augmente de manière significative les coordonnées colorimétriques a^* et b^* , augmentant donc la teinte rouge pour a^* et la teinte jaune pour b^* , la brique étant de couleur orange. La même tendance est obtenue en réduisant le ratio chaux/sable.

Tableau IV-10 Coordonnées colorimétriques des mortiers à différents états de saturation

Mortier	L*			a*			b*		
	sec	imbibé	saturé	sec	imbibé	saturé	sec	imbibé	saturé
1	75,84	61,58	58,64	7,14	10,01	10,77	13,65	17,48	18,42
2	67,42	49,08	47,77	14,39	17,68	19,41	21,21	21,28	25,41
3	67,04	56,68	45,83	13,74	15,91	20,68	20,36	22,22	25,76
4	85,20	74,37	70,42	4,62	7,35	8,25	9,29	13,55	15,00
5	73,97	56,27	54,94	11,34	16,76	18,13	16,77	21,59	24,03
6	71,18	60,41	53,31	14,03	15,50	18,75	20,15	20,83	23,66
7	88,56	78,78	74,85	3,92	7,07	8,06	8,37	12,61	14,33
8	78,12	61,43	60,17	9,12	14,43	15,26	14,43	19,95	21,63
9	73,88	64,45	56,21	11,71	13,56	17,17	17,15	19,45	22,18

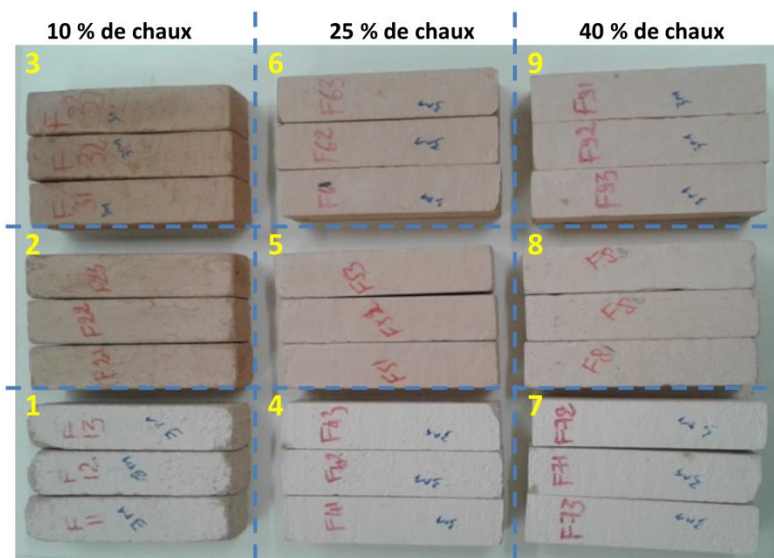


Figure IV-34 Aspect des mortiers à l'état sec à l'âge de trois mois

Les résultats montrent que sous l'effet de la saturation, le paramètre L^* diminue progressivement alors que les coordonnées a^* et b^* augmentent. En effet, les mortiers deviennent plus sombres avec la saturation et apparaissent plus rougeâtre et jaunâtre. La diminution de L^* et l'augmentation de a^* et b^* atteignent en moyenne pour l'état partiellement saturé 18 %, 39% et 24 % respectivement et 24 %, 59 % et 39 % à l'état totalement saturé.

IV.2.3 Choix optimal d'un mortier compatible à la calcarénite

IV.2.3.1 Modélisation des réponses

Dans cette partie nous visons à établir des modèles représentant la variation d'une propriété donnée, appelée réponse, dans le domaine expérimental étudié. Pour chaque réponse, nous utiliserons ses valeurs aux points expérimentaux précédemment étudiés. Une fois que les modèles sont établis, nous chercherons des mélanges optimaux répondant le plus possible aux différents critères de compatibilité. Le logiciel Design Expert 10[®] a été utilisé pour les différents calculs.

La modélisation des réponses est constituée de deux étapes principales :

- Le choix du modèle et la détermination de ses coefficients
- La validation du modèle par des tests statistiques et des points tests

Les modèles polynomiaux sont les plus utilisés dans les plans de mélanges (GOUPY 2000). Dans ce cas-là, la réponse mesurée y est égale à la somme d'une réponse estimée polynomiale $\hat{y}$ et un résidu e . Par exemple, les modèles du troisième degré pour trois constituants s'écrivent sous la forme :

$$\hat{y} = y - e = \sum_{1 \leq i \leq 3} b_i . x_i + \sum_{1 \leq i < j \leq 3} b_{ij} . x_i . x_j + \sum_{1 \leq i < j \leq 3} b_{ijij} . x_i . x_j . (x_i - x_j) + b_{123} . x_1 . x_2 . x_3 \quad [31]$$

Où

- y et $\hat{y}$ sont les réponses réelle et estimée respectivement,
- e est appelé résidu, c'est un écart englobant l'écart d'ajustement et l'erreur expérimentale,
- x_1 , x_2 et x_3 sont les fractions massiques de la chaux, de la poudre de brique et du sable respectivement,
- Les b_i , b_{ij} et b_{123} sont les coefficients à déterminer du modèle.

L'application du modèle aux points expérimentaux réalisés permet d'avoir un système d'équations permettant de déterminer ses coefficients. De manière générale, dans le cas d'un modèle polynomial de P coefficients et d'un nombre N d'expériences ($N > P$), nous obtenons une équation matricielle :

$$[Y] = [X].[B] + [E] \quad [32]$$

Les matrices $[Y]$ et $[E]$ contiennent une colonne et N lignes, la matrice $[B]$ est constituée d'une colonne et P lignes alors que la matrice $[X]$ a P colonnes et N lignes. Etant donné que la matrice $[B]$ n'est pas généralement carrée, la résolution de l'équation [32] se fait par la méthode

des moindres carrés, qui consiste à minimiser le produit de la matrice **[E]** et de sa transposée **['E].[E]** (Cornell 2011; Tinsson 2010). La solution est donnée par la formule:

$$[B] = (['X].[X])^{-1} . ['X].[Y] \quad [33]$$

Une fois que les coefficients du modèle sont déterminés, nous devons vérifier sa validité moyennant l'analyse de variance. Elle consiste à réaliser des tests statistiques utilisant les sommes ci-dessous tel que $\bar{y}$ désigne la somme des réponses mesurées :

- SST la somme des carrés totale, c'est la somme des carrés des écarts entre les réponses mesurées et leur moyenne :

$$SST = \sum_{i=1}^N [y_i - \bar{y}]^2 \quad [34]$$

- SSR la variation des réponses estimées autour de leur moyenne appelée aussi la somme des carrés due à la régression :

$$SSR = \sum_{i=1}^N [\hat{y}_i - \bar{y}]^2 \quad [35]$$

- SSE la somme des carrés des résidus appelée aussi la somme des carrés due à l'erreur, elle quantifie l'ampleur de l'erreur globale commise lors de l'ajustement :

$$SSE = \sum_{i=1}^N [y_i - \hat{y}_i]^2 \quad [36]$$

Les trois sommes sont liées par la relation (Tinsson 2010) :

$$SST = SSR + SSE \quad [37]$$

D'après la relation précédente, le modèle est d'autant meilleur que **SSE** est faible. Pour évaluer la qualité d'un modèle et comparer plusieurs modèles en eux, on utilise un coefficient de détermination ajusté :

$$R_A^2 = 1 - \frac{SSE/(N-P)}{SST/(N-1)} \quad [38]$$

L'analyse de variance consiste à réaliser trois tests statistiques :

- Le test de validité du modèle :

Le premier test à réaliser concerne l'hypothèse nulle (H0) : « la réponse ne dépend pas des constituants du mélange ». Elle est équivalente à dire que $b_1=b_2=b_3=b$ et les autres coefficients sont nuls. L'hypothèse (H0) est rejetée avec une probabilité d'erreur α si l'inégalité suivante est vérifiée :

$$F_0 > F_{(\alpha, P-1, N-P)} \quad [39]$$

Où

- $F0 = \frac{SSR/(P-1)}{SSE/(N-P)}$,
- α une probabilité d'erreur choisie, généralement inférieure à 5 %,
- $F_{(\alpha, P-1, N-P)}$ est un fractile tiré de la table de Fisher pour un α avec des degrés de libertés (P-1, N-P).

Le modèle permet de décrire la variation des résultats d'essais si l'hypothèse (H0) est rejetée avec une probabilité α très faible. On commence par une valeur $\alpha = 5\%$, on vérifie si l'inégalité [39] est vérifiée, si c'est le cas on passe à une valeur de α plus faible.

- Le test d'ajustement du modèle (cas de répétition des expériences) :

La somme SSE peut être due à deux sources principales, le choix d'un mauvais modèle et une grande variabilité des mesures. Afin de distinguer entre ces deux sources d'erreur, on réalise un certain nombre de répétitions d'expériences (Tinsson 2010).

Soit N^* le nombre total d'expériences distinctes, c_i le nombre de répétition de la $i^{\text{ème}}$ expérience, $y_i^{(1)}, y_i^{(2)} \dots y_i^{(c_i)}$ les réponses mesurées et $\bar{y}_i$ leur moyenne. On définit alors:

- SSLOF la somme des carrés due au manque d'ajustement :

$$SSLOF = \sum_{i=1}^{N^*} c_i [\hat{y}_i - \bar{y}_i]^2 \quad [40]$$

- SSPE la somme des carrées due à l'erreur pure :

$$SSPE = \sum_{i=1}^{N^*} \sum_{j=1}^{c_i} [y_i^{(j)} - \bar{y}_i]^2 \quad [41]$$

La somme de SSLOF et SSPE est égale à SSE. On note que dans le cas où il n'y avait aucune répétition, $SSE = SSLOF$ et $SSPE = 0$.

Le test à réaliser concerne l'hypothèse (H1) : « le modèle est bien ajusté en moyenne ». Comme précédemment, l'hypothèse (H1) est rejetée avec une probabilité d'erreur α si l'inégalité suivante est vérifiée :

$$F1 > F_{(\alpha, N^*-P, N-N^*)} \quad [42]$$

Où

- $F1 = \frac{SSLOF/(N^*-P)}{SSPE/(N-N^*)}$,
- α une probabilité d'erreur choisie, généralement inférieure à 5 %,

- $F_{(\alpha, N^*-P, N-N^*)}$ est un fractile tiré de la table de Fisher pour un α avec des degrés de libertés $(N^*-P, N-N^*)$.

Pour valider le modèle, on a intérêt à ne pas rejeter l'hypothèse (H1).

- Test de significativité des coefficients :

Une fois que la solution [B] est obtenue, on peut évaluer la significativité de chaque coefficient b_i en réalisant un test d'hypothèse de (H0): « $b_i = 0$ ». L'hypothèse (H0) est rejetée avec une probabilité d'erreur α si l'inégalité suivante est vérifiée :

$$|T| > T_{(\alpha/2, N-P)} \quad [43]$$

Où

- $T = \frac{b_i}{\sqrt{a_{ii} \frac{SSE}{(N-P)}}}$ tel que a_{ii} est le terme diagonal correspondant à b_i de la matrice de dispersion $([X].[X])^{-1}$,
- $T_{(\alpha/2, N-P)}$ est un fractile tiré de la table de Student avec un degré de liberté (N-P).

Tableau IV-11 Tableau type de l'analyse de variance

Source de variation	Sommes	Degré de liberté	Carré moyen	Valeur de F et T	p-value (> Fou T)	Significatif ou non
Régression	SSR	(P-1)	$\frac{SSR}{(P-1)} (1)$	$\frac{(1)}{(2)}$		
Résidus	SSE	(N-P)	$\frac{SSE}{(N-P)} (2)$	-	-	-
Manque d'ajustement	SSLOF	(N*-P)	$\frac{SSLOF}{(N^*-P)} (3)$	$\frac{(3)}{(4)}$		
Erreur pure	SSPE	(N-N*)	$\frac{SSPE}{(N-N^*)} (4)$	-	-	-
Total	SST	(N-1)	-	-	-	-

Les résultats des trois tests précédents sont regroupés dans des tableaux comme le Tableau IV-11. La colonne p-value contient les probabilités pour que les rapports de F (F0,F1) et T soient plus petits que les fractiles de Fisher et Student correspondant respectivement. La dernière colonne évalue la significativité de la probabilité calculée. Nous rappelons que nous devons déterminer d'abord une régression significative. Autrement dit, nous devons rejeter l'hypothèse « H0 » avec une la probabilité d'erreur α très faible : au moins inférieure à 5 % (Tinsson 2010; Anderson et al. 2009). De plus, nous devons obtenir un manque d'ajustement non

significatif, cela revient à dire que nous ne devons pas rejeter l'hypothèse « H1 ». Généralement un manque d'ajustement est non significatif si la probabilité p-value correspondante est supérieure à 10 % (Anderson et al. 2009; Li et al. 2007). Une fois que le modèle est validé, il est recommandé de réaliser des points tests. En d'autres termes, on mesure la réponse à des points supplémentaires et on compare les résultats obtenus avec les réponses estimées par le modèle. Si les réponses mesurées et estimées aux points tests sont comparables, le modèle est considéré par conséquent adéquat.

IV.2.3.2 Applications aux mortiers

Les neuf points expérimentaux traités précédemment nous ont permis de traiter les modèles du 1^{er}, 2^{ème} degrés et des modèles du 3^{ème} et 4^{ème} degrés modifiés : certains de leurs éléments doivent être éliminés pour que le nombre d'inconnus soit inférieur ou égal à 9 (Tableau IV-12). Dans le Tableau IV-12, $\hat{y}$ désigne la réponse estimée et les x_i [i=1, 2, 3] sont les teneurs en chaux, en poudre de brique et en sable respectivement. Etant donné que les essais précédents ont été réalisés sur trois éprouvettes par mortier, nous avons considéré que toutes les expériences ont été répétées trois fois. Par ailleurs, nous avons étudié quatre points supplémentaires A, B, C et D (Figure IV-35). Ces points servent comme points tests pour y comparer les réponses mesurées avec les réponses estimées par les modèles. Ils peuvent être utilisés également pour l'étude des modèles supérieurs.

Tableau IV-12 Exemples de types de modèles étudiés

Types de modèles	Nombre d'inconnus
<u>Modèle du premier degré:</u> $\hat{y} = a_1.x_1 + a_2.x_2 + a_3.x_3$	3
<u>Modèle du second degré:</u> $\hat{y} = a_1.x_1 + a_2.x_2 + a_3.x_3 + a_{12}.x_1.x_2 + a_{13}.x_1.x_3 + a_{23}.x_2.x_3$	6
<u>Modèle du troisième degré:</u> $\hat{y} = a_1.x_1 + a_2.x_2 + a_3.x_3 + a_{12}.x_1.x_2 + a_{13}.x_1.x_3 + a_{23}.x_2.x_3 + a_{1212}.x_1.x_2(x_1 - x_2) + a_{1313}.x_1.x_3(x_1 - x_3) + a_{2323}.x_2.x_3(x_2 - x_3) + a_{123}.x_1.x_2.x_3$	10

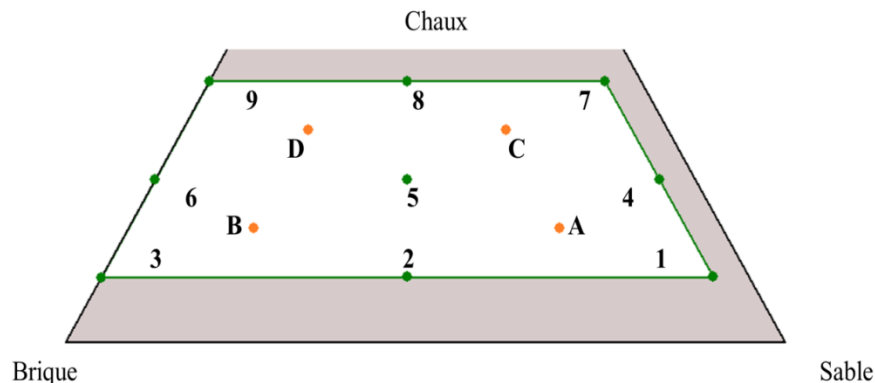


Figure IV-35 Emplacement des quatre points tests A, B, C et D

Tableau IV-13 Modèles établis et réponses aux points tests

Points tests	Valeurs mesurées	Valeurs estimées	Erreur relative
Module de Young dynamique (GPa)			
$E_{dyn} = -5,41.x_1 + 4,99.x_2 + 1,15.x_3 + 13,21.x_1.x_3 + 9,71.x_2.x_3 - 11,50.x_1.x_2.(x_1 - x_2)$ avec $R^2_{adj} = 0,97$			
A	$2,68 \pm 0,03$	3,59	25%
B	$3,65 \pm 0,10$	4,63	21%
C	$2,12 \pm 0,06$	2,71	22%
D	$2,76 \pm 0,12$	2,87	4%
Résistance à la compression (MPa)			
$\sqrt{R_c} = 1,83.x_1 + 2,14.x_2 + 0,86.x_3 - 4,35.x_1.x_2 + 3,62.x_2.x_3 - 13,69.x_1.x_2.(x_1 - x_2)$ avec $R^2_{adj} = 0,97$			
A	$2,25 \pm 0,19$	2,76	23%
B	$5,46 \pm 0,19$	6,34	16%
C	$1,89 \pm 0,14$	1,99	6%
D	$2,96 \pm 0,09$	3,29	11%
Capillarité ($\text{kg/m}^2.\text{h}^{1/2}$)			
$Cap = 23,85.x_1 + 8,35.x_2 + 8,36.x_3 + 54,26.x_1.x_2 + 61,46.x_1.x_2.(x_1 - x_2)$ avec $R^2_{adj} = 0,94$			
A	$15,08 \pm 0,56$	13,08	13%
B	$17,83 \pm 0,34$	13,92	22%
C	$22,75 \pm 0,53$	17,81	22%
D	$22,14 \pm 1,38$	20,46	8%
Dilatation thermique (K^{-1})			
$\alpha_{therm} = 18,84.x_1 + 8,53.x_2 + 10,28.x_3 - 32,51.x_1.x_2 - 23,33.x_1.x_3 - 9,37.x_2.x_3 + 69,12.x_1.x_2.x_3 - 21,83.x_1.x_2.(x_1 - x_2)$ avec $R^2_{adj} = 0,89$			
A	$8,24 \pm 0,31$	8,07	2%
B	$6,84 \pm 0,18$	7,72	13%
C	$8,20 \pm 0,28$	8,05	2%
D	$7,21 \pm 0,29$	7,34	2%
Dilatation hydrique (mm/m)			
$\alpha_{hyd} = 0,81.x_1 + 1,21.x_2 - 0,09.x_3 - 1,67.x_1.x_2 - 0,63.x_2.x_3 + 3,29.x_1.x_2.x_3$ avec $R^2_{adj} = 0,98$			
A	$0,23 \pm 0,02$	0,29	25%
B	$0,70 \pm 0,03$	0,72	3%
C	$0,39 \pm 0,04$	0,42	7%
D	$0,50 \pm 0,04$	0,62	23%
Retrait (mm/m)			
$\sqrt{R} = 5,08.x_1 + 1,43.x_2 - 0,04.x_3 + 4,86.x_1.x_3 - 49,13.(x_1)^2.x_2.x_3$ avec $R^2_{adj} = 0,95$			
A	$3,29 \pm 0,45$	2,22	32%
B	$2,60 \pm 0,07$	3,19	23%
C	$3,87 \pm 0,90$	4,57	18%
D	$5,46 \pm 0,30$	4,74	13%

Nous nous sommes focalisés sur la modélisation de certaines propriétés des mortiers, considérées les plus importantes de point de vue compatibilité avec la pierre calcarénite. En plus du retrait, il s'agit du module de Young dynamique, la résistance à la compression, le coefficient de capillarité, la dilatation thermique, la dilatation hydrique (Sasse & Snethlage 1997). Nous présentons dans le Tableau IV-13 les modèles établis. Pour certaines propriétés, des transformations ont été effectuées sur les réponses pour avoir des modèles bien ajustés. Ainsi nous avons appliqué la racine carrée pour la résistance à la compression et le retrait. Les modèles établis ont été initialement validés par les trois tests statistiques de l'analyse de variance (Annexe 2), puis testés aux quatre points supplémentaires A, B, C et D. Finalement, nous avons tracé les courbes iso-réponses de ces modèles (Figure IV-36).

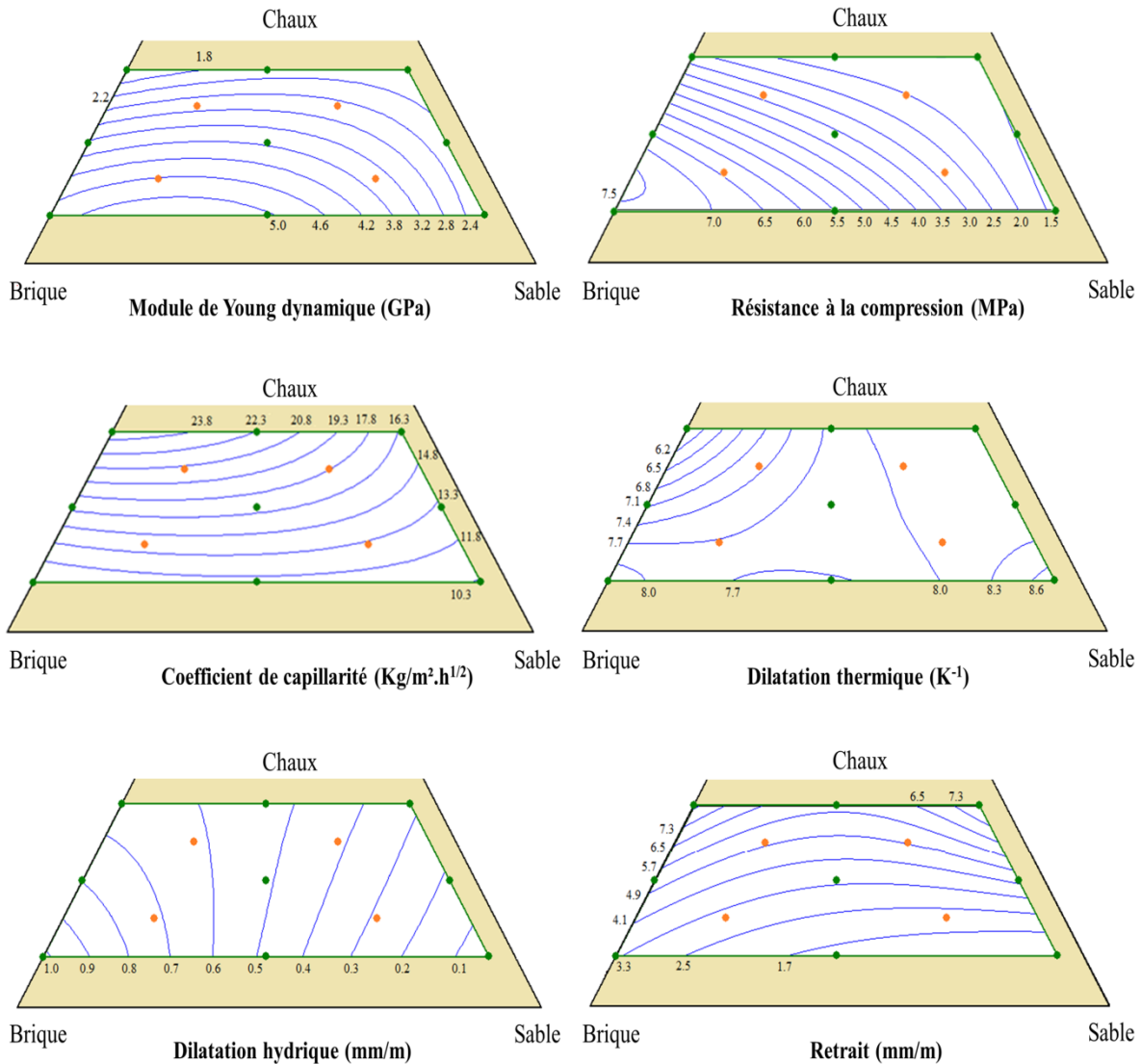


Figure IV-36 Les courbes iso-réponses

L'erreur relative maximale, commise aux points tests, entre les valeurs mesurées et estimées est de l'ordre de 25 % pour toutes les réponses sauf pour le retrait pour lequel elle atteint 32 % (Tableau IV-13). D'après la Figure IV-36, le module de Young dépend principalement de la teneur en chaux pour les mélanges de faible teneur en sable (<50 %). Au-delà de cette teneur limite, l'effet du sable apparaît sans influence marquée. Par ailleurs, la résistance à la compression est peu liée à la teneur en sable, elle est directement corrélée au ratio brique/chaux. Concernant le coefficient de capillarité, il dépend du ratio chaux/sable pour des faibles teneurs en brique (> 33 %) puis devient fortement lié à la teneur en chaux seule. De surcroît, la dilatation thermique est relativement dépendante de la teneur en sable pour des teneurs en chaux non faibles (> 17 %). Les courbes iso-réponse de dilatation hydrique montre que cette propriété est faiblement liée à la teneur en chaux et qu'elle dépend principalement du ratio brique/chaux. Finalement, le retrait est principalement lié à la teneur en chaux.

IV.2.3.3 Critères de compatibilité et choix d'un mortier approprié

Un mortier pour la restauration doit contribuer à la préservation du monument étudié tout en faisant preuve d'une certaine durabilité intrinsèque. De plus, il est primordial de favoriser sa dégradation préférentielle au lieu de celle des matériaux d'origine (Snethlage 2014). Parmi les critères que doit remplir un mortier pour la réparation des joints (Henriques & Groot 2005; Mosquera et al. 2002; Al-Saad & Abdel-Halim 2001; Beck & Al-Mukhtar 2008), on peut distinguer:

- Une faible absorption d'eau et des grands coefficients d'évaporation et de diffusion de vapeur d'eau,
- Une résistance mécanique et un module élastique plus faibles que ceux de la pierre,
- Un retrait minimal et une bonne adhérence au substrat pierreux,
- Des teneurs faibles en sels solubles,
- Une stabilité dimensionnelle similaire à celle de la pierre : dilatations thermiques et hydriques,
- Une composition minéralogique similaire.

Dans le même sens (Sasse & Snethlage 1997; Snethlage 2008) ont fourni une liste de critères avec des plages de variation recommandées pour chaque propriété après un an de maturation du mortier (Tableau IV-14). Selon (Snethlage 2014), le module de Young et la résistance à la compression sont les critères les plus importants. Les deux propriétés d'un mortier de restauration doivent être inférieures à celles de la pierre pour garantir sa dégradation préférentielle. Du même, il doit présenter des propriétés du transfert hydrique et de dilatation proches de celles de la pierre. Concernant l'adhérence, elle est mesurée moyennant des essais d'arrachement. Il est nécessaire que la rupture se produise au niveau du mortier ou de l'interface entre le mortier et la pierre. Par conséquent, on exige que la résistance à l'arrachement du mortier soit 50-100 % de celle de la pierre.

Tableau IV-14 Exigences pour un mortier de restauration de joints par rapport aux propriétés de la pierre (Sasse & Snethlage 1997; Snethlage 2008)

Propriétés	Exigences par rapport à la pierre
Module dynamique E	20-60 %
Résistance à la compression	20-60 %
Dilatation hydrique	50-100 %
Dilatation thermique	50-150 %
Coefficient de capillarité	50-100 %
Résistance à la diffusion de la vapeur d'eau	50-150 %
Adhérence	50-100%

Les critères précités n'ont pas le même degré d'importance. Une hiérarchisation des différentes propriétés des mortiers a été proposée par la RILEM (Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériaux, systèmes de construction et ouvrages) en fonction du rôle que doit remplir un mortier (mortier des joints, enduit, coulis...)(Hughes et al. 2012). Le Tableau IV-15 présente la hiérarchisation des critères recommandée pour un mortier de restauration des joints (mortier d'assise).

Tableau IV-15 Hiérarchisation des critères d'un mortier de restauration des joints de pierres (Hughes et al. 2012)

Propriétés	Importance selon RILEM : 3 très important ,0 non important
Adhérence	3
Résistance mécanique (compression, flexion, traction, dureté)	2
Déformabilité (Module de Young)	3
Résistance à la pénétration d'eau	2
Résistance au gel-dégel	2
Dilatation thermique	1
Transmission de vapeur d'eau	2
Comportement d'imbibition-séchage	2
Esthétique	1

Dans le cas de Volubilis, nous nous sommes intéressés à déterminer un mortier compatible avec la pierre calcarénite, en l'occurrence le faciès intermédiaire qui est le plus répandu sur le site. Nous avons fixé les contraintes suivantes :

- Maximiser le module de Young dynamique et la résistance à la compression tout en respectant la condition 20-60 % par rapport aux valeurs du faciès intermédiaire,
- Respecter la condition 50 - 150 % de la valeur de la pierre pour la dilatation thermique, idéalement obtenir 100 %,
- Minimiser le coefficient de capillarité le plus possible (malgré que les coefficients de tous les mortiers dépassent celui de la pierre),
- Minimiser le retrait et la dilatation hydrique (par défaut d'évaluation de dilatation de la calcarénite).

Nous avons affecté aux six propriétés étudiées des facteurs d'hierarchisation comme le montre le Tableau IV-16. D'une part, nous avons gardé les mêmes facteurs proposés par RILEM sauf pour la dilatation thermique pour laquelle nous avons octroyé plus d'importance puisque le site Volubilis est caractérisé par des variations thermiques importantes. D'autre part, le facteur de retrait est pris égal à 3 puisqu'il rentre dans l'adhérence à jeune âge.

Tableau IV-16 Critères choisis et hiérarchisés pour les mortiers de restauration du Volubilis

Propriétés	Importance 3 très important, 1 moins important
Module de Young	3
Résistance à la compression	2
Capillarité	2
Dilatation thermique	2
Dilatation hydrique	2
Retrait	3

La Figure IV-37 présente les profils des désirabilités partielles notés d_i , traduisant les objectifs visés. Chacune prend des valeurs comprises entre 0 (objectif non atteint) et 1 (objectif atteint à 100 %). Les valeurs intermédiaires sont calculées par interpolation linéaire. Les chiffres (en bleu) en bas des profils présentent les valeurs extrêmes des réponses mesurées précédemment, alors que les chiffres (en noir) en haut des profils indiquent les limites exigées par les conditions de compatibilité précitées. A titre d'exemple, la désirabilité partielle du retrait est égale à 1 si le retrait est inférieur à 0,74 mm/m, 0 si le retrait est supérieur à 9,84 mm/m et 0,5 pour un retrait de 5,29 mm/m, calculée par interpolation.

Les exigences précédentes peuvent être contradictoires, par conséquent une fonction globale D « Désirabilité » permet de refléter la satisfaction globale en déterminant un meilleur compromis entre les différentes désirabilités partielles. Elle est communément définie dans les plans d'expériences comme étant la moyenne géométrique des désirabilités partielles d_i . Dans le cas où les propriétés n'ont pas le même degré d'importance, on affecte aux désirabilités partielles

des exposants r_i (entiers naturels) : plus une propriété est importante, plus l'exposant de sa désirabilité partielle est grand. Ainsi, la désirabilité globale est exprimée pour m désirabilités partielles sous la forme suivante :

$$D = \sqrt[r]{d_1^{r_1} \times d_2^{r_2} \times \dots \times d_m^{r_m}} \quad \text{avec } r = \sum_{i=1}^m r_i \quad [44]$$

En se référant à la hiérarchisation des critères présentée dans le Tableau IV-16, les exposants affectés aux désirabilités partielles sont pris égaux aux degrés d'importance des propriétés correspondantes (module de Young $r_1 = 3$, résistance à la compression $r_2 = 2$, coefficient de capillarité $r_3 = 2$, dilatation thermique $r_4 = 2$, dilatation hydrique $r_5 = 2$, retrait $r_6 = 3$). Ainsi, nous pouvons calculer la désirabilité globale en tout point du domaine expérimental et tracer des courbes d'iso-désirabilité.

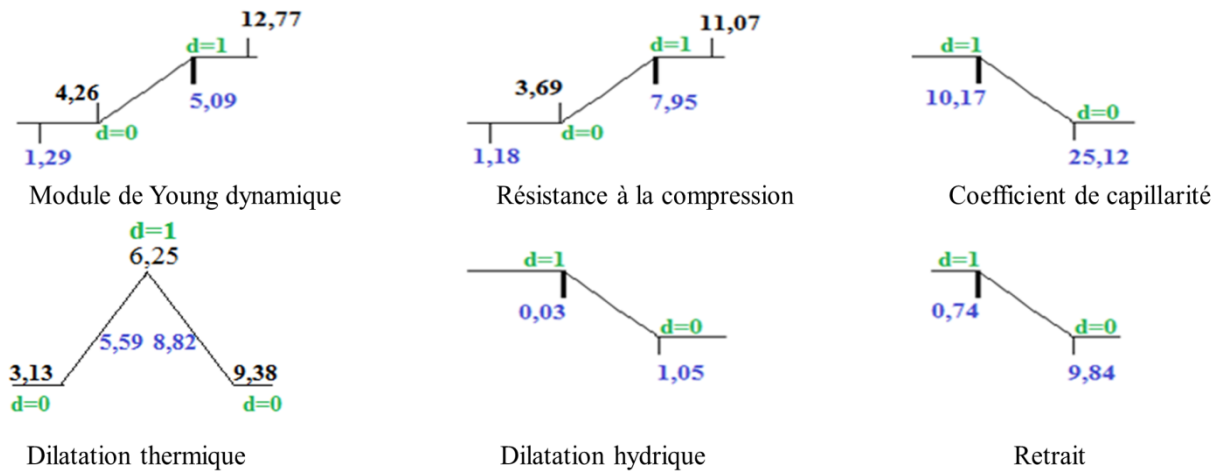


Figure IV-37 Profils de courbes des désirabilités partielles

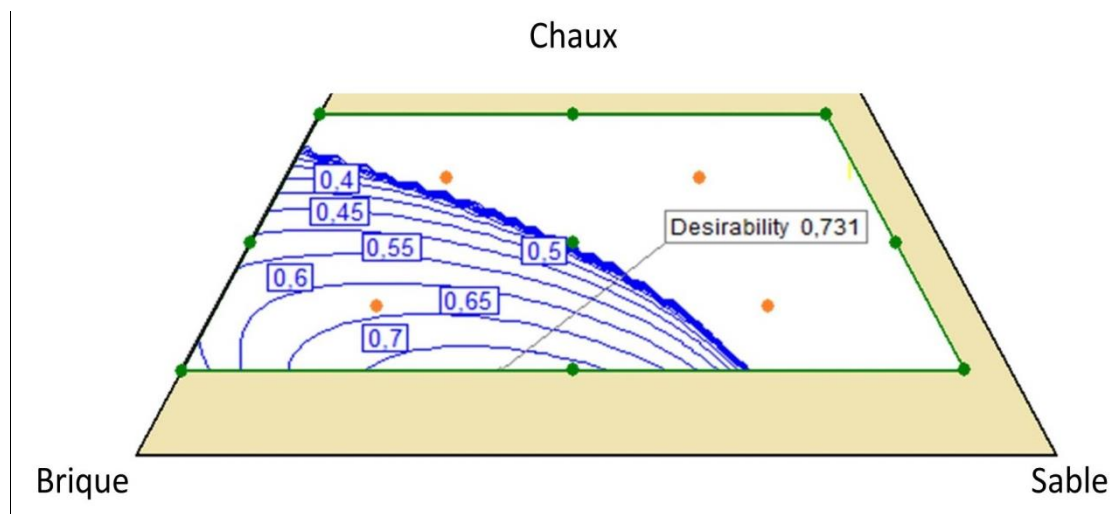


Figure IV-38 Courbes de désirabilité globale dans le domaine expérimental étudié

La Figure IV-38 présente les courbes d'iso-désirabilité supérieures à 50 %. La désirabilité globale dépasse 70 % sans atteindre 75 % dans une petite zone proche du point expérimental 2. Par conséquent, les mortiers correspondants à cette partie du domaine expérimental seraient les plus compatibles avec la pierre calcarénite. Le mortier 2 constitué de 10 % de chaux, 47,5 % de poudre de brique et 42,5 % du sable, pourrait donc être utilisé pour restaurer les calcarénites de Volubilis et assurer une certaine compatibilité avec ces pierres afin d'obtenir une excellente durabilité de la maçonnerie.

IV.3 Conclusion

Les mortiers de jointoiements permettent d'assembler les unités d'une maçonnerie, en l'occurrence des pierres. Dans les cas des monuments historiques du site de Volubilis, certains de ces mortiers, qui ont servis pour les travaux de restauration, ne remplissent pas justement leur rôle soit à cause de leur faible résistance mécanique ou parce qu'ils contribuent à la dégradation des pierres historiques. Les mortiers à utiliser durant les prochaines interventions doivent être compatibles. Afin de proposer la recette d'un mortier approprié, nous avons caractérisé la seule chaux éteinte industrielle commercialisée au Maroc par Lafarge et des matériaux régionaux: sable dolomitique, pouzzolane naturelle, cendres d'oliviers et poudre de brique. Ils ont été utilisés ensuite dans une formulation préliminaire des mortiers. Les analyses chimique et minéralogique ont montré que la chaux de Lafarge ne convient pas comme liant pour les mortiers de restauration vue sa teneur en anhydrite. D'après la caractérisation mécanique et les essais de vieillissement accéléré par la cristallisation de l'halite et le choc thermique, nous avons opté pour l'utilisation de la poudre de brique comme ajout vue son caractère pouzzolanique. La chaux de Lafarge a été également remplacée par une chaux aérienne normalisée CL90. Une étude détaillée a été par la suite menée en se basant sur l'approche des plans de mélanges. Les principaux résultats obtenus sont comme suit :

- La poudre de brique a un caractère pouzzolanique, son ajout entraîne l'apparition d'un aluminosilicate hydraté appelé gismondine,
- Le retrait et le module de Young dynamique dépendent principalement de la teneur en chaux. Elle est en corrélation positive avec le retrait et en corrélation négative avec le module de Young,
- La résistance à la compression n'est pas significativement influencée par le dosage en sable. Elle est d'autant plus grande que le ratio brique/chaux est important,
- Le coefficient de capillarité dépend globalement de la teneur en chaux. L'ajout de la poudre de brique le réduit légèrement,
- Les dilatations hygriques augmentent avec l'augmentation de la teneur en fines surtout la poudre de brique.

La démarche des plans de mélange a permis d'établir des modèles estimant les propriétés des mortiers, considérées les plus importantes de point de vue compatibilité avec la pierre calcarénite, en fonction du dosage. Des courbes d'iso-réponse de chaque propriété ont été tracées à partir des modèles établis. Afin de répondre à différentes contraintes de compatibilité, nous avons recouru à la fonction désirabilité globale pour déterminer un meilleur compromis. Les résultats obtenus remplissent jusqu'à 70 % des objectifs, et la formulation n°2 (10 % de chaux, 47,5 % de poudre de brique et 42,5 % du sable) semblerait être la plus compatible pour les prochains travaux de restauration sur le site de Volubilis.

Conclusion générale et perspectives

Le site archéologique Volubilis au Maroc appartient au patrimoine mondial de l'UNESCO depuis 1997. Il témoigne principalement de la période romaine dans la Maurétanie tingitane. Le site est constitué de plusieurs monuments en pierres maçonnées, y compris des maisons somptueuses célèbres par leurs mosaïques, surtout dans le quartier nord-est. Ce quartier nécessite plus que de simples travaux d'entretien, mais d'importants travaux de restauration. L'objectif de cette thèse consacré au site Volubilis est de déterminer les causes des pathologies, notamment la dégradation de pierres et de proposer des mortiers pour la restauration de murs de ses monuments. A l'issue d'une étude d'anamnèse en collectant des informations sur le site Volubilis et de son environnement, les recherches ont été focalisées sur la pierre calcarénite constituant plus de 60 % du volume total des pierres de construction du site et la quasi-totalité des maçonneries.

Des blocs de la calcarénite ont été extraits de la carrière d'origine principale Ain Schkor. Cette pierre beige-jaunâtre se présente sous forme de trois faciès : blanchâtre, intermédiaire et jaunâtre. Une caractérisation multi-échelle de ces faciès a été réalisée. Malgré leurs compositions minéralogiques similaires déterminées par des techniques diverses (DRX, XRF et ATG), ces faciès présentent des morphologies différentes. Le faciès blanchâtre est composé de grains de quartz bien cimentés par une matrice calcique contrairement au faciès jaunâtre contenant plus de pores. Les trois faciès sont par conséquent très contrastés de point de vue de la distribution porale. Les faciès blanchâtre et intermédiaire présentent des réseaux poreux unimodaux de diamètre médiane $0,2\ \mu\text{m}$ et $1,5\ \mu\text{m}$ respectivement, contrairement au faciès jaunâtre ayant un réseau poral bimodal de diamètre médian $12,4\ \mu\text{m}$. La porosité des trois faciès est d'environ 8,5 % pour le faciès blanchâtre, 16,9 % pour le faciès intermédiaire et 22,0 % pour le faciès jaunâtre. Ces différences au niveau poral affectent significativement le comportement hydrique, thermique et mécanique des faciès de la pierre. L'étude a montré que les absorptions sous vide et à pression atmosphérique sont corrélées à la porosité. De plus, l'absorption par capillarité montre la même tendance. Le faciès jaunâtre est très absorbant ($3,72\ \text{kg/m}^2.\sqrt{h}$), deux fois plus que le faciès intermédiaire ($2,03\ \text{kg/m}^2.\sqrt{h}$) et sept fois plus que le faciès blanchâtre ($0,59\ \text{kg/m}^2.\sqrt{h}$). De point de vue de la rétention d'eau, les faciès de la calcarénite montrent une faible capacité à capter de l'eau puisque leur teneur en eau à une humidité $H_r = 98\ %$ ne dépasse pas 0,6 %. La caractérisation a révélé également que plus le faciès est poreux, plus sa désaturation est longue entraînant un degré de saturation résiduel plus petit. En outre, la perméabilité à la vapeur d'eau est d'autant plus importante que le faciès est poreux. Elle est de l'ordre de $3,43.10^{-12}\ \text{kg/Pa.m.s}$ pour le faciès jaunâtre, $1,42.10^{-12}\ \text{kg/Pa.m.s}$ pour le faciès intermédiaire et $0,83.10^{-12}\ \text{kg/Pa.m.s}$ pour le faciès blanchâtre. Par ailleurs, les trois faciès présentent des propriétés thermiques assez distinctes. La conductivité thermique est inversement corrélée à la porosité. A titre d'illustration, elle atteint à l'état sec $2,350\ \text{W/m.K}$ pour le faciès blanchâtre, $1,764\ \text{W/m.K}$ pour le faciès intermédiaire et seulement $1,261\ \text{W/m.K}$ pour le faciès jaunâtre. Concernant la dilatation thermique, son coefficient linéaire montre la même tendance avec la porosité. Il varie de $5,77.10^{-6}$

K^{-1} pour le faciès blanchâtre à $7,47.10^{-6} K^{-1}$ pour le faciès jaunâtre. Les propriétés mécaniques des trois faciès sont différentes. Le faciès blanchâtre est très résistant et rigide. Ses résistances à la compression et à la traction indirecte et son module de Young atteignent 47,84 MPa, 5,32 MPa et 83,3 GPa respectivement à l'état sec. Pour le même état de saturation, le faciès jaunâtre présente des propriétés mécaniques moins fortes : une résistance à la compression de 12,63 MPa, une résistance à la traction indirecte de 1,62 MPa et un module de Young de 33,9 GPa. Le faciès intermédiaire a montré une résistance et une rigidité comprises entre celles des faciès extrêmes.

La différence entre les trois faciès n'est pas limitée à leurs propriétés mais elle apparaît importante de point de vue de la durabilité vis-à-vis de la cristallisation de sel. Quinze cycles de l'essai de vieillissement artificiel avec le sulfate de sodium ont été suffisants pour engendrer une perte de masse de 57 % pour le faciès jaunâtre, contre 7 % et 0 % pour les faciès intermédiaire et blanchâtre respectivement. L'altération s'est produite sous forme de désagrégation sableuse pour le faciès jaunâtre et sous forme d'alvéolisation pour le faciès intermédiaire. Ces deux formes d'altération sont les plus répandues au niveau du site Volubilis notamment à l'échelle de la maison de Vénus. Etant donné que les trois faciès de la calcarénite sont pratiquement dissimilaires mis à part leur composition minéralogique, il est primordial de les distinguer les uns des autres afin de choisir les meilleurs blocs lors des prochaines restaurations. Quatre essais non destructifs ont été testés pour ce but dans les conditions ambiantes du laboratoire. Les résultats obtenus montrent d'une part que l'essai de dureté et la mesure colorimétrique du paramètre bleu-jaune b^* peuvent être utilisés pour évaluer la porosité des pierres calcarénites. D'autre part, ils ont révélé que le tube de Karsten permet d'estimer le coefficient de capillarité des pierres calcarénites et de déterminer leur sens de litage. De plus, la vitesse ultrasonore suffit pour sélectionner les pierres calcarénites ayant une porosité inférieure à 15 %.

Si les trois faciès sont dissimilaires à leur état sain, ce n'est pas surprenant qu'ils présentent des états de conservation différents sur le site Volubilis après des siècles d'exposition. D'après l'observation de la maison de Vénus, certaines formes d'altération sont générales et atteignent différents types de pierres. Il s'agit des colonisations biologiques (lichens et mousses) affectant la majorité des parties de la maison, des patines jaunâtres et la rubéfaction de certaines pierres sous l'effet des feux. Néanmoins, d'autres formes sont liées à des faciès de calcarénite particuliers. C'est le cas des détachements et des pertes de matières, affectant les faciès jaunâtres et intermédiaires. Ces altérations se développent sous forme d'alvéolisation, de désagrégation sableuse et de desquamation en feuillets. Elles sont généralement observées au niveau des pierres avoisinantes du sol et des joints de mortiers utilisés lors des interventions antérieures. Les mesures de la dureté et de l'absorption d'eau par le tube de Karsten peuvent être effectuées in situ pour évaluer les effets d'altération sur les pierres tout en respectant le principe de l'intervention minimale. En plus des altérations précitées, la maison de Vénus présente plusieurs désordres structuraux au niveau des murs comme des bombements, des inclinaisons, des effondrements et des fractures. Ils sont liés à la géologie de la région, la mauvaise qualité de certains mortiers, au vandalisme et à l'érosion touristique. Ces désordres augmentent la vulnérabilité des pierres à l'altération puisqu'ils entraînent l'éparpillement des pierres sur terre et incitent la direction du site

à entreprendre des interventions urgentes souvent précipitées et sans études scientifiques préliminaires. La caractérisation chimique et minéralogique des calcarénites altérées par des détachements et des pertes de matière, a montré la présence de sels exogènes comme l'halite et du gypse dans la majorité des cas. Ces sels proviennent des mortiers avoisinants, utilisées pendant les interventions antérieures. Une fois contaminées par les sels, les calcarénites devraient être dégradées par plusieurs mécanismes comme des pressions de cristallisation dans les pores ou les contraintes dues aux variations de la température. Les desquamations en feuillets affectent aussi certaines calcarénites non contaminées et sont vraisemblablement due à des contraintes thermiques. En effet, le risque de dégradation des calcarénites par les contraintes thermiques s'est avéré élevé pour le faciès jaunâtre et peu probable pour les faciès intermédiaire et blanchâtre.

L'étude de mortiers pour la restauration des maçonneries de calcarénite durant les futures interventions a permis de formuler un mortier à base principalement des matières locales. La caractérisation chimique et minéralogique des matières premières a montré que la chaux de Lafarge Maroc, qui est la seule chaux éteinte commercialisée au Maroc, contient de l'anhydrite. En effet, sa teneur en trioxyde de soufre SO_3 (4,32 %) dépasse le double de la limite maximale permise pour les chaux de construction qui est de 2% selon la norme (NF EN 459-1 2012). Les analyses ont montré également que le sable régional est dolomitique et que la poudre de brique et la pouzzolane naturelle ont des indices pouzzolaniques largement grands par rapport à celui des cendres. Une étude comparative des mortiers formulés à base des matières premières précitées a été entreprise. Elle a révélé que les trois ajouts réduisent la porosité et la capillarité des mortiers à base de chaux, mais seules la poudre de brique et la pouzzolane naturelle améliorent la résistance mécanique. L'étude de durabilité des mortiers a montré que ceux avec 30 % de poudre de brique sont les plus durables simultanément au choc thermique et à la cristallisation de l'halite. A l'issue de cette étude préliminaire, nous avons remplacé la chaux de Lafarge par une chaux aérienne normalisée CL90 commercialisée en France et nous avons sélectionné la poudre de brique parmi les trois ajouts. L'étude détaillée basée sur les plans de mélanges a permis d'étudier l'effet du dosage des trois constituants secs (chaux, sable, poudre de brique) sur différentes propriétés des mortiers. Il s'agit principalement de la résistance à la compression, du module de Young dynamique, du coefficient de capillarité, du retrait et des dilatations thermique et hydrique. Après l'établissement et la validation des modèles par l'analyse de la variance et des points tests, des courbes d'iso-réponse de chaque propriété des mortiers ont été tracées. Les modèles établis permettent d'estimer les propriétés précédentes sans dépasser une erreur relative de 32 % pour le retrait et de 25 % pour le reste des propriétés. Par ailleurs, nous avons montré à travers cette démarche que l'augmentation de la teneur en chaux augmente le retrait et le coefficient de capillarité mais réduit le module de Young dynamique. De plus, cette étude a révélé que la poudre de brique augmente significativement non seulement la résistance à la compression mais également la dilatation hydrique. Un avantage supplémentaire de la démarche proposée consiste en la possibilité de sélectionner des dosages répondant de manière optimale aux contraintes de compatibilité prescrites. Cela revient à utiliser la fonction désirabilité globale permettant de déterminer un meilleur compromis dans le cas où les exigences au niveau des propriétés des

mortiers sont contradictoires. Jusqu'à ce niveau, nous recommandons pour la restauration des maçonneries de calcarénite la recette suivante : un mélange sec (10 % de chaux, 47,5 % de poudre de brique et 42,5 % du sable) et une teneur en eau d'environ 22,7 %.

Plusieurs perspectives sont envisageables pour affiner et compléter les recherches menées. Afin de limiter les désordres structuraux sur le site, il est primordial de caractériser les sols d'assise des principaux monuments du site et de proposer des solutions géotechniques réduisant les risques de gonflement et de glissement des sols. L'instrumentation des monuments moyennant des capteurs de température, d'humidité et de déformations permettrait d'appréhender davantage les causes de dégradations et de surveiller la stabilité de ces monuments. Il serait intéressant aussi de traiter les pierres altérées et de réduire la vulnérabilité des autres pierres en adoptant différentes solutions : dessalement, consolidation, remplacement des mortiers de ciment. Par ailleurs, le modèle du calcul des contraintes thermiques pourrait être amélioré de façon à prendre en considération différentes formes de pierres (prisme, colonne) et des encastremements imparfaits (une pierre dans un mur n'est pas réellement encastree). Dans le même sens, la simulation numérique du problème en appliquant un chargement thermique variable et en tenant compte du phénomène de la fatigue fournirait des estimations de contraintes plus réalistes. La poursuite de l'étude en laboratoire sur les mortiers et la réalisation et l'instrumentation in-situ d'un muret de pierres calcarénites jointes par les mortiers formulés seraient très appréciées pour évaluer la compatibilité et la durabilité du composite à court et long termes.

Références

- Aalil, I., Beck, K., et al., 2016a. Deterioration analysis of building calcarenite stone in the House of Venus in the archaeological site of Volubilis (Morocco). *Construction and Building Materials*, 125, pp.1127–1141.
- Aalil, I., Beck, K., et al., 2016b. Estimation of physical properties of Volubilis calcarenite stone using non-destructive testing. In *International RILEM Conference on Materials, Systems and Structures in Civil Engineering*. Lyngby: RILEM Publications SARL.
- Aalil, I. et al., 2014. Pérennité de la Maison de Vénus du site archéologique de Volubilis (Maroc) : pré-diagnostic, étude des altérations et caractérisation de la pierre prépondérante. In *32èmes Rencontres de l'AUGC*. Orléans.
- Aalil, I., Badreddine, D., et al., 2016. Preservation of the house of Venus in Volubilis. In *41st IAHS World Congress on Housing*. Albufeira.
- Aalil, I. et al., 2017. Restoration mortars for the Volubilis calcarenite stone. *Procedia Structural Integrity*, 5(Supplement C), pp.1123–1128.
- Acun, S., Arioglu, N. & Arioglu, N., 2006. A method for the preservation and restoration of the stones used in historical buildings. *Architectural Science Review*, 49(2), pp.143–148.
- Akerraz, A., 1983. Note sur l'enceinte tardive de Volubilis. In *Actes du IIe Colloque international sur l'histoire et l'archéologie de l'Afrique du nord*. Grenoble, pp. 429–436.
- Akerraz, A., 1998. Recherches sur les niveaux islamiques de Volubilis. In P. CRESSIER & M. GARCÍA-ARENAL, eds. *Genèse de la ville islamique en al-Andalus et au Magreb occidental*. Madrid, pp. 295–304.
- Akerraz, A. & Lenoir, É., 1990. Volubilis et son territoire au Ier siècle de notre ère. *Publications de l'École française de Rome*, 134(1), pp.213–229.
- Akerraz, A. & Lenoir, M., 1982. Les huileries de Volubilis. Direction des musées et antiquités du Maroc, 1982. In *Bulletin d'archéologie Marocaine Tome XIV*. pp. 69–120.
- Al-Mukhtar, M., 2002. Water vapour transfer in highly compacted and unsaturated soils. In F. A. Jucá, J.F.T., de Campos, T.M.P. and Marinho, ed. *Unsaturated Soils (UNSAT 2002)*. Recife, Brazil, pp. 389–394.
- Al-Naddaf, M., 2009. The effect of salts on thermal and hydric dilatation of porous building stone. *Archaeometry*, 51(3), pp.495–505.
- Al-Omari, A. et al., 2014a. Coupled thermal–hygric characterisation of elastic behaviour for soft and porous limestone. *Construction and Building Materials*, 62, pp.28–37.
- Al-Omari, A. et al., 2014b. Effect of thermal stress, condensation and freezing–thawing action on the degradation of stones on the Castle of Chambord, France. *Environmental Earth Sciences*, 71(9), pp.3977–3989.
- Al-Omari, A. et al., 2015. Weathering of limestone on Al-Ziggurat walls in the ancient Al-

- Nimrud city (Iraq). *Environmental Earth Sciences*, 74(1), pp.609–620.
- Al-Saad, Z. & Abdel-Halim, M.A.H., 2001. Laboratory evaluation of various types of mortars for the conservation of Qasr al-Bint monument, Petra-Jordan. *Engineering Structures*, 23(8), pp.926–933.
- Al-Shayea, N., 2004. Effects of testing methods and conditions on the elastic properties of limestone rock. *Engineering geology*, 74 (1-2), pp.139–156.
- Anderson, M. et al., 2009. *Handbook for experimenters* Stat-Ease, ed., Minneapolis.
- Antonelli, F., Lazzarini, L. & Cancelliere, S., 2009. Volubilis (Meknes, Morocco): archaeometric study of the white and coloured marbles imported in the Roman age. *Journal of Cultural*, 10(1), pp.116–123.
- Aoki, H. & Matsukura, Y., 2007. A new technique for non-destructive field measurement of rock surface strength: an application of the Equotip hardness tester to weathering studies. *Earth Surface Processes and Landforms*, 32(12), pp.1759–1769.
- Aoki, H. & Matsukura, Y., 2008. Estimating the unconfined compressive strength of intact rocks from Equotip hardness. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 67(1), pp.23–29.
- Arandigoyen, M., Bernal, J. & López, M., 2005. Lime-pastes with different kneading water: pore structure and capillary porosity. *Applied Surface*, 252(5), pp.1449–1459.
- Arizzi, A. & Cultrone, G., 2012. Aerial lime-based mortars blended with a pozzolanic additive and different admixtures: A mineralogical, textural and physical-mechanical study. *Construction and Building Materials*, 31, pp.135–143.
- Arizzi, A. & Cultrone, G., 2011. Negative effects of the use of white portland cement as additive to aerial lime mortars set at atmospheric conditions: a chemical, mineralogical and physical-mechanical investigation. In S. Manuel Rivera & A. L. Pena Diaz, eds. *Brick and mortar research*.
- Attima, Z. et al., 2014. Stabilisation des sols argileux par la chaux. In *Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur JNGG2014*. Beauvais 8-10 juillet 2014.
- Augustin, F. von, 1838. *Erinnerungen aus Marokko: gesammelt auf einer Reise im Jahre 1830.*, Vienne: Schaumburg.
- Aydin, A. & Basu, A., 2005. The Schmidt hammer in rock material characterization. *Engineering Geology*, 81(1), pp.1–14.
- Bakolas, A. et al., 1998. Characterization of structural byzantine mortars by thermogravimetric analysis. *Thermochimica Acta*, 321(1-2), pp.151–160.
- Balty, J.C., 1961. Robert Etienne, Le quartier nord-est de Volubilis. *L'antiquité classique*, 30(1), pp.327–333.
- Barton, N., 2007. *Rock quality, seismic velocity, attenuation and anisotropy*. Taylor & Francis,

- ed., London.
- Beck, K., 2006. *Etude des propriétés hydriques et des mécanismes d'altération de pierres calcaires à forte porosité*. Université d'Orléans.
- Beck, K. & Al-Mukhtar, M., 2010a. Evaluation of the compatibility of building limestones from salt crystallization experiments. *Geological Society, London, Special Publications*, 333(1), pp.111–118.
- Beck, K. & Al-Mukhtar, M., 2008. Formulation and characterization of an appropriate lime-based mortar for use with a porous limestone. *Environmental Geology*, 56(3-4), pp.715–727.
- Beck, K. & Al-Mukhtar, M., 2010b. Weathering effects in an urban environment: a case study of tuffeau, a French porous limestone. *Geological Society, London, Special Publications*, 331(1), pp.103–111.
- Behel, M.H., 1992. Fortifications pré-romaines au Maroc: Lixus et Volubilis, essai de comparaison. *Publications de l'École française de Rome*, 166(1), pp.239–247.
- Benavente, D. et al., 2004. Durability estimation of porous building stones from pore structure and strength. *Engineering Geology*, 74(1-2), pp.113–127.
- Benavente, D. et al., 2010. Salt damage and microclimate in the Postumius Tomb, Roman Necropolis of Carmona, Spain. *Environmental Earth Sciences*, 63(7-8), pp.1529–1543.
- Benavente, D. & Cultrone, G., 2008. The combined influence of mineralogical, hygric and thermal properties on the durability of porous building stones. *European Journal of Mineralogy*, 20(4), pp.673–685.
- Benhamou, F. et al., 2011. *Valoriser le patrimoine culturel de la France* L. D. Française, ed., Paris: Rapport pour le Conseil d'Analyse Économique.
- Ben-Moussa, A. et al., 2012. Étude du changement de l'état des eaux de l'oued Khoumane a la confluence avec les eaux thermales de la source Ain Hamma. *LARHYSS Journal*, 11, pp.17–36.
- Ben-Moussa, A., Chahlaoui, A. & Rour, E., 2013. Changement de la qualité physico-chimique des eaux de l'oued khoumane au voisinage de la ville de moulay idriss zerhoun – maroc. *ScienceLib Editions Mersenne*, 5.
- Biscontin, G., Pellizon Birelli, M. & Zendri, E., 2002. Characterization of binders employed in the manufacture of Venetian historical mortars. *Journal of Cultural Heritage*, 3(1), pp.31–37.
- Bonazza, A. et al., 2009. Climate change impact: mapping thermal stress on Carrara marble in Europe. *Science of the Total*, 407(15), pp.4506–4512.
- Brahmi, N., 2008. *Volubilis: approche religieuse d'une cité de Mauretanie Tingitane (milieu Ier-fin IIIème siècles apr. J.-C.)*. Université Le Mans.
- Brotons, V. et al., 2016. Improved correlation between the static and dynamic elastic modulus of

- different types of rocks. *Materials and structures*, 49(8), pp.3021–3037.
- Brouquier-Reddé, V., Khayari, A. El & Ichkhakh, A., 1998. Le temple B de Volubilis: nouvelles recherches. *Antiquités africaines*, 34(1), pp.65–72.
- Callebaut, K. et al., 2001. Nineteenth century hydraulic restoration mortars in the Saint Michael's Church (Leuven, Belgium): Natural hydraulic lime or cement? *Cement and Concrete Research*, 31(3), pp.397–403.
- Cardell, C. et al., 2003. Salt-induced decay in calcareous stone monuments and buildings in a marine environment in SW France. *Construction and Building Materials*, 17(3), pp.165–179.
- Çelik, M., Akbulut, H. & Ergül, A., 2014. Water absorption process effect on strength of Ayazini tuff, such as the uniaxial compressive strength (UCS), flexural strength and freeze and thaw effect. *Environmental Earth Sciences*, 71(9), pp.4247–4259.
- Černý, R. et al., 2006. Effect of pozzolanic admixtures on mechanical, thermal and hygric properties of lime plasters. *Construction and Building Materials*, 20(10), pp.849–857.
- Charola, A.E., Pühringer, J. & Steiger, M., 2006. Gypsum: a review of its role in the deterioration of building materials. *Environmental Geology*, 52(2), pp.339–352.
- Chatelain, L., 1916. Chatelain Louis. Note sur les fouilles de Volubilis (Maroc). *Comptes rendus des séances de l'Académie des Inscriptions et Belles-Lettres*, 60(4), pp.359–366.
- Chatelain, L., 1919. Deux inscriptions de Volubilis relatives au culte de Mithra. *Comptes rendus des séances de l'Académie des Inscriptions et Belles-Lettres*, 63(6), pp.439–444.
- Chatelain, L., 1929. Note sur les fouilles de Volubilis. *Comptes rendus des séances de l'Académie des Inscriptions et Belles-Lettres*, 73(4), pp.258–263.
- Christaras, B., Auger, F. & Mosse, E., 1994. Determination of the moduli of elasticity of rocks. Comparison of the ultrasonic velocity and mechanical resonance frequency methods with direct static methods. *Materials and Structures*, 27(4), pp.222–228.
- Chwast, J. et al., 2015. Gypsum efflorescence on clay brick masonry: Field survey and literature study. *Construction and Building Materials*, 85, pp.57–64.
- Cizer, O. et al., 2008. Blended lime-cement mortars for conservation purposes: microstructure and strength development. In *Structural analysis of historic construction: preserving safety and significance – proceedings of the 6th international conference on structural analysis of historic construction, SAHC08 2*. United Kingdom, pp. 965–972.
- Clauser, C. & Huenges, E., 1995. Thermal conductivity of rocks and minerals. In T. J. Ahrens, ed. *Rock physics & phase relations: a handbook of physical constants*. Washington: American Geophysical Union, pp. 105–126.
- Colas, E., 2011. *Impact de l'humidité et des solutions salines sur le comportement dimensionnel de grès du Buntsandstein: contribution à la sélection de faciès de restauration*. Université de Reims.

- Concha-Lozano, N., Lafon, D. & Sabiri, N., 2013. Color thresholds for aesthetically compatible replacement of stones on monuments. *Color Research & Application*, 38(5), pp.356–363.
- Cornell, J.A., 2011. *A Primer on Experiments with Mixtures* J. W. & Sons, ed.,
- Cour des Comptes Marocain, 2006. *Rapport d'activités relatif à l'exercice 2006*,
- Cultrone, G. et al., 2008. Influence of pore system characteristics on limestone vulnerability: A laboratory study. *Environmental Geology*, 54(6), pp.1271–1281.
- Demirdag, S., 2013. Effects of freezing–thawing and thermal shock cycles on physical and mechanical properties of filled and unfilled travertines. *Construction and Building Materials*, 47, pp.1395–1401.
- Desruelles, S., Castanet, C. & Lenoir, É., 2012. Approches géoarchéologiques des dynamiques hydrologiques et de leur gestion antique: les cas de Volubilis et de Banasa (Bassin du Sebou, Maroc). In *Les paysages de rivières et les paysages de l'eau dans l'Antiquité*.
- Dessandier, D. et al., 2008. *Atlas of the ornamental and building stones of Volubilis ancient site (Morocco). Final report BRGM/RP-55539-FR*,
- Dessandier, D. et al., 2010. *Guide des pierres du site antique de Volubilis (Maroc)*, Rabat: Université Moulay Ismail.
- Dessandier, D. et al., 2000. *Guide méthodologique de sélection des pierres des monuments en termes de durabilité et compatibilité*, Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM)/RP-50137. FR.
- Dessandier, D. et al., 2009. La pierre de construction, matériau du développement durable. *Geosciences*, pp.8–15.
- Doehne, E., 2002. Salt weathering: a selective review. *Geological Society, London, Special Publications*, 205(1), pp.51–64.
- Domergue, C., 1963. L'arc de triomphe de Caracalla à Volubilis. *École pratique des hautes études. 4e section, Sciences historiques et philologiques*, 96(1), pp.283–293.
- Doutté, E., 1914. *Mission au Maroc en tribu*. Geuthner., Paris.
- Dresch, J., 1930. Le massif de Moulay Idriss (Maroc septentrional): étude de géographie humaine. *Annales de géographie*, 39(221), pp.496–510.
- Ecole d'Avignon, 2003. *Techniques et pratique de la chaux*. Eyrolles.,
- El-Khayari, A., 1992. Les Thermes Extra-Muros à Volubilis. In *Africa Romana: atti del X Convegno Di Studio*. Oristano, pp. 302–312.
- Ellis, K. et al., 2016. Modeling setting time and compressive strength in sodium carbonate activated blast furnace slag mortars using statistical mixture design. *Cement and Concrete Composites*, 74, pp.1–6.
- Espinosa, R.M., Franke, L. & Deckelmann, G., 2008. Model for the mechanical stress due to the

- salt crystallization in porous materials. *Construction and Building Materials*, 22(7), pp.1350–1367.
- Etienne, R., 1960. *Le quartier nord-est de Volubilis*. De Boccard.,
- Etienne, R., 1950. Les carrières de calcaire dans la région de Volubilis. *bulletin archéologique du comité fes travaux historiques et scientifiques*, pp.32–32.
- European Council, 1998. Council Directive 98/83/EC of 3 November 1998. The quality of water intended for human consumption. *Official Journal of the European Communities*, L. 330.
- Euzennat, M., 1959. Rapport de 1956 sur l'activité de l'Inspection des Antiquités du Maroc. In *Bulletin archéologique du Comité des Travaux Historiques et Scientifiques*. Paris.
- Faugères, J., 1978. *Les Rides sud-rifaines: Evolution sédimentaire et structurale d'un bassin atlantico-mésogéen de la marge africaine*. Université de Bordeaux.
- Feldman, R. & Ramachandran, V., 1971. Modified thermal analysis equipment and technique for study under controlled humidity conditions. *Thermochimica Acta*, 2(5), pp.393–403.
- Félix, C., 1995. Choix de grès tendres du Plateau suisse pour les travaux de conservation. In Renato Pancella, ed. *Proceeding of the 1995 LCP Congress*. Montreux, pp. 45–71.
- Fentress, E., Palumbo, G. & Limane, H., 2004. *Reports of Volubilis project: UCL and INSAP*,
- Fitzner, B., 2002. Damage diagnosis on stone monuments-in situ investigation and laboratory studies. In *Proceedings of the International Symposium of the Conservation of the Bangudae Petroglyph*.
- Földvári, M., 2011. *Handbook of thermogravimetric system of minerals and its use in geological practice* G. I. of Hungary, ed., Geological Institute of Hungary.
- Fort, R., Buergo, M. de & Perez-Monserrat, E., 2013. Non-destructive testing for the assessment of granite decay in heritage structures compared to quarry stone. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 61, pp.296–305.
- Franzen, C. & Mirwald, P., 2004. Moisture content of natural stone: static and dynamic equilibrium with atmospheric humidity. *Environmental Geology*, 46(3-4), pp.391–401.
- Frost, R.L. & Weier, M.L., 2003. Thermal treatment of weddellite—a Raman and infrared emission spectroscopic study. *Thermochimica Acta*, 406(1-2), pp.221–232.
- Gameiro, A. et al., 2014. Physical and chemical assessment of lime-metakaolin mortars: Influence of binder:aggregate ratio. *Cement and Concrete Composites*, 45, pp.264–271.
- García-del-Cura, M. & Benavente, D., 2012. Sedimentary structures and physical properties of travertine and carbonate tufa building stone. *Construction and Building Materials*, 28(1), pp.456–467.
- Gercek, H., 2007. Poisson's ratio values for rocks. *International Journal of Rock Mechanics and Mining*, 44(1), pp.1–13.

Références

- Ghafari, E., Costa, H. & Júlio, E., 2015. Statistical mixture design approach for eco-efficient UHPC. *Cement and Concrete Composites*, 55, pp.17–25.
- Ghiati, C., 2011. Le Maroc des voyageuses françaises au temps du Protectorat. Une vision (de) colonisatrices? In *Genre & Histoire*.
- Gómez-Heras, M., Smith, B.J. & Fort, R., 2006. Surface temperature differences between minerals in crystalline rocks: Implications for granular disaggregation of granites through thermal fatigue. *Geomorphology*, 78(3-4), pp.236–249.
- González, I., Galán, E. & Miras, A., 2006. Fluorine, chlorine and sulphur emissions from the Andalusian ceramic industry (Spain)—Proposal for their reduction and estimation of threshold emission values. *Applied Clay Science*, 32(3-4), pp.153–171.
- GOUPY, J., 2000. *plans d'expérience: Les mélanges* Dunod.,
- GROSSI, C.M. et al., 2011. Climatology of salt transitions and implications for stone weathering. *Science of The Total Environment*, 409(13), pp.2577–2585.
- Guillot, X. & Roque, E., 2010. Chaux hydrauliques. *Techniques de l'ingénieur*.
- Gunasekaran, S. & Anbalagan, G., 2007. Thermal decomposition of natural dolomite. *Bulletin of Materials Science*, 30(4), pp.339–344.
- El Habashi, A., Moujoud, T. & Zizouni, A., 2016. The Conservation and Reconstruction of the Islamic Bath at Volubilis, Morocco. *The Journal of Fasti Online: Archaeological Conservation Series*.
- Hakkou, M. et al., 2015. Perspectives d'optimisation technique de la gouvernance environnementale des activités du dragage du sable marin au Maroc. *Bulletin de l'Institut Scientifique, Rabat*, 37, pp.1–11.
- Hall, C. & Hamilton, A., 2016. Porosities of building limestones: using the solid density to assess data quality. *Materials and Structures*, 49(10), pp.3969–3979.
- Hall, K., 2011. Natural building stone composed of light-transmissive minerals: Impacts on thermal gradients, weathering and microbial colonization. A preliminary study, tentative interpretations, and future directions. *Environmental Earth Sciences*, 62(2), pp.289–297.
- Hall, K., 1999. The role of thermal stress fatigue in the breakdown of rock in cold regions. In *Geomorphology*. pp. 47–63.
- Hasselman, D., 1969. Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle ceramics. *Journal of the American Ceramic society*, 52(11), pp.600–604.
- Hendrickx, R., 2013. Using the Karsten tube to estimate water transport parameters of porous building materials. *Materials and structures*, 46(8), pp.1309–1320.
- Henriques, F. & Groot, C., 2005. Challenges and perspectives of replacement mortars in architectural conservation. In *International RILEM Workshop on Repair Mortars for Historic Masonry*. pp. 143–161.

- Hughes, J.J. et al., 2012. RILEM TC 203-RHM: Repair mortars for historic masonry The role of mortar in masonry: an introduction to requirements for the design of repair mortars. *Materials and Structures*, 45(9), pp.1287–1294.
- Ichkhakh, A., 2006. Nouvelles données sur l'évolution urbaine de Volubilis. *L'Africa Romana*, 16(4), pp.2201–2218.
- ICOMOS, 1964. *Charte Internationale sur la conservation et la restauration des monuments et des sites*, Venise.
- ICOMOS, 2003. *Principles for the analysis, conservation and structural restoration of architectural heritage*, ICOMOS 14th General Assembly.
- Isebaert, A., Parys, L. Van & Cnudde, V., 2014. Composition and compatibility requirements of mineral repair mortars for stone—A review. *Construction and Building Materials*, 59, pp.39–50.
- Jamshidi, A., Nikudel, M. & Khamsehchiyan, M., 2016. A correlation between P-wave velocity and Schmidt hardness with mechanical properties of travertine building stones. *Arabian Journal of Geosciences*, 9(10), p.568.
- Janvier-Badosa, S. et al., 2013. The occurrence of gypsum in the scaling of stones at the Castle of Chambord (France). *Environmental Earth Sciences*, 71(11), pp.4751–4759.
- Jodin, A., 1965. L'enceinte hellénistique de Volubilis (Maroc). *Bulletin archéologique du Comité des Travaux Historiques et Scientifiques*, 6(1-2), pp.199–211.
- Jodin, A., 1972. Remarques sur la pétrographie de Volubilis. *Bulletin d'archéologie Marocaine*, 8, pp.127–177.
- Juhász, P. & Kopeckó, K., 2014. Introduction of a new testing method (horizontal sorption) for the in-situ analysis of water absorption by porous stone surfaces and effect of surface treatments. *Central European Geology*, 57(2), pp.213–228.
- Kahraman, S., Fener, M. & Kilic, C., 2017. Estimating the Wet-Rock P-Wave Velocity from the Dry-Rock P-Wave Velocity for Pyroclastic Rocks. *Pure and Applied Geophysics*, 174(7), pp.2621–2629.
- Kahraman, S. & Yeken, T., 2008. Determination of physical properties of carbonate rocks from P-wave velocity. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 67(2), pp.277–281.
- Karakul, H. & Ulusay, R., 2013. Empirical Correlations for Predicting Strength Properties of Rocks from P-Wave Velocity Under Different Degrees of Saturation. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 46(5), pp.981–999.
- Khandelwal, M., 2013. Correlating P-wave velocity with the physico-mechanical properties of different rocks. *Pure and Applied Geophysics*, 170(4), pp.507–514.
- Khamsi, D., 2016. *Cartographie de la répartition géographique des types de briqueteries par région au Maroc*, Rapport pour le Ministère de l'Energie des Mines de l'Eau et de l'Environnement.

- Kılıç, A. & Teymen, A., 2008. Determination of mechanical properties of rocks using simple methods. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 67(2), p.237.
- Kloppmann, W. et al., 2011. Building materials as intrinsic sources of sulphate: a hidden face of salt weathering of historical monuments investigated through multi-isotope tracing (B, O, S). *The Science of the total environment*, 409(9), pp.1658–69.
- Lafarge, Chaux éteinte. Available at: http://www.lafarge.ma/wps/portal/ma/vous-etes-BTP-detail?WCM_GLOBAL_CONTEXT=/wps/wcm/connect/lib_ma/Site_ma/AllProducts/Chaux_1388763167859/Product [Accessed August 18, 2017].
- Lahbil Tagemouati, N. et al., 2010. *Diagnostic de l'économie du patrimoine culturel au Maroc*, Lamartinière, M. de, 1912. Volubilis. *Journal des savants*, 10(1), pp.34–41.
- Lanas, J. et al., 2004. Mechanical properties of natural hydraulic lime-based mortars. *Cement and concrete ...*, 34(12), pp.2191–2201.
- Lanas, J. & Alvarez, J.I., 2003. Masonry repair lime-based mortars: Factors affecting the mechanical behavior. *Cement and Concrete Research*, 33(11), pp.1867–1876.
- Lawrence, R., 2006. *A study of carbonation in non-hydraulic lime mortars*. University of Bath.
- Lefèvre, R. & Ausset, P., 2002. Atmospheric pollution and building materials: stone and glass. *Geological Society, London, Special Publications*, 205(1), pp.329–345.
- Lenoir, É., 1995. Thermes et palestres à l'époque romaine. *Bulletin de l'Association Guillaume Budé*, 1(1), pp.62–76.
- Lenoir, M., Akerraz, A. & Lenoir, E., 1987. Le forum de Volubilis Eléments du dossier archéologique. In D. G. de B. A. y A. Ministerio de Cultura, ed. *los foros romanos de las provincias occidentales*. Madrid, pp. 203–219.
- Li, W., Du, W. & Liu, D., 2007. Optimization of whole cell-catalyzed methanolysis of soybean oil for biodiesel production using response surface methodology. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 45(3-4), pp.122–127.
- Limane, H. & Fentress, E., 2006. Nouvelles données archéologiques sur l'occupation islamique à Volubilis. In *L'Africa Romana, Atti del XVI convegno di studio, Rabat, 2004, Rome, 4.*, pp. 2219–2240.
- Lubelli, B., Hees, R. van & Huinink, H., 2007. Hygric dilation behaviour of NaCl contaminated lime-cement mortar. In *the 7th European Conference "SAUVEUR" Safeguarded Cultural Heritage*. Prague.
- Lubelli, B. & Nijland, T.G., 2014. Damage mechanism in Tournai limestone – The case of the tomb of Admiral Tromp in the Old Church of Delft (The Netherlands). *Journal of Cultural Heritage*, 15(3), pp.313–317.
- Lubelli, B. & de Rooij, M.R., 2009. NaCl crystallization in restoration plasters. *Construction and Building Materials*, 23(5), pp.1736–1742.

- Malzac, C., 2015. *Comment un territoire peut-il devenir une destination touristique attractive ? L'alliance du développement touristique au développement local : le cas de Moulay Idriss Zerhoun, Maroc*. Université Toulouse II.
- Marques, S.F. et al., 2006. Study of rehabilitation mortars: Construction of a knowledge correlation matrix. *Cement and Concrete Research*, 36(10), pp.1894–1902.
- Martínez-Martínez, J. & Benavente, D., 2013. Non-linear decay of building stones during freeze–thaw weathering processes. *Construction and Building Materials*, 38, pp.443–454.
- Matsukura, Y., 1996. The effect of rock properties on rates of tafoni growth in coastal environments. *Zeitschrift für Geomorphologie*, 106, pp.57–72.
- McGreevy, J., Warke, P. & Smith, B., 2000. Controls on stone temperatures and the benefits of interdisciplinary exchange. *Journal of the American Institute for Conservation*, 39(2), pp.259–274.
- Mertz, J., 2007. Altération des matériaux du patrimoine: influence des contaminants et de la nature des substrats. In *18 ème Journées Scientifiques de l'Environnement*. Créteil.
- Mertz, J., 1991. *Structures de porosité et propriétés de transport dans les grès*. Université Louis Pasteur de Strasbourg.
- Mertz, J.-D., Guiavarc'h, M. & Pagnin, P., 2012. Dilation behaviour of lime mortars for restoration work: application to the compatibility of cracked stone reassembling. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 16(5), pp.527–542.
- Moh'd, B. & Howarth, R., 1996. Rapid prediction of Building Research Establishment limestone durability class from porosity and saturation. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 29, pp.285–297.
- Moratti, G. et al., 2003. The 1755 “Meknes” earthquake (Morocco): field data and geodynamic implications. *Journal of*, 36(1), pp.305–322.
- Morestin, H., 1980. *Le temple B de Volubilis* Éditions d., Paris.
- Moropoulou, A., Bakolas, A. & Anagnostopoulou, S., 2005. Composite materials in ancient structures. *Cement and Concrete Composites*, 27(2), pp.295–300.
- Moropoulou, A., Bakolas, A. & Bisbikou, K., 1995. Characterization of ancient, byzantine and later historic mortars by thermal and X-ray diffraction techniques. *Thermochimica Acta*, 269-270, pp.779–795.
- Moropoulou, A., Bakolas, A. & Bisbikou, K., 2000. Physico-chemical adhesion and cohesion bonds in joint mortars imparting durability to the historic structures. *Construction and Building Materials*, 14(1), pp.35–46.
- Morsy, M.S. et al., 2017. Mechanical properties, phase composition and microstructure of activated Metakaolin-slaked lime binder. *KSCE Journal of Civil Engineering*, 21(3), pp.863–871.

Références

- Mosquera, M.J., Benítez, D. & Perry, S.H., 2002. Pore structure in mortars applied on restoration: Effect on properties relevant to decay of granite buildings. *Cement and Concrete Research*, 32(12), pp.1883–1888.
- Mottershead, D.N., 2000. Weathering of coastal defensive structures in southwest England: A 500 year stone durability trial. *Earth Surface Processes and Landforms*, 25(10), pp.1143–1159.
- Nežerka, V. et al., 2014. Comprehensive study on mechanical properties of lime-based pastes with additions of metakaolin and brick dust. *Cement and Concrete*, 64, pp.17–29.
- NF B 10-504, 1973. Produits de carrières - Pierres calcaires - Mesure du coefficient d'absorption d'eau.
- NF EN 1015-11, 2000. Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 11 : détermination de la résistance en flexion et en compression du mortier durci.
- NF EN 1015-18, 2003. Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 18 : détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité du mortier durci.
- NF EN 1097-4, 2008. Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 4 : détermination de la porosité du filler sec compacté.
- NF EN 12370, 1999. Méthodes d'essai pour pierres naturelles - Détermination de la résistance par un essai de cristallisation des sels.
- NF EN 14066, 2003. Méthodes d'essai pour les pierres naturelles - Détermination de la résistance au vieillissement accéléré par choc thermique.
- NF EN 1925, 1999. Méthodes d'essai pour pierres naturelles - Détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité.
- NF EN 1936, 2007. Méthodes d'essai des pierres naturelles - Détermination des masses volumiques réelle et apparente et des porosités ouvertes et totale.
- NF EN 196-6, 2012. Méthodes d'essai des ciments - Partie 6 : détermination de la finesse.
- NF EN 459-1, 2012. Chaux de construction - Partie 1 : définitions, spécifications et critères de conformité.
- NF EN 459-2, 2010. Chaux de construction - Partie 2 : méthodes d'essai.
- NF EN ISO 12572, 2016. Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination des propriétés de transmission de la vapeur d'eau - Méthode de la coupelle.
- NF P 94-420, 2000. Roches. Détermination de la résistance à la compression uniaxiale.
- NF P 94-422, 2001. Roches. Détermination de la résistance à la traction Méthode indirecte - Essai brésilien.
- Normal 13/83, 1983. Dosaggio dei sali solubili.

- Ordóñez, S. & Fort, R., 1997. Pore size distribution and the durability of a porous limestone. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 30(3), pp.221–230.
- Palchik, V. & Hatzor, Y., 2002. Crack damage stress as a composite function of porosity and elastic matrix stiffness in dolomites and limestones. *Engineering Geology*, 63(3), pp.233–245.
- Panetier, J. & Liman, H., 2002. *Volubilis: une cité du Maroc antique*, Maisonneuve & Larose.
- Papageorgiou, A., Tzouvalas, G. & Tsimas, S., 2005. Use of inorganic setting retarders in cement industry. *Cement and Concrete Composites*, 27(2), pp.183–189.
- Pavía, S. & Treacy, E., 2006. A comparative study of the durability and behaviour of fat lime and feebly-hydraulic lime mortars. *Materials and Structures*, 39(3), pp.391–398.
- Perras, M. & Diederichs, M., 2014. A review of the tensile strength of rock: concepts and testing. *Geotechnical and geological engineering*, 32(2), pp.525–546.
- Perry, S. & Duffy, A., 1997. The short-term effects of mortar joints on salt movement in stone. *Atmospheric environment*, 31(9), pp.1297–1305.
- Podoba, R. et al., 2014. Research on historical bricks from a Baroque Church. *Journal of Thermal*, 118(2), pp.591–595.
- Ponsich, M., 1960. Technique de la dépose, repose et restauration des mosaïques romaines. *Mélanges d'archéologie et d'histoire*, 72(1), pp.243–252.
- Ponziani, D., Ferrero, E. & Appolonia, L., 2012. Effects of temperature and humidity excursions and wind exposure on the arch of Augustus in Aosta. *Journal of Cultural Heritage*, 13(4), pp.462–468.
- Prick, A., 1996. *La désagrégation mécanique des roches par le gel et l'haloclastie*. Université de Liège.
- Přikryl, R., 2001. Some microstructural aspects of strength variation in rocks. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 38(5), pp.5671–682.
- Přikryl, R. & Svobodova, J., 2004. Anthropogenic origin of salt crusts on sandstone sculptures of Prague's Charles Bridge (Czech Republic). *European journal of*, 16(4), pp.609–618.
- Rahmouni, A., Boulanouar, A. & Samaouali, A., 2017. Prediction of elastic and acoustic behaviors of calcarenite used for construction of historical monuments of Rabat, Morocco. *Journal of Rock*, 9(1), pp.74–83.
- Ramezaniapour, A.A., 2014. Natural Pozzolans. In *Cement Replacement Materials*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Ranaivomanana, H. et al., 2011. Toward a better comprehension and modeling of hysteresis cycles in the water sorption-desorption process for cement based materials. *Cement and Concrete Research*, 41(8), pp.817–827.

- Rebuffat, R., 2006. L'habitat en Maurétanie Tingitane. *Comptes rendus des séances de l'Académie des Inscriptions et Belles-Lettres*, 150(1), pp.567–611.
- Richardson, B., 1991. The durability of porous stone. *Stones Industries*, 26(10), pp.22–25.
- Richet, E., 1909. *Voyage au Maroc* Editions p., Paris.
- Rizzi, G., 2005. UNESCO World Heritage Centre. Site de Volubilis, Maroc. Available at: <http://whc.unesco.org/archive/2005/mis836-2005.pdf> [Accessed December 21, 2015].
- Roldán, F.J. et al., 2014. Basin evolution associated to curved thrusts: The Prerif Ridges in the Volubilis area (Rif Cordillera, Morocco). *Journal of Geodynamics*, 77, pp.56–69.
- Romera, J.I. et al., 2013. Assessment of the physico-mechanical behaviour of gypsum-lime repair mortars as a function of curing time. *Environmental earth sciences*, 70(4), pp.1605–1618.
- Rousset-Tournier, B. & Mazerolle, F., 2003. Rock drying tests monitored by X-ray computed tomography—the effect of saturation methods on drying behaviour. *Geological Society, London, Special Publications*, 215(1), pp.117–125.
- Royaume du Maroc, 1996. UNESCO World Heritage Centre. Site archéologique de Volubilis. Available at: <http://whc.unesco.org/uploads/nominations/836bis.pdf> [Accessed December 20, 2015].
- Ruedrich, J., Kirchner, D. & Siegesmund, S., 2011. Physical weathering of building stones induced by freeze–thaw action: a laboratory long-term study. *Environmental Earth Sciences*, 63(7-8), pp.1573–1586.
- Sand, W. & Bock, E., 1991. Biodeterioration of mineral materials by microorganisms—biogenic sulfuric and nitric acid corrosion of concrete and natural stone. *Geomicrobiology Journal*, 9(2-3), pp.129–138.
- Sani, F. et al., 2006. Structural evolution of the Rides Prerifaines (Morocco): structural and seismic interpretation and analogue modelling experiments. *International Journal of Earth Sciences*, 96(4), pp.685–706.
- Santos, S.P., 2010. *Guide for the Structural Rehabilitation of Heritage Buildings* C. Commission, ed., Lisbon.
- Sasse, H. & Snethlage, R., 1997. Methods for the evaluation of stone conservation treatment. *Environmental sciences research reportes*, 20, pp.223–244.
- Scheerer, S., Ortega-Morales, O. & Gaylarde, C., 2009. Microbial deterioration of stone monuments—an updated overview. *Advances in applied microbiology*, 66, pp.97–139.
- Schindler, A. & Schöneich, M., Investigation of Alkali Salts with the STA 449 F5 Jupiter®. *netzsch-thermal-analysis*.
- Schön, J., 2011. *Physical properties of rocks: A workbook* Elsevier, ed.,
- Shoval, S. & Paz, Y., 2013. A study of the mass-gain of ancient pottery in relation to

- archeological ages using thermal analysis. *Applied Clay Science*, 82(1), pp.113–120.
- Siedel, H. & Klemm, W., 2000. Evaluation of the environmental influence on sulphate salt formation at monuments in Dresden (Germany) by sulphur isotope measurements. In *Proceedings 9th International Congress on Deterioration and Conservation of Stone*. Venice, pp. 401–409.
- Siegesmund, S. et al., 2000. Physical weathering of marbles caused by anisotropic thermal expansion. *International Journal of Earth Sciences*, 89(1), pp.170–182.
- Siegesmund, S. & Dürrast, H., 2014. Physical and mechanical properties of rocks. In S. Siegesmund & R. Snethlage, eds. *Stone in Architecture*. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag.
- Silva Hermo, B. et al., 2010. Gypsum-induced decay in granite monuments in Northwestern Spain. *Materiales de Construcción*, 60(297), pp.97–110.
- Singh, N.B., Singh, V.D. & Rai, S., 2000. Hydration of bagasse ash-blended portland cement. *Cement and Concrete Research*, 30(9), pp.1485–1488.
- Snethlage, R., 2008. *Leitfaden Steinkonservierung* Fraunhofer IRB Verlag, ed., Stuttgart.
- Snethlage, R., 2014. Stone Conservation. In S. Siegesmund & R. Snethlage, eds. *Stone in Architecture: Properties, Durability*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- Snethlage, R. & Wendler, E., 1997. Moisture cycles and sandstone degradation. Saving our architectural heritage: The conservation of Historic Stone Structure. *RSNS Baer. Chichester, Wiley*.
- Steiger, M., 2005. Crystal growth in porous materials—II: Influence of crystal size on the crystallization pressure. *Journal of Crystal Growth*, 282(3-4), pp.470–481.
- Steiger, M., 2003. Salts and crusts. In P. Brimblecombe, ed. *The Effects of Air Pollution on the Built Environment*. London: Imperial College Press, pp. 133–181.
- Steiger, M., Charola, A. & Sterflinger, K., 2011. Weathering and Deterioration. In S. Siegesmund & R. Snethlage, eds. *Stone in Architecture*. Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 227–316.
- Tang, C. & Hudson, J., 2010. *Rock failure mechanisms: illustrated and explained* CRC Press.,
- Thébert, Y., 2003. *Thermes romains d'Afrique du Nord et leur contexte méditerranéen* Publications de l'École française de Rome, ed.,
- Theodoridou, M. & Charalambous, E., 2016. Amelioration of crushed brick-lime composites using nano-additives. *Cement and Concrete*, 68, pp.77–87.
- Theodoridou, M., Ioannou, I. & Philokyprou, M., 2013. New evidence of early use of artificial pozzolanic material in mortars. *Journal of Archaeological Science*, 40(8), pp.3263–3269.
- Thomachot, C., 2002. *Modifications de propriétés pétrophysiques de grès soumis au gel ou recouverts d'encroûtements noirs vernissés*. Université Louis Pasteur de Strasbourg.
- Thomson, M., Lindqvist, J. & Elsen, J., 2004. Porosity of historic mortars. In *Proceedings of the*

Références

- 13th Int. Brick and Block Masonry Conference. Amsterdam.
- Thouvenot, R., 1977. La mosaïque du "Navigium Veneris» A Volubilis (Maroc). *Revue Archéologique*, 1, pp.37–52.
- Thouvenot, R., 1968. Les recherches archéologiques au Maroc notes de voyages. In *bulletin archéologique du comité des travaux historiques et scientifiques*. Paris.
- Thouvenot, R., 1958. *Maisons de Volubilis: le palais dit de Gordien et la maison à la mosaïque de Vénus*, Service des antiquités du Maroc.
- Thouvenot, R., 1953. Rapport de 1946 sur l'activité de l'Inspection des Antiquités du Maroc. In *bulletin archéologique du comité des travaux historiques et scientifiques*.
- Thouvenot, R., 1962. Rapport de 1952 sur l'activité de l'Inspection des Antiquités du Maroc. In *bulletin archéologique du comité des travaux historiques et scientifiques*.
- Thouvenot, R., 1956. Rapport de 1953 sur l'activité de l'Inspection des Antiquités du Maroc. In *bulletin archéologique du comité des travaux historiques et scientifiques*. Paris.
- Thouvenot, R., 1949. *Volubilis Les belles*. L. M. Romain, ed., Paris.
- Timoshenko, S. & Goodier, J., 1970. *Theory of Elasticity*, New York: McGraw-Hill Education.
- Tinsson, W., 2010. Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques. In Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, pp. 249–299.
- Tissot, M., 1877. *Recherches sur la géographie comparée de la Maurétanie tingitane*, Inscriptions, Mémoires de l'Académie des Nationales, et belles-lettres9. Paris: Imprimerie Nationale.
- Topal, T. & Sözmen, B., 2003. Deterioration mechanisms of tuffs in Midas monument. *Engineering Geology*, 68(3-4), pp.201–223.
- Tournier, B., 2001. *Transferts par capillarité et évaporation dans des roches—rôle des structures de porosité*. Louis Pasteur.
- Turcotte, D.L. & Schubert, G., 2002. *Geodynamics*, New York: Cambridge University Press.
- Ubbríaco, P. & Tasselli, F., A Study of the Hydration of Lime-Pozzolan Binders. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 52(3), pp.1047–1054.
- UNESCO, 1997. Site archéologique de Volubilis - UNESCO World Heritage Centre. Available at: <http://whc.unesco.org/fr/list/836> [Accessed November 1, 2016].
- UNESCO, UNESCO Centre du patrimoine mondial - Notre patrimoine mondial. Available at: <http://whc.unesco.org/fr/apropos/> [Accessed August 18, 2017].
- Vallet, J. et al., 2011. *Guide for the stones conservation of the ancient site of Volubilis (Morocco)* Final report BRGM/RP-58023, ed.,
- Vandevoorde, D., Cnudde, V. & Dewanckele, J., 2012. Comparison of non-destructive

- techniques for analysis of the water absorbing behavior of stone. In *12th International congress on the Deterioration and Conservation of Stone*.
- Vandevoorde, D., Cnudde, V. & Dewanckele, J., 2013. Validation of in situ applicable measuring techniques for analysis of the water adsorption by stone. *Procedia Chemistry*, 8, pp.317–327.
- Vandevoorde, D. & Kock, T. De, 2016. In situ assessment of the stone conservation state by its water absorbing behaviour: a hands-on methodology. In *13th International congress on the Deterioration and Conservation of Stone*. University of the West of Scotland, pp. 483–490.
- Vasconcelos, G., Lourenço, P. & Alves, C., 2009. Compressive behavior of granite: experimental approach. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 21(9), pp.502–511.
- Vázquez, P. et al., 2013. Evaluation of the petrophysical properties of sedimentary building stones in order to establish quality criteria. *Construction and Building Materials*, vol: 41, pp.868–878.
- Vejmelková, E. et al., 2012. Application of burnt clay shale as pozzolan addition to lime mortar. *Cement and Concrete Composites*, 34(4), pp.486–492.
- Vejmelková, E., Keppert, M. & Keršner, Z., 2012. Mechanical, fracture-mechanical, hydric, thermal, and durability properties of lime–metakaolin plasters for renovation of historical buildings. *Construction and Building Materials*, 31, pp.22–28.
- Vergès-Belmin, V. ed., 2008. *Illustrated glossary on stone deterioration patterns*, ICOMOS International Scientific Committee for Monuments and Sites.
- Vicat, L., 1818. *Recherches expérimentales sur les chaux de construction, les bétons et les mortiers ordinaires*. Goujon, ed., Paris.
- Viles, H., Goudie, A. & Grab, S., 2011. The use of the Schmidt Hammer and Equotip for rock hardness assessment in geomorphology and heritage science: a comparative analysis. *Earth Surface Processes and Landforms*, 6(3), pp.320–333.
- Viles, H.A., 2013. Durability and conservation of stone: coping with complexity. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 46(4), pp.367–375.
- Walker, R. & Pavía, S., 2011. Physical properties and reactivity of pozzolans, and their influence on the properties of lime–pozzolan pastes. *Materials and Structures*, 44(6), pp.1139–1150.
- Weiss, T. et al., 2004. Insolation weathering and hygric dilatation: two competitive factors in stone degradation. *Environmental Geology*, 46(3-4), pp.402–413.
- Wieczorek-ciurawa, K., Paulik, J. & Paulik, F., 1980. Influence of foreign materials upon the thermal decomposition of dolomite, calcite and magnesite part I. Influence of sodium chloride. *Thermochimica Acta*, 38(2), pp.157–164.
- Wilhelm, K. et al., 2016. Surface hardness as a proxy for weathering behaviour of limestone heritage: a case study on dated headstones on the Isle of Portland, UK. *Environmental Earth Sciences*, 75(10), p.931.

Références

- Wilson, M.A. et al., 2003. Kinetics of Moisture Expansion in Fired Clay Ceramics: A (Time) $1/4$ Law. *Physical Review Letters*, 90(12), p.125503.
- Windus, J., 1725. *A Journey to Mequinez; the Residence of the Present Emperor of Fez and Morocco. On the Occasion of Commodore Stewart's Embassy thither for the Redemption of the British Captives in the Year 1721*. Jacob Tonson, ed., London.
- Winkler, E.M., 1986. A durability index for stone. *Bulletin of the Association of Engineering Geologists*, 23, pp.344–347.
- Winkler, E.M., 1987. Weathering and weathering rates of natural stone. *Environmental Geology and Water Sciences*, 9(2), pp.85–92.
- Yu, S. & Oguchi, C., 2009. Complex relationships between salt type and rock properties in a durability experiment of multiple salt–rock treatments. *Earth Surface Processes and Landforms*, 34(15), pp.2096–2110.
- Yu, S. & Oguchi, C., 2010. Role of pore size distribution in salt uptake, damage, and predicting salt susceptibility of eight types of Japanese building stones. *Engineering Geology*, 115(3), pp.226–236.
- Zaouia, N., Elwartiti, M. & Baghdad, B., 2005. Superficial alteration and soluble salts in the calcarenite weathering. case study of almohade monuments in Rabat: Morocco. *Environmental Geology*, 48(6), pp.742–747.
- Zehnacker, H. & Gilbert, H., 1965. Les premiers thermes de Volubilis et la Maison à la Citerne (suite). *Mélanges d'archéologie et d'histoire*, 77(1), pp.87–152.
- Zehnder, K. & Schoch, O., 2009. Efflorescence of mirabilite, epsomite and gypsum traced by automated monitoring on-site. *Journal of Cultural Heritage*, 10(3), pp.319–330.
- Zeisig, A. & Siegesmund, S., 2002. Thermal expansion and its control on the durability of marbles. *Geological Society, London*, 205(1), pp.65–80.

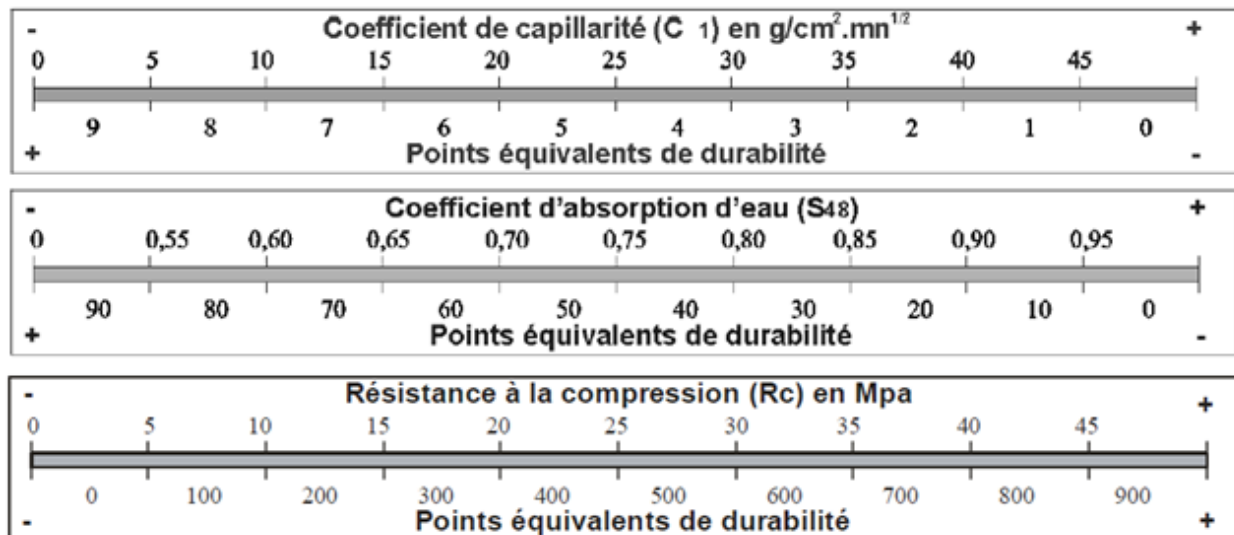
Références

Annexes

Annexe 1: indices de durabilité

1. Indice de durabilité et de compatibilité (Dessandier et al. 2000):

Cet indice est calculé en sommant les points équivalents de durabilité obtenus à l'aide des échelles suivantes :



2. Indice de susceptibilité aux sels (Yu & Oguchi 2010) :

Cet indice est calculé par la formule: $SSI = (I_{pc} + I_{pm0.1}).(P_{m5}/P_c)$

Où, P_{m5} et P_c sont la microporosité (pores de rayon $<5 \mu\text{m}$) et la porosité connectée respectivement, déterminées à partir de l'essai de porosimétrie à mercure. Les indices I_{pc} et $I_{pm0.1}$ sont tirés du tableau ci-dessous :

P_c (%)	I_{pc}	$P_{m0.1}$ (%)	$I_{pm0.1}$
<2	1	<1.0	1
$2 \leq P_c < 5$	2	$1.0 \leq P_{m0.1} < 2.5$	2
$5 \leq P_c < 10$	3	$2.5 \leq P_{m0.1} < 5.0$	3
$10 \leq P_c < 15$	4	$5.0 \leq P_{m0.1} < 7.5$	4
$15 \leq P_c < 20$	5	$7.5 \leq P_{m0.1} < 10.0$	5
$20 \leq P_c < 25$	6	$10.0 \leq P_{m0.1} < 12.5$	6
$25 \leq P_c < 30$	7	$12.5 \leq P_{m0.1} < 15.0$	7
$30 \leq P_c < 35$	8	$15.0 \leq P_{m0.1} < 17.5$	8
$35 \leq P_c < 40$	9	$17.5 \leq P_{m0.1} < 20.0$	9
≥ 40	10	≥ 20.0	10

Annexe 2: Analyse de variance des modèles établis

Module de Young dynamique

Source de variation	Sommes	Degrés de liberté	Carré moyen	Valeur de F et T	p-value (> Fou T)	Significatif ou non
Régression	42,71	5	8,54	167,65	< 0.0001	signif
Linéaire	31,03	2	15,52	304,51	< 0.0001	
x1.x3	5,31	1	5,31	104,29	< 0.0001	
x2.x3	5,22	1	5,22	102,52	< 0.0001	
x1.x2.(x1-x2)	0,47	1	0,47	9,25	0,0062	
Résidus	1,07	21	0,051			
Manque d'ajus.	0,015	3	0,00005	0,0012	0,9999	non signif
Erreur pure	0,0003	18	0,059			
Total	1,07	26				

Résistance à la compression (sa racine)

Source de variation	Sommes	Degrés de liberté	Carré moyen	Valeur de F et T	p-value (> Fou T)	Significatif ou non
Régression	9,08	5	1,82	180,18	< 0.0001	signif
Linéaire	8,10	2	4,05	402,01	< 0.0001	
x1.x2	0,52	1	0,52	51,20	< 0.0001	
x2.x3	0,69	1	0,69	68,34	< 0.0001	
x1.x2.(x1-x2)	0,60	1	0,60	59,36	< 0.0001	
Résidus	0,21	21	0,010			
Manque d'ajus.	0,036	3	0,012	1,25	0,3219	non signif
Erreur pure	0,18	18	0,0097			
Total	9,29	26				

Capillarité

Source de variation	Sommes	Degrés de liberté	Carré moyen	Valeur de F et T	p-value (> Fou T)	Significatif ou non
Régression	625,42	4	156,36	100,37	< 0.0001	signif
Linéaire	532,81	2	266,40	171,01	< 0.0001	
x1.x2	85,98	1	85,98	55,19	< 0.0001	
x1.x2.(x1-x2)	24,51	1	24,51	15,73	0,0007	
Résidus	34,27	22	1,56			
Manque d'ajus.	11,19	4	2,80	2,18	0,1124	non signif
Erreur pure	23,09	18	1,28			
Total	659,70	26				

Dilatation thermique

Source de variation	Sommes	Degrés de liberté	Carré moyen	Valeur de F et T	p-value (> Fou T)	Significatif ou non
Régression	16,44	7	2,35	31,63	< 0.0001	signif
Linéaire	9,89	2	4,94	66,59	< 0.0001	
x1.x2	0,99	1	0,99	13,38	0,0017	
x1.x3	0,54	1	0,54	7,33	0,0140	
x2.x3	2,40	1	2,40	32,28	< 0.0001	
x1.x2.x3	2,44	1	2,44	32,92	< 0.0001	
x1.x2.(x1-x2)	0,45	1	0,45	6,07	0,0235	
Résidus	1,41	19	0,074			
Manque d'ajus.	0,16	1	0,16	2,36	0,1416	non signif
Erreur pure	1,25	18	0,069			
Total	17,85	26				

Dilatation hydrique

Source de variation	Sommes	Degrés de liberté	Carré moyen	Valeur de F et T	p-value (> Fou T)	Significatif ou non
Régression	2,19	5	0,44	392,42	< 0.0001	signif
Linéaire	2,07	2	1,04	928,87	< 0.0001	
x1.x2	0,084	1	0,084	75,34	< 0.0001	
x2.x3	0,011	1	0,011	10,19	0,0044	
x1.x2.x3	0,013	1	0,013	11,57	0,0027	
Résidus	0,023	21	0,0011			
Manque d'ajus.	0,0042	3	0,0014	1,32	0,2980	non signif
Erreur pure	0,019	18	0,0011			
Total	2,21	26				

Retrait (sa racine)

Source de variation	Sommes	Degrés de liberté	Carré moyen	Valeur de F et T	p-value (> Fou T)	Significatif ou non
Régression	10,79	4	2,70	133,33	< 0.0001	signif
Linéaire	9,35	2	4,68	231,15	< 0.0001	
x1.x3	0,71	1	0,71	35,17	< 0.0001	
(x1) ² .x2.x3	1,01	1	1,01	49,80	< 0.0001	
Résidus	0,45	22	0,020			
Manque d'ajus.	0,074	4	0,018	0,89	0,4875	non signif
Erreur pure	0,37	18	0,021			
Total	11,23	26				

Issam AALIL

Contribution à l'étude du patrimoine bâti : méthodes de diagnostic des pathologies des structures et moyens de restauration. Etude de cas : site archéologique Volubilis au Maroc

Résumé :

La restauration du patrimoine bâti est une exigence pour assurer sa pérennité. Le site archéologique Volubilis au Maroc, classé patrimoine mondial de l'UNESCO depuis 1997, nécessite des travaux de restauration. L'objectif de cette thèse est de déterminer les causes de dégradation de ses pierres, et de proposer des mortiers pour la restauration de ses monuments. Dans un premier temps, une caractérisation multi-échelle a été réalisée sur les trois faciès de la calcarénite, la pierre la plus prépondérante du site. Elle a révélé que malgré la composition minéralogique similaire des trois faciès, ils présentent des propriétés hydriques, thermiques et mécaniques dissemblables et des durabilités contrastées vis-à-vis de la cristallisation de sel. Des essais non destructifs permettraient de distinguer les trois faciès en estimant leurs porosités et leurs coefficients de capillarité. Dans un second temps, une étude de diagnostic a révélé la présence l'halite et du gypse dans la majorité des pierres altérées par des détachements et des pertes de matière. Ces sels proviennent des mortiers avoisinants, utilisés pendant les interventions antérieures. De plus, l'altération des calcarénites non contaminées est vraisemblablement due à des contraintes thermiques. Dans la dernière partie, nous avons formulé des mortiers à base de chaux, du sable et de la poudre de brique à l'aide de la méthode des plans de mélanges. Cette démarche permettrait de déterminer des mortiers compatibles à la pierre calcarénite.

Mots clés : calcarénite, altération, durabilité, essais non destructifs, compatibilité, mortiers de restauration

Contribution to the study of the built heritage: methods of diagnosis of pathologies of the structures and means of restoration. Case study: the archaeological site of Volubilis in Morocco

Abstract :

The restoration of the built heritage is mandatory to ensure its sustainability. The archaeological site of Volubilis in Morocco, registered on the UNESCO World Heritage list since December 1997, requires restoration works. The main objective of this thesis is to determine the causes of stones' deterioration and to propose mortars for restoration of its monuments. Firstly, a multi-scales characterization study was carried out on the three facies of the calcarenite, the main building stone in the site. It showed that despite their similar mineralogical composition, the three facies have dissimilar hydric, thermal and mechanical properties and they are quite different in terms of durability against salt crystallization. Besides, non-destructive testing could be used to distinguish the three facies by estimating their porosities and their coefficients of capillarity. Secondly, a diagnosis study revealed the presence of halite and gypsum in most deteriorated stones affected by detachment and loss of material. These salts originated from neighboring mortars, used during the previous interventions. In addition, the deterioration of uncontaminated calcarenites is likely due to thermal stresses. In the last part, we formulated mortars using lime, sand and the brick dust using the mixtures method. This approach would determine compatible mortars to the stone calcarenite.

Keywords : calcarenite, deterioration, durability, non-destructive testing, compatibility, restoration mortars



Laboratoire PRISME, 8 Rue Léonard de Vinci - 45072 Orléans