

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 080 904

21 N° d'enregistrement national : 18 53916

51 Int Cl⁸ : F 16 L 9/153 (2018.01), C 04 B 7/19, 22/06

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 07.05.18.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 08.11.19 Bulletin 19/45.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : SAINT GOBAIN PAM Société ano-
nyme — FR.

72 Inventeur(s) : GUERANDEL Cyril et FRANOIS-BRA-
ZIER Joël.

73 Titulaire(s) : SAINT GOBAIN PAM Société anonyme.

74 Mandataire(s) : LAVOIX.

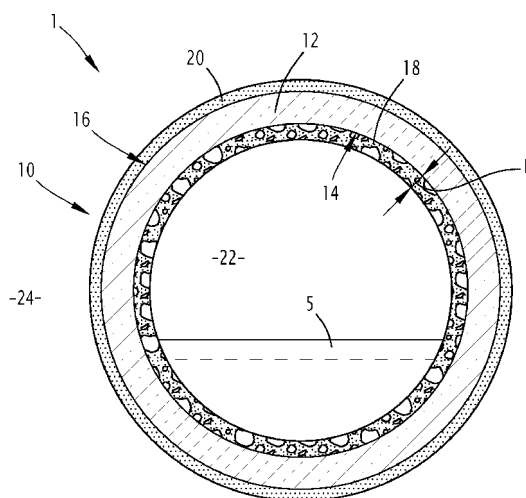
54 ELEMENT DE CANALISATION OU DE RESERVOIR AVEC REVETEMENT INTERNE CIMENTAIRE.

57 Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) comprenant un élément de canalisation ou de réservoir brut (12) en fonte ductile, en acier ou en béton, et un revêtement intérieur (18) situé sur une paroi intérieure (14) de l'élément de canalisation ou de réservoir brut, le revêtement intérieur étant susceptible d'être obtenu par application sur la paroi intérieure d'un mortier comportant un liant. Le liant comprend l'un parmi :

- une première composition comportant un mélange de ciment Portland CEM I SR et de laitier de haut-fourneau, la proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange étant comprise entre 5% et 64%,

- une deuxième composition comportant un mélange de ciment CEM III/B et de microsilice, ou un mélange de ciment Portland CEM I SR et de microsilice, la proportion massique de ciment CEM III/B ou de ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange étant comprise entre 50% et 94%, et

- les mélanges de la première composition et de la deuxième composition.



FR 3 080 904 - A1



Élément de canalisation ou de réservoir avec revêtement interne cimentaire

La présente invention concerne un élément de canalisation ou de réservoir revêtu comprenant un élément de canalisation ou de réservoir brut en fonte ductile, en acier ou en béton, et un revêtement intérieur situé sur une paroi intérieure de l'élément de canalisation ou de réservoir brut, le revêtement intérieur étant susceptible d'être obtenu par application sur la paroi intérieure d'un mortier comportant un liant.

Ces éléments forment par exemple des canalisations ou des réservoirs destinés à l'adduction, à la distribution ou au stockage d'eau potable.

Les matériaux cimentaires sont susceptibles d'être dégradés lors d'un contact prolongé avec de l'eau. Ce phénomène s'effectue par dissolution de certains éléments de la matrice cimentaire, enrichissant ainsi en minéraux le liquide en contact avec le matériau. Ce processus de dissolution réduit la durabilité du matériau, car il épuise une partie de la matrice cimentaire de ses éléments constitutifs et principalement de son calcium. Ceci conduit à l'apparition d'une couche de dégradation dont l'épaisseur dépend à la fois du type de composition cimentaire et du temps d'exposition au liquide.

De manière à réduire ce phénomène de dégradation, la demanderesse utilise un ciment au laitier, dit CEM III/B selon la norme NF EN 197-1, dans sa version d'avril 2012. Ce ciment est défini comme comprenant en masse entre 20% et 34% de clinker, 66% à 80% de laitier de haut fourneau, et 0% à 5% d'adjuvant(s). Un tel revêtement possède d'excellentes propriétés de durabilité et permet de réduire l'épaisseur dégradée comparativement à un ciment Portland dit CEM I.

Toutefois, ce revêtement relargue parfois de l'aluminium, en quantité non négligeable dans le liquide en contact avec lui.

L'aluminium est un élément présent naturellement dans l'environnement, dans les sols et les eaux, y compris celles destinées à la consommation humaine. Néanmoins, en raison de sa toxicité potentielle, il est souhaitable de réduire l'exposition de l'homme à l'aluminium.

Ainsi, un but de l'invention est de fournir un élément de canalisation ou de réservoir revêtu d'un matériau cimentaire relarguant moins d'aluminium dans l'eau, tout en conservant de bonnes propriétés mécaniques et de durabilité.

A cet effet, l'invention concerne un élément de canalisation ou de réservoir revêtu du type ci-dessus, dans lequel le liant comprend l'un parmi :

- une première composition comportant un mélange de ciment Portland CEM I SR et de laitier de haut-fourneau, la proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange étant comprise entre 5% et 64%,

- une deuxième composition comportant un mélange de ciment CEM III/B et de microsilice, ou un mélange de ciment Portland CEM I SR et de microsilice, la proportion massique de ciment CEM III/B ou de ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange étant comprise entre 50% et 94%, et

5 - les mélanges de la première composition et de la deuxième composition.

Selon des modes particuliers de réalisation, l'élément de canalisation ou de réservoir revêtu comprend l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes, prise(s) isolément ou selon toutes les combinaisons techniquement possibles :

10 - le liant comprend un mélange de ciment Portland CEM I SR, de laitier et de microsilice, la proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange étant comprise entre 30% et 60%, de préférence entre 40% et 60%, et de manière encore plus préférée entre 50% et 60%, la proportion massique du laitier dans ledit mélange étant comprise entre 65 % et 5%, de préférence entre 50% et 10%, et de manière encore plus préférée entre 30% et 10%, et la proportion massique de microsilice dans ledit mélange
15 étant comprise entre 5% et 35%, de préférence entre 10% et 30%, et de manière encore plus préférée entre 20% et 30% ;

- le ciment Portland CEM I SR de la première composition ou de la deuxième composition ou de leurs mélanges est un CEM I SR5, de préférence un CEM I SR3, et de manière encore plus préférée un CEM I SR0 ;

20 - la proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange de la première composition est comprise entre 20% et 64%, de préférence entre 25% et 50%, et de manière encore plus préférée entre 25% et 34% ;

- la proportion massique du ciment CEM III/B ou du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange de la deuxième composition est comprise entre 60% et 90%, de
25 préférence entre 70% et 80% ;

- le mortier comprend en outre des charges, dans un ratio massique (S/L) par rapport au liant compris entre 0,5 et 5, de préférence entre 1 et 4, et de manière encore plus préférée entre 1,5 et 3 ;

30 - les charges sont du filler, du sable et/ou du gravier, de préférence de nature siliceuse ou calcaire, au moins 95% en masse des charges ayant un diamètre inférieur ou égal à 8 mm,

- le mortier comprend en outre de l'eau, dans un ratio massique (E/L) de l'eau par rapport au liant compris entre 0,2 et 1, de préférence entre 0,3 et 0,5, et de manière encore plus préférée entre 0,35 et 0,45 ;

35 - le liant comprend la première composition, et le mortier comprend en outre un ou plusieurs superplastifiant(s), dans un ratio massique (Sp/L) de superplastifiant(s) par

rapport au liant compris entre 0,0005 et 0,1, de préférence entre 0,001 et 0,05, et de manière encore plus préférée entre 0,002 et 0,03, ou le liant comprend la deuxième composition, et le mortier comprend en outre un ou plusieurs superplastifiant(s), dans un ratio massique (Sp/L) de superplastifiant(s) par rapport au liant compris entre 0,005 et 0,1, de préférence entre 0,001 et 0,08, et de manière encore plus préférée entre 0,005 et 0,05 ;

- ledit un ou plusieurs superplastifiant(s) comprend une solution de polycarboxylate avec un extrait sec de 10% à 50%, de préférence de 20% à 40% et de manière encore plus préférée de 25% à 35% ; et

- le mortier comprend en outre un ou plusieurs adjuvant(s), dans un ratio massique (A/L) d'adjuvant(s) par rapport au liant compris entre 0,001 et 0,05, de préférence entre 0,005 et 0,04, et de manière encore plus préférée entre 0,01 et 0,03.

Par « filler » (de l'anglais *to fill*, qui signifie *remplir*), on entend par exemple des fines, ou des fines d'addition, c'est-à-dire un granulats fin.

L'invention concerne également une canalisation ou un réservoir comprenant des éléments de canalisation ou de réservoir revêtus tels que décrits ci-dessus, la canalisation ou le réservoir étant par exemple destinée à l'adduction, à la distribution ou au stockage d'eau potable.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre, donnée uniquement à titre d'exemple et faite en se référant aux dessins annexés, sur lesquels :

- la figure 1 est une vue en coupe transversale d'un élément de canalisation revêtu selon l'invention pouvant, le cas échéant, servir à former un réservoir,

- la figure 2 est un graphique présentant les résultats d'essais de lixiviation d'aluminium sur des échantillons monolithiques de pâtes de ciment durci réalisés selon la norme EN 7345, et comparant deux formulations selon l'invention à une formulation de référence,

- les figures 3 à 5 sont également des graphiques présentant des résultats d'essais de migration de l'aluminium réalisés selon la norme EN 14944-3 sur coupes de tuyau, respectivement pour un revêtement de référence et deux revêtements selon l'invention.

En référence à la figure 1, on décrit une canalisation 1, avantageusement enterrée, adaptée pour transporter ou stocker un liquide 5, par exemple de l'eau potable. La canalisation 1 comprend un élément de canalisation revêtu 10, et d'autres éléments de canalisation revêtus non représentés.

L'élément de canalisation revêtu 10 comprend un élément de canalisation brut 12 en fonte ductile, en acier ou en béton, définissant une paroi intérieure 14 et une paroi extérieure 16, un revêtement intérieur 18 situé sur la paroi intérieure, et optionnellement un revêtement extérieur 20 situé sur la paroi extérieure. L'élément de canalisation revêtu 10 définit un espace intérieur 22 dans lequel circule le liquide 5 au contact du revêtement intérieur 18.

L'élément de canalisation brut 12 est par exemple un tuyau, un embranchement ou forme un réservoir.

Le revêtement extérieur 20 est avantageusement adapté au contact avec un sol 24. Le revêtement extérieur 20, connu en lui-même de l'homme du métier, est avantageusement configuré pour augmenter la résistance à la corrosion de l'élément de canalisation brut 12.

Le revêtement intérieur 18 tapisse avantageusement toute la paroi intérieure 14.

Dans l'exemple représenté, le revêtement intérieur 18 est obtenu par application sur la paroi 14 d'un mortier comportant un liant à base de ciment. L'application est avantageusement réalisée par centrifugation, mais peut aussi être faite par projection ou par enduction manuelle.

Le revêtement intérieur 18 présente avantageusement une épaisseur E par exemple comprise entre 3 mm et 30 mm.

Outre le liant, le mortier comprend des charges, de l'eau, un ou plusieurs superplastifiants, et un ou plusieurs autres adjuvants.

Selon un premier mode de réalisation, le liant comprend une première composition comportant un mélange de ciment Portland CEM I SR et de laitier de haut fourneau. Avantageusement, cette première composition est constituée de ce mélange.

Le ciment Portland CEM I SR est connu en lui-même de l'homme du métier et par exemple défini dans la norme française et européenne NF EN 197-1 d'avril 2012. Ce ciment contient, en masse, 95% à 100% de clinker, et 0% à 5% de constituants additionnels mineurs. Le ciment est dit SR 0, SR 3 ou SR 5 selon qu'il comporte respectivement 0% en masse, moins de 3%, ou moins de 5% de C3A, c'est-à-dire de l'aluminate tricalcique. Dit autrement, le ciment Portland CEM I SR est un ciment Portland CEM I dans lequel la proportion massique de C3A est inférieure ou égale à 5% en masse.

La proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange de la première composition est comprise entre 5% et 64%, le reste étant du laitier.

Le ciment Portland CEM I SR utilisé est un CEM I SR5, de préférence un CEM I SR3, et de manière encore plus préférée un CEM I SR0, c'est-à-dire qu'il contient une proportion massique de C3A inférieure ou égale à 5%, de préférence inférieure ou égale à

3%, et de manière encore plus préférée égale à 0%. Le C3A peut néanmoins être présent à l'état de traces dans le ciment CEM I SR0, c'est à dire en quantité inférieure à 0,1% en masse de ciment, en principe indétectable par diffraction des rayons X.

Avantageusement, la proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange de la première composition est comprise entre 20% et 64%, de préférence entre 25% et 50%, et de manière encore plus préférée entre 25% et 34%.

Avantageusement, les charges du mortier sont du sable, du gravier, ou leurs mélanges. De préférence, le sable et le gravier sont de nature siliceuse ou calcaire. Avantageusement, au moins 95% en masse des charges ont un diamètre inférieur ou égal à 8 mm. Le diamètre est par exemple mesuré selon la norme NF EN 933-1 de mai 2012, grâce à l'essai de détermination de caractéristiques géométriques des granulats – Partie1 : Détermination de la granularité – Analyse granulométrique par tamisage. Avantageusement les particules sont dans un ratio massique S/L par rapport au liant compris entre 0,5 et 5, de préférence entre 1 et 4, et de manière encore plus préférée entre 1,5 et 3.

Dans le mortier, l'eau est avantageusement dans un ratio massique E/L par rapport au liant compris entre 0,2 et 1, de préférence entre 0,3 et 0,5, et de manière encore plus préférée entre 0,35 et 0,45.

Le ou les superplastifiants ont notamment pour rôle d'augmenter la fluidité du mortier à dosage en eau constant, ou de diminuer la teneur en eau à fluidité constante. Le ou les superplastifiants sont par exemple dans un ratio massique Sp/L par rapport au liant compris entre 0,0005 et 0,1, de préférence entre 0,001 et 0,05, et de manière encore plus préférée entre 0,002 et 0,03. Avantageusement, le mortier comprend un seul superplastifiant, par exemple une solution de polycarboxylate, avec un extrait sec avantageusement compris entre 10% et 50%, de préférence entre 20% et 40%, et de manière encore plus préférée entre 25% et 35%.

Avantageusement, le ou les adjuvants sont dans un ratio massique A/L par rapport au liant compris entre 0,001 et 0,05, de préférence entre 0,005 et 0,04, et de manière encore plus préférée entre 0,01 et 0,03.

Les adjuvants sont organiques ou minéraux. On citera par exemple les accélérateurs de prise (ou de durcissement), les retardateurs de prise et les modificateurs de viscosité.

Selon un deuxième mode de réalisation, le liant du mortier comprend une deuxième composition comportant un mélange de ciment CEM III/B avec de la microsilice (ou fumée de silice) ou un mélange de ciment Portland CEM I SR avec de la microsilice.

La proportion massique de ciment CEM III/B ou de ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange de la deuxième composition est comprise entre 50% et 94%, le reste étant de la microsiline. Avantageusement, la proportion massique du ciment dans la deuxième composition est comprise entre 60% et 90%, et de préférence entre 70% et 80%.

Dans le deuxième mode de réalisation, les autres composants du mortier (eau, charges, superplastifiants et adjuvants) sont inchangés et les remarques les concernant formulées ci-dessus pour le premier mode de réalisation s'appliquent.

Le deuxième mode de réalisation est avantageusement mis en œuvre avec un ratio massique Sp/L par rapport au liant plus élevé : par exemple compris entre 0,005 et 0,1, de préférence entre 0,001 et 0,08, et de manière encore plus préférée entre 0,005 et 0,05.

Selon un troisième mode de réalisation, le liant du mortier est constitué d'un mélange de la première composition et de la deuxième composition telles que décrites ci-dessus, dans des proportions respectives arbitraires.

Avantageusement, selon ce troisième mode de réalisation, le liant comprend un mélange de ciment Portland CEM I SR, de laitier et de microsiline.

La proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans le mélange est par exemple comprise entre 30% et 60%, celle de laitier entre 65% et 5 % et celle de microsiline entre 5% et 35%. De préférence, la proportion massique du ciment Portland CEM I SR est comprise entre 40% et 60%, celle de laitier entre 50% et 10% et celle de microsiline entre 10% et 30%. De manière encore plus préférentielle, dans ce mélange, la proportion massique du ciment Portland CEM I SR est comprise entre 50% et 60%, celle de laitier entre 30% et 10% et celle de microsiline entre 20% et 30%.

Grâce aux caractéristiques décrites ci-dessus, le revêtement intérieur 18 permet de réduire le relargage d'aluminium dans le liquide 5.

Pour le premier mode de réalisation, sans être lié à une théorie particulière, les inventeurs pensent que réduire la formation d'ettringite (de formule $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26\text{H}_2\text{O}$) en diminuant les teneurs en C3A de la fraction ciment Portland permet de réduire significativement le relargage d'aluminium, bien que cet élément soit majoritairement contenu dans le laitier (10% d' Al_2O_3), l'un des constituants du liant.

Pour le second mode de réalisation, sans être lié à une théorie particulière, les inventeurs pensent également que l'utilisation de microsiline en combinaison avec le ciment Portland CEM I SR ou le ciment CEM III/B permet également de limiter la formation d'ettringite et de réduire significativement le relargage d'aluminium.

L'ettringite contribue à la prise et au durcissement des ciments. Cependant, l'utilisation du procédé de centrifugation pour réaliser le revêtement intérieur 18 permet, de manière surprenante, de s'affranchir des contraintes de prise/durcissement et conduit aux performances mécaniques adéquates, notamment une résistance mécanique en compression supérieure ou égale à 50 MPa à 28 jours (selon EN 545).

De plus, grâce à la première composition, la durabilité du revêtement intérieur 18 est équivalente à ou meilleure que celle d'un revêtement standard à base de ciment CEM III/B. Le ciment CEM III/B comprend typiquement, en masse, entre 20% et 34% de clinker, 66% à 80% de laitier de haut fourneau, et 0% à 5% de constituants additionnels mineurs.

Par rapport au ciment CEM III/B, le nouveau liant selon la première composition permet de réduire les dosages en superplastifiant nécessaires pour atteindre la fluidité adéquate pour la mise en œuvre du revêtement.

Grâce à la deuxième composition, la durabilité du revêtement intérieur 18 est significativement plus élevée que celle d'un revêtement réalisé à partir d'un ciment Portland, et du même ordre de grandeur que celle d'un revêtement réalisé avec uniquement du CEM III/B sans microsilice.

Résultats expérimentaux

A – Essais sur des pâtes de ciment durci

Des cubes de 10 cm d'arête ont été fabriqués à partir de pâtes de ciment et curés pendant vingt-huit jours à 100% d'humidité, avant d'être exposés à un essai de lixiviation conforme à la norme EN 7345 de mars 1995, intitulée *Caractéristiques de lixiviation de matériaux de construction et de déchets de terre compacte et de pierres. Tests de lixiviation*. La norme propose une détermination de la lixiviation de composés anorganiques dans des matériaux façonnés et monolithiques au moyen d'un test de diffusion, utilisé pour les présents essais.

Les quantités massiques de matières sèches des formulations de liant testées sont présentées dans le tableau 1 suivant.

	CEM III/B	CEM I SR0	Laitier	Microsilice
Référence	100%	-	-	-
Exemple 1	-	30%	70%	-
Exemple 2	-	75%	-	25%

Tableau 1 : Quantités massiques de matières sèches pour les formulations de liants testées selon la norme EN 7345.

Dans la formulation dite de référence, le liant utilisé est un ciment CEM III/B comprenant 9,7% d'alumine en masse. Dans toutes les formulations testées, le rapport eau/liant est égal à 0,31.

L'exemple 1 est conforme à la première composition décrite ci-dessus, avec un liant comportant en masse 30% de ciment Portland CEM I SR0 et 70% de laitier de haut fourneau. Un tel liant comprend 8,7% en masse d'alumine.

L'exemple 2 est conforme à la deuxième composition, avec un liant comportant, en masse, 75% de ciment Portland CEM I SR0 et 25% de microsilice. Il s'agit de fumée de silice densifiée de la société Elkem. Un tel liant comprend 2,7% en masse d'alumine. Dans l'exemple 2, la pâte comprend aussi 0,45% en masse d'un superplastifiant Optima 220 de la société Chryso.

Les résultats des essais de lixiviation d'aluminium sont présentés sur la figure 2. Ils fournissent les quantités cumulées d'aluminium lixivié, en milligramme/m² (dans la norme EN 7345 les teneurs lixiviées sont exprimées par unité de surface, plus précisément par mètre carré de pâte de ciment durci, en fonction de la racine carrée du temps exprimé en heures). La courbe C0 concerne le cube de référence, tandis que les courbes C1 et C2 concernent respectivement l'exemple 1 et l'exemple 2.

Le tableau 2 suivant récapitule la réduction de la lixiviation d'aluminium obtenue pour les nouvelles formulations (exemples 1 et 2) comparativement à la formule de référence à base de ciment CEM III/B. De plus, la durabilité des liants a été exprimée comme la capacité à réduire la lixiviation du calcium par rapport à un ciment Portland CEM I ordinaire (c'est-à-dire comportant plus de 5% en masse de C3A).

	CEM III/B	Exemple 1	Exemple 2
Réduction de la lixiviation de l'aluminium (par rapport au CEM III/B)	0%	40%	87,5%
Réduction de la lixiviation du calcium (par rapport au CEM I)	57%	68%	45%

Tableau 2 : Réduction de la lixiviation de l'aluminium des nouvelles formulations et réduction de la lixiviation du calcium.

Comme on peut le constater, les exemples 1 et 2 ont permis de réduire la lixiviation de l'aluminium de respectivement 40% et 87,5%, au bout de 1536 heures ou 64 jours.

En outre, la lixiviation du calcium a été réduite respectivement de 68% et 45% par rapport à un ciment Portland CEM I ordinaire. Ceci démontre que les cubes de liant durci obtenus à partir de la première composition et de la deuxième composition sont plus durables que les liants obtenus à partir de ciment Portland ordinaire.

5

B – Essais sur des tuyaux prototypes

Des revêtements à base des différentes formulations de liants ont été déposés dans des tuyaux de fonte par un procédé de centrifugation connu en lui-même. Les formulations des revêtements sont présentées dans le tableau 3 suivant.

10

	CEM III/B	CEM I SR0	Laitier	Microsilice	Sable 0-2 mm	Super-plastifiant
Référence	37,7 kg				62,3 kg	
Exemple 1		11,3 kg	26,4 kg		62,3 kg	
Exemple 2		28,2 kg		9,36 kg	62,07 kg	0,37 kg

Tableau 3 : *Quantités massiques de matières pour les formulations de mortiers utilisées pour réaliser des tuyaux prototypes.*

15

Comme on peut le constater, le revêtement de référence contient 37,7% de ciment CEM III/B et 62,3% de sable d'une granulométrie comprise entre 0 et 2 mm. Le revêtement avant solidification comprend également de l'eau dans un ratio eau/liant de 0,46.

20

L'exemple 1 est un mortier selon le premier mode de réalisation, comprenant, en masse, 11,3% de ciment Portland CEM I SR0, 26,4% de laitier de haut fourneau, et 62,3% de sable de granulométrie 0 à 2 mm. Le ratio eau/liant est de 0,50.

25

L'exemple 2 est un mortier selon le deuxième mode de réalisation, comprenant, en masse, 28,3% de ciment Portland CEM I SR0, 9,4% de microsilice 940D, et 62,3% de sable de granulométrie 0 à 2 mm. L'exemple 2 comprend en outre 1% de superplastifiant Optima 220 Chryso par rapport à la masse de liant. Le ratio eau/liant est de 0,46 dans cet exemple.

Les propriétés mécaniques des mortiers à l'état frais ou durci ont été déterminées respectivement avant et après centrifugation. Les résultats sont présentés dans le tableau 4 ci-après.

Unité	Viscosité (V-Funnel) seconde	Fluidité mm	Compacité -	Rc à 28 jours MPa	Fissure
Référence	< 3	> 150	10-11	50	0
Exemple 1	1,35	170	11	65	0

Exemple 2	1,9	160	10,5	74	0
------------------	-----	-----	------	----	---

Tableau 4 : *Propriétés physiques des formulations de mortiers à l'état frais et durci.*

5 La viscosité et la fluidité du mortier, ont été déterminées respectivement par la mesure du temps d'écoulement au V-Funnel, tel que défini par la norme EN 12350-9 (novembre 2010) et par la mesure de l'étalement selon la norme NF EN 12706 (mai 2000). Les résultats montrent que les mortiers selon les premier et deuxième modes de réalisation permettent de satisfaire aux critères d'écoulements requis pour la réalisation de revêtements de tuyaux.

10 Les mesures de compacité à l'état frais après centrifugation ont été réalisées conformément à une méthode de résistance à l'enfoncement avec un pénétromètre de poche. Les résultats montrent que les mortiers selon le premier et deuxième mode de réalisation permettent d'obtenir des revêtements dont la compacité est comparable au revêtement de référence.

15 Les performances mécaniques ont été déterminées conformément à la norme NF EN 196-1 (Septembre 2016). Il apparaît qu'à 28 jours la résistance mécanique à la compression (R_c) des revêtements selon le premier et deuxième mode de réalisation est significativement supérieure aux 50 MPa recommandés pour les revêtements de tuyaux conformément à la norme NF EN 545 (décembre 2010).

20 Les propriétés de résistance à la fissuration ont été déterminées en étudiant le retrait, premièrement, d'échantillons de mortier en forme d'anneau moulés autour d'un noyau métallique et deuxièmement, de revêtements de sections de tuyaux d'un mètre de long. A l'issue des 28 jours de cure humide, les résultats montrent que les revêtements selon le premier et le deuxième mode de réalisation ne présentent aucune fissure pour les deux types d'échantillons.

25 Après vingt-huit jours, les tuyaux prototypes ont été testés en lixiviation selon la norme EN 14944-3 (Mars 2008) « influence des produits à base de ciment sur l'eau destinée à la consommation humaine ». Le protocole utilisé correspond aux tests de tuyaux de diamètre nominal 80 mm (DN 80). La limite d'aluminium lixivié est fonction du diamètre nominal du tuyau. Dans le cas de tuyaux de diamètre nominal 80 mm, la limite est 45 $\mu\text{g/l}$. Les résultats des essais de migration d'aluminium pour les trois formulations de revêtement sont présentés sur les figures 3 à 5.

30 Sur les trois figures 3 à 5, on a représenté les quantités d'aluminium lixivié en $\mu\text{g/l}$ pour les trois tests de migration 1, 2 et 3 préconisés par la norme EN 14944-3. Ils sont notés M1, M2, M3 en abscisse. Sur chacune de ces figures, la courbe C3 représente la limite réglementaire de 45 $\mu\text{g/l}$.

35

Sur la figure 3, les courbes C4, C5 et C6 correspondent à trois revêtements de référence déposés dans trois tuyaux et dont la composition est précisée dans le tableau 3.

5 Sur la figure 4, les courbes C7 et C8 correspondent à deux revêtements selon l'exemple 1 du tableau 3 déposés dans deux tuyaux.

Sur la figure 5, les courbes C9 et C10 correspondent à deux revêtements selon l'exemple 2 du tableau 3 déposés dans deux tuyaux.

10 Sur le tableau 5 suivant, on a représenté la concentration moyenne d'aluminium relargué au cours des migrations. Les moyennes exprimées dans le tableau 5 ont été effectuées en considérant la totalité des tuyaux testés pour chaque type de revêtement et en moyennant les résultats obtenus pour les trois migrations.

	Référence	Exemple 1	Exemple 2
Concentration moyenne d'aluminium (µg/l)	102	45	< 12
Réduction de la lixiviation de l'aluminium	0%	56%	> 88%

15 **Tableau 5** : *Concentration moyenne d'aluminium lixivié selon la norme EN-14944 et réduction de la lixiviation de l'aluminium obtenu avec les nouvelles formulations.*

20 Comme on peut le constater, la concentration moyenne en aluminium relargué est de 102 µg/l pour les revêtements de référence, 45 µg/l pour les revêtements selon le premier exemple, et de moins de 12 µg/l pour les revêtements suivant le deuxième exemple. Ainsi, on constate que les revêtements selon le premier exemple réduisent la lixiviation de l'aluminium de 56% par rapport à la référence, tandis que ceux selon le deuxième exemple réduisent de plus de 88% cette lixiviation.

25 Les deux compositions cimentaires (premier et deuxième exemples) décrites ci-dessus sont adéquates pour la fabrication de revêtements intérieurs d'éléments de tuyauterie ou de réservoir destinés notamment à la distribution, à l'adduction et au stockage d'eau potable. Ces revêtements permettent de diminuer significativement la lixiviation de l'aluminium, et donc par exemple de satisfaire à de futurs critères réglementaires sur la migration de cet élément dans l'eau potable. En plus de leurs
30 bonnes propriétés environnementales, ces nouveaux revêtements présentent un niveau de durabilité très supérieur à celui des revêtements réalisés à partir de ciment Portland classique.

12
REVENDICATIONS

1.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) comprenant :

5 - un élément de canalisation ou de réservoir brut (12) en fonte ductile, en acier ou en béton, et

- un revêtement intérieur (18) situé sur une paroi intérieure (14) de l'élément de canalisation ou de réservoir brut (12), le revêtement intérieur (18) étant susceptible d'être obtenu par application sur la paroi intérieure (14) d'un mortier comportant un liant, caractérisé en ce que le liant comprend l'un parmi :

10 - une première composition comportant un mélange de ciment Portland CEM I SR et de laitier de haut-fourneau, la proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange étant comprise entre 5% et 64%,

15 - une deuxième composition comportant un mélange de ciment CEM III/B et de microsilice, ou un mélange de ciment Portland CEM I SR et de microsilice, la proportion massique de ciment CEM III/B ou de ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange étant comprise entre 50% et 94%, et

- les mélanges de la première composition et de la deuxième composition.

20 2.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon la revendication 1, dans lequel le liant comprend un mélange de ciment Portland CEM I SR, de laitier et de microsilice,

la proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange étant comprise entre 30% et 60%, de préférence entre 40% et 60%, et de manière encore plus préférée entre 50% et 60%,

25 la proportion massique du laitier dans ledit mélange étant comprise entre 65 % et 5%, de préférence entre 50% et 10%, et de manière encore plus préférée entre 30% et 10%, et

30 la proportion massique de microsilice dans ledit mélange étant comprise entre 5% et 35%, de préférence entre 10% et 30%, et de manière encore plus préférée entre 20% et 30%.

35 3.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le ciment Portland CEM I SR de la première composition ou de la deuxième composition ou de leurs mélanges est un CEM I SR5, de préférence un CEM I SR3, et de manière encore plus préférée un CEM I SR0.

4.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel la proportion massique du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange de la première composition est comprise entre 20% et 64%, de préférence entre 25% et 50%, et de manière encore plus préférée entre 25% et 34%.

5

5.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel la proportion massique du ciment CEM III/B ou du ciment Portland CEM I SR dans ledit mélange de la deuxième composition est comprise entre 60% et 90%, de préférence entre 70% et 80%.

10

6.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel le mortier comprend en outre des charges, dans un ratio massique (S/L) par rapport au liant compris entre 0,5 et 5, de préférence entre 1 et 4, et de manière encore plus préférée entre 1,5 et 3.

15

7.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon la revendication 6, dans lequel les charges sont du filler, du sable et/ou du gravier, de préférence de nature siliceuse ou calcaire, au moins 95% en masse des charges ayant un diamètre inférieur ou égal à 8 mm.

20

8.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel le mortier comprend en outre de l'eau, dans un ratio massique (E/L) de l'eau par rapport au liant compris entre 0,2 et 1, de préférence entre 0,3 et 0,5, et de manière encore plus préférée entre 0,35 et 0,45.

25

9.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel :

- le liant comprend la première composition, et le mortier comprend en outre un ou plusieurs superplastifiant(s), dans un ratio massique (Sp/L) de superplastifiant(s) par rapport au liant compris entre 0,0005 et 0,1, de préférence entre 0,001 et 0,05, et de manière encore plus préférée entre 0,002 et 0,03, ou

30

- le liant comprend la deuxième composition, et le mortier comprend en outre un ou plusieurs superplastifiant(s), dans un ratio massique (Sp/L) de superplastifiant(s) par rapport au liant compris entre 0,005 et 0,1, de préférence entre 0,001 et 0,08, et de manière encore plus préférée entre 0,005 et 0,05.

35

10.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon la revendication 9, dans lequel ledit un ou plusieurs superplastifiant(s) comprend une solution de polycarboxylate avec un extrait sec de 10% à 50%, de préférence de 20% à 40% et de manière encore plus préférée de 25% à 35%.

5

11.- Elément de canalisation ou de réservoir revêtu (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, dans lequel le mortier comprend en outre un ou plusieurs adjuvant(s), dans un ratio massique (A/L) d'adjuvant(s) par rapport au liant compris entre 0,001 et 0,05, de préférence entre 0,005 et 0,04, et de manière encore plus préférée entre 0,01 et 0,03.

10

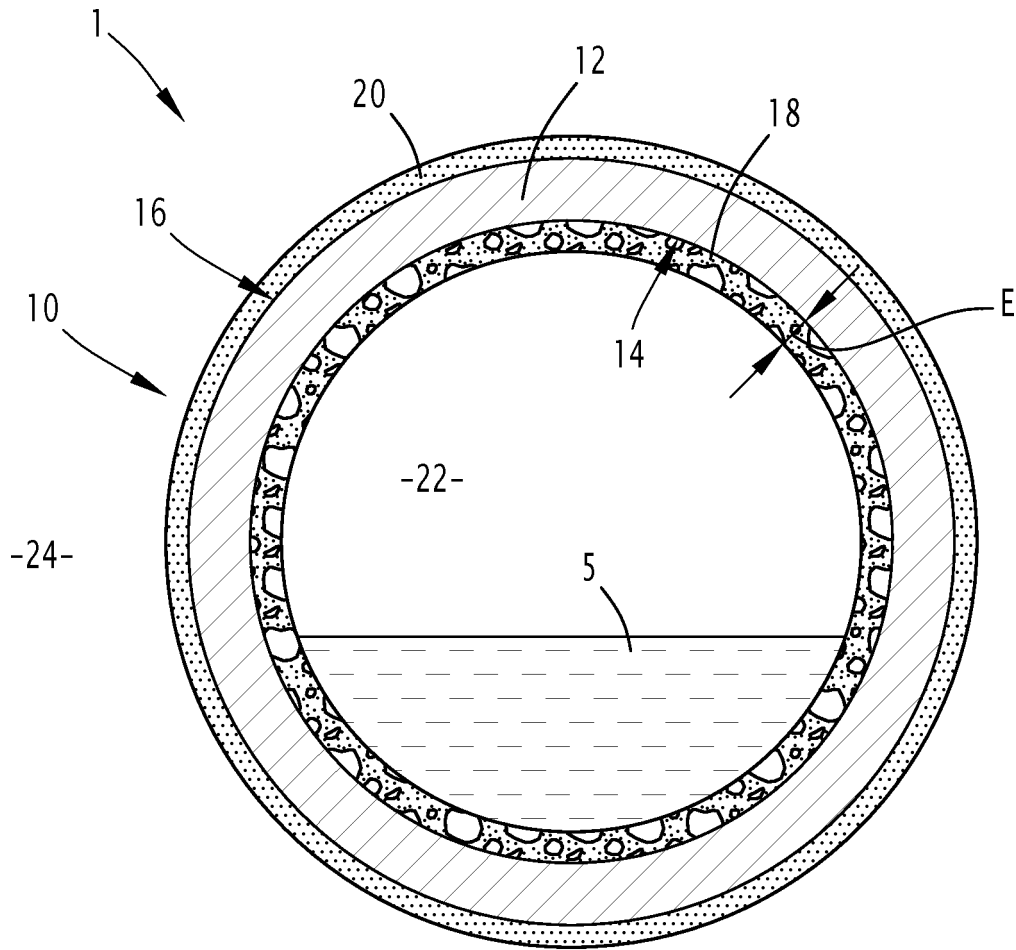


FIG.1

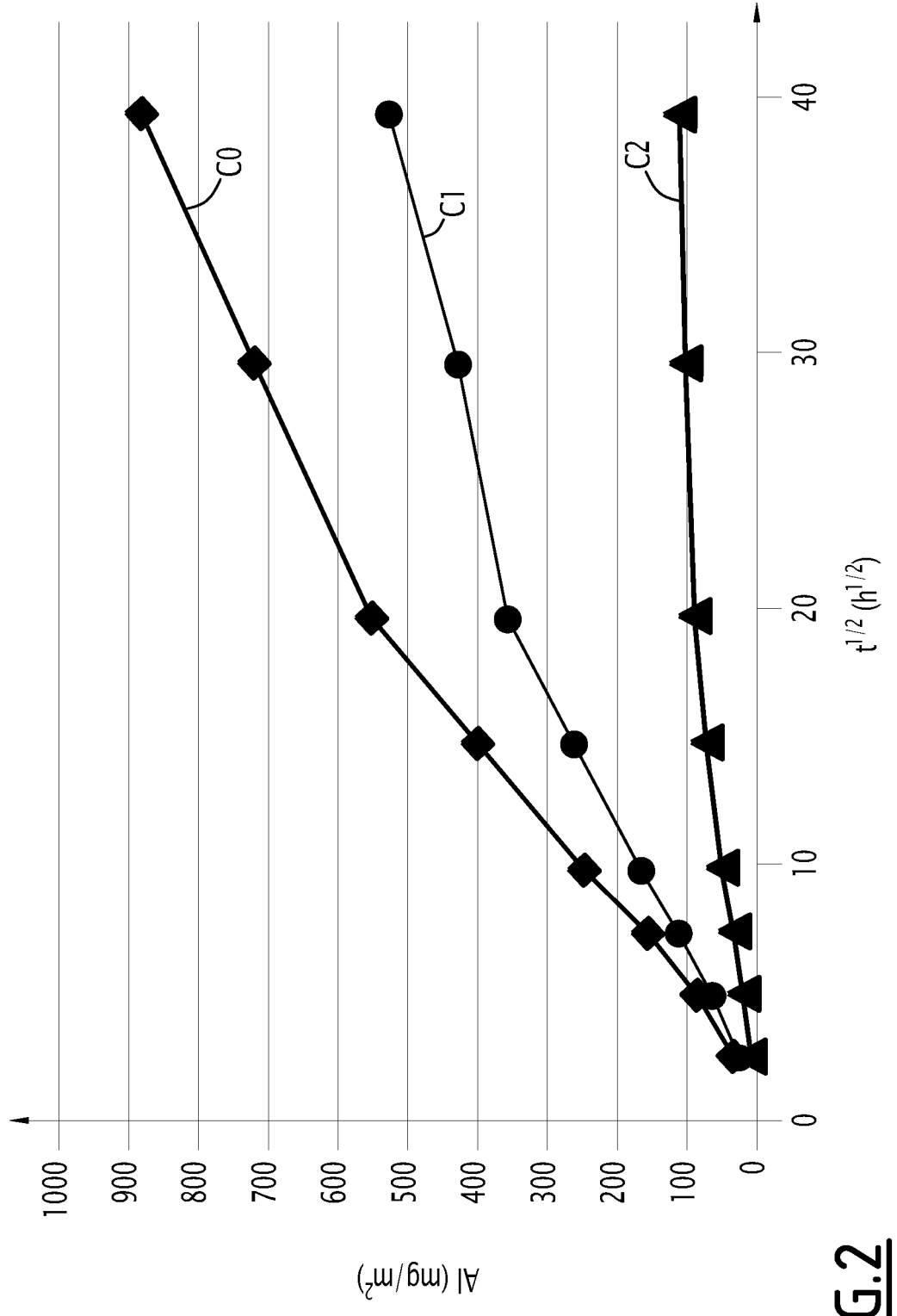


FIG.2

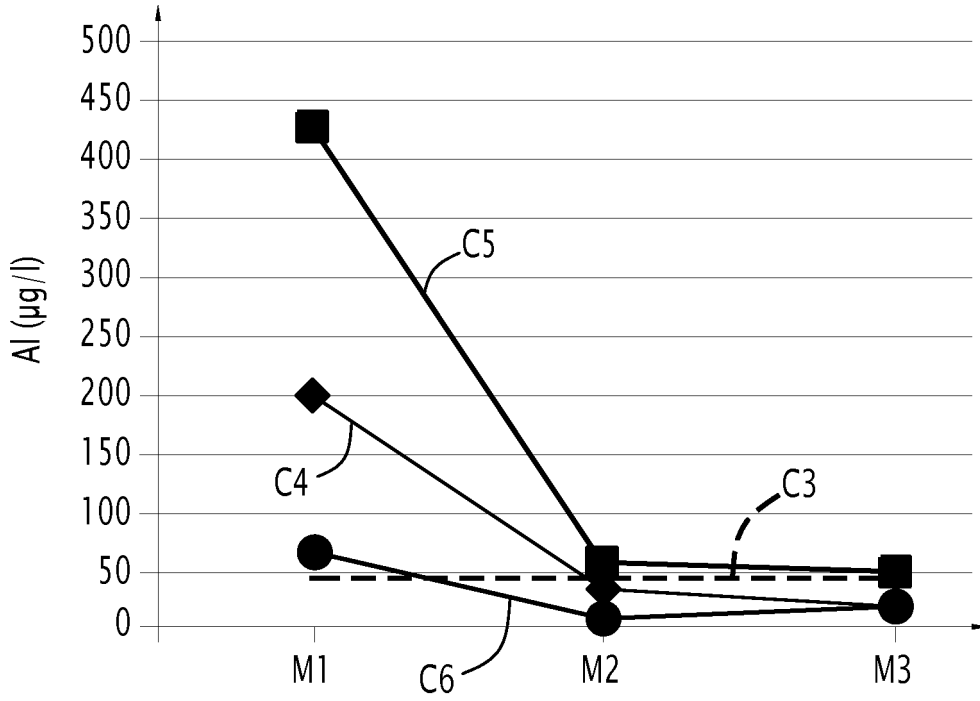


FIG.3

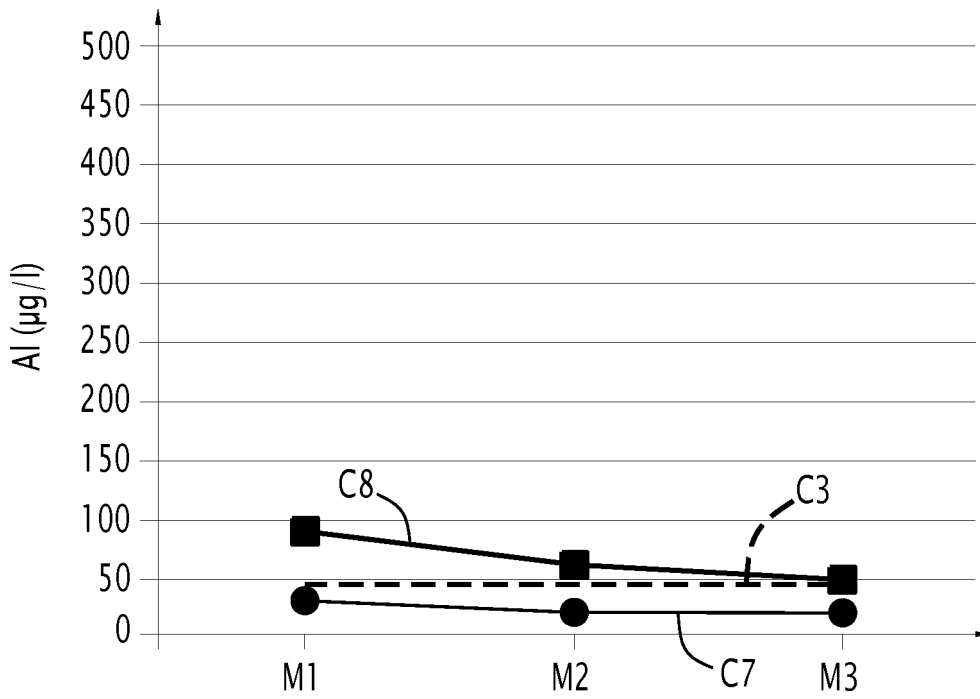


FIG.4

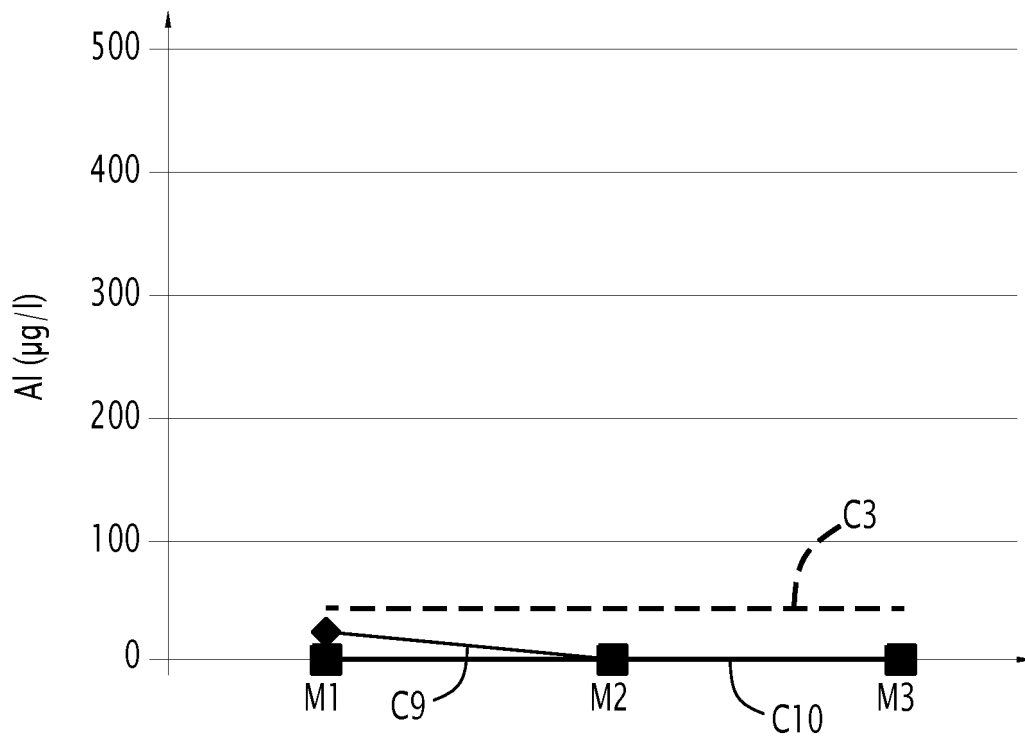


FIG.5

**RAPPORT DE RECHERCHE
 PRÉLIMINAIRE**

 établi sur la base des dernières revendications
 déposées avant le commencement de la recherche
N° d'enregistrement
nationalFA 854514
FR 1853916

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	WO 2007/107763 A2 (HALLIBURTON ENERGY SERV INC [US]; CURTIS PHILIP ANTHONY [GB]; BROTHERS) 27 septembre 2007 (2007-09-27)	1,3-5,8, 11	F16L9/153
Y	* revendications 15, 16 *	1,3-6,8, 11	
A	-----	2,7,9,10	
Y	US 2005/160946 A1 (COMRIE DOUGLAS C [US]) 28 juillet 2005 (2005-07-28)	1-9,11	
A	* alinéas [0052], [0053], [0058], [0060] *	10	
Y	US 2011/283516 A1 (AL-MEHTHEL MOHAMMED [SA] ET AL) 24 novembre 2011 (2011-11-24)	1-5,8,11	
A	* alinéas [0033], [0034]; revendication 8 *	6,7,9,10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Y	US 5 735 947 A (HOPKINS DONALD STEPHEN [CA] ET AL) 7 avril 1998 (1998-04-07)	1-9,11	F16L C04B
A	* revendications 1-16 *	10	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
5 novembre 2018		Dauvergne, Bertrand	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		
		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1853916 FA 854514**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **05-11-2018**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2007107763 A2	27-09-2007	AU 2007228544 A1	27-09-2007
		BR PI0708948 A2	14-06-2011
		CA 2645920 A1	27-09-2007
		JP 5330221 B2	30-10-2013
		JP 2009530220 A	27-08-2009
		RU 2008141713 A	27-04-2010
		US 2007221379 A1	27-09-2007
		US 2012199350 A1	09-08-2012
		US 2013008353 A1	10-01-2013
		WO 2007107763 A2	27-09-2007
US 2005160946 A1	28-07-2005	BE 1017180 A3	01-04-2008
		DE 202005017398 U1	05-01-2006
		FR 2883281 A1	22-09-2006
		US 2005160946 A1	28-07-2005
		US 2006272551 A1	07-12-2006
US 2011283516 A1	24-11-2011	US 2011283516 A1	24-11-2011
		US 2014154408 A1	05-06-2014
		WO 2011149758 A1	01-12-2011
US 5735947 A	07-04-1998	CA 2185944 A1	23-03-1997
		US 5735947 A	07-04-1998