

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

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
05 mars 2020 (05.03.2020)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2020/043751 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C04B 28/06 (2006.01) C04B 28/14 (2006.01)

SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR,
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2019/072900

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

(22) Date de dépôt international :
28 août 2019 (28.08.2019)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1857704 28 août 2018 (28.08.2018) FR

(71) Déposant : **HOLCIM TECHNOLOGY LTD** [CH/CH] ;
Zürcherstrasse 156, CH-8645 JONA (CH).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— relative au droit du déposant de demander et d'obtenir un brevet (règle 4.17(ii))

(72) Inventeurs : **PEREZ, Nicolas** ; HOLCIM TECHNOLOGY LTD Im Schachen, 5113 HOLDERBANK (CH). **MAILLOT, Mathilde** ; HOLCIM TECHNOLOGY LTD Im Schachen, 5113 HOLDERBANK (CH). **DUCHAND, Sylvain** ; HOLCIM TECHNOLOGY LTD Im Schachen, 5113 HOLDERBANK (CH). **TINTILLIER, Patrick** ; HOLCIM TECHNOLOGY LTD Im Schachen, 5113 HOLDERBANK (CH).

Publiée:

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

(74) Mandataire : **REGIMBEAU** ; 20, rue de Chazelles, 75847 PARIS CEDEX 17 (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,

(54) Title: METHOD FOR PREPARING A LIGHTWEIGHT MINERAL FOAM, MINERAL FOAM OBTAINED AND USES OF SAME

(54) Titre : PROCEDE DE PREPARATION D'UNE MOUSSE MINERALE LEGERE, MOUSSE MINERALE OBTENUE ET UTILISATIONS

(57) Abstract: The invention concerns a method for manufacturing a mineral foam comprising the following steps: (i) separately preparing an aqueous foam and a cement slurry, the cement slurry comprising water E, a binder L, a water reducing agent, the binder being characterised by: - an aluminate phase content of between 25 and 60% of the weight of the binder, - a total Al₂O₃ content of between 10 and 30% of the weight of the binder, - a CaO content of between 18 and 50% of the weight of the binder - a calcium sulphate content of between 20 and 60% of the weight of the binder, and - the binder containing substantially no hydraulic amorphous phase; (ii) continuously mixing the obtained cement slurry with the aqueous foam in order to obtain a fresh mineral foam in a continuous manner; and (iii) shaping the mineral foam obtained in step (ii) and leaving to set.

(57) Abrégé : L'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une mousse minérale comprenant les étapes suivantes : (i) préparer indépendamment une mousse aqueuse et un coulis de ciment, le coulis de ciment comprenant de l'eau E, un liant L, un agent réducteur d'eau, le liant étant caractérisé par : - une teneur en phases aluminates comprise entre 25 et 60% du poids du liant, - une teneur en Al₂O₃ totale comprise entre 10 et 30 % du poids du liant, - une teneur en CaO comprise entre 18 et 50% du poids du liant - une teneur en sulfate de calcium comprise entre 20 et 60 % du poids du liant et - le liant ne contenant substantiellement pas de phase amorphe hydraulique; (ii) mélanger de manière continue le coulis de ciment obtenu avec la mousse aqueuse pour obtenir une mousse minérale fraîche de manière continue; et (iii) mettre en forme la mousse minérale obtenue à l'étape (ii) et laisser la prise s'effectuer.



WO 2020/043751 A1

PROCEDE DE PREPARATION D'UNE MOUSSE MINERALE LEGERE, MOUSSE MINERALE OBTENUE ET UTILISATIONS

La présente invention se rapporte à une mousse minérale ultra légère à base de ciment, à un procédé de réalisation de cette mousse ainsi qu'à des éléments de construction comprenant cette mousse.

De manière générale, la mousse minérale, en particulier la mousse de ciment, est très avantageuse pour de nombreuses applications en raison de ses propriétés comme l'isolation thermique, l'acoustique, la durabilité, la résistance au feu et ses facilités de mise en œuvre.

La mousse minérale désigne un matériau sous forme d'une mousse. Ce matériau est plus léger que le béton traditionnel à cause des pores ou espaces vides qu'il comprend. Ces pores ou espaces vides sont dus à la présence d'air dans la mousse minérale et peuvent se présenter sous forme de bulles. Par mousse ultralégère, on entend une mousse dont la densité à l'état sec est généralement comprise de 30 à 300 kg/m³.

Lorsqu'un élément en mousse minérale est coulé, celui-ci peut s'affaisser par manque de stabilité de la mousse minérale par exemple, dès sa mise en place ou encore avant son durcissement complet. Ces problèmes d'affaissement de la mousse peuvent être dus à des phénomènes de coalescence, de mûrissement d'Ostwald, de pression hydrostatique ou de drainage, celui-ci étant accru notamment pour des éléments de grande hauteur.

La difficulté dans la réalisation des mousses minérales est donc de fabriquer une mousse stable palliant ces problèmes d'affaissement. Or, les techniques connues pour permettre d'obtenir une mousse suffisamment stable font appel à des mélanges de composés cimentaires comprenant de nombreux additifs et dont la réalisation est difficile et coûteuse.

Il existe d'autres problèmes techniques relatifs aux mousses minérales, telles que le retrait et les temps de prise. Les mousses minérales, une fois produites et placées alors qu'elles sont encore fraîches, vont durcir suite aux réactions d'hydratation entre l'eau et le liant minéral. Ces réactions induisent dans un premier temps la prise de la mousse, c'est-à-dire sa transition de l'état frais à l'état durci. Après la prise, les réactions d'hydratation se poursuivent et peuvent provoquer des phénomènes de retrait plus ou moins prononcés en fonction des conditions (type de liant, rapport massique eau-liant, humidité relative de l'air ambiant, etc.). Ce retrait provoque régulièrement une contraction et une fissuration des mousses minérales durcies, qui peut dans certains cas être problématique.

Dans le cas des mousses minérales à faible densité, le contrôle des temps de prise est un paramètre critique. Comme décrit dans le brevet WO2011086333, des temps de prise courts sont importants pour éviter que la mousse se dégrade par déstabilisation alors que la mousse est encore fraîche. Les brevets WO2017085416, WO2017093796, 5 WO2017093797 et WO2017093795 décrivent des mousses minérales à faible densité ayant une stabilité suffisante pour ne pas nécessiter l'utilisation de liants minéraux à faibles temps de prise.

Afin de répondre aux exigences des utilisateurs, il est devenu nécessaire de trouver un moyen pour réaliser une mousse minérale ultra légère, à haute stabilité, dont la 10 réalisation est simple et peu onéreuse. Avantageusement, la mousse minérale ultra légère présente également un faible retrait.

L'invention se rapporte à un procédé de fabrication d'une mousse minérale comprenant les étapes suivantes :

- 15 (i) préparer indépendamment une mousse aqueuse et un coulis de ciment, le coulis de ciment comprenant de l'eau E, un liant L, un agent réducteur d'eau, le liant étant caractérisé par une teneur en phases aluminates comprise entre 25 et 60% du poids du liant, une teneur en Al_2O_3 totale comprise entre 10 et 30 % du poids du liant, une teneur en CaO comprise entre 18 et 50% du poids du liant, une 20 teneur en sulfate de calcium comprise entre 20 et 60 % du poids du liant et le liant ne contenant substantiellement pas de phase amorphe hydraulique ;
- (ii) mélanger de manière continue le coulis de ciment obtenu avec la mousse aqueuse pour obtenir une mousse minérale fraîche de manière continue ; et
- (iii) mettre en forme la mousse minérale fraîche obtenue à l'étape (ii) et laisser la 25 prise s'effectuer.

Avantageusement, un sel minéral choisi parmi un sel de calcium, un sel alcalin et leurs mélanges est ajouté au coulis de ciment de l'étape (i) ou dans la mousse minérale fraîche obtenue à l'étape (ii). Lorsqu'un sel minéral est ajouté, il est avantageusement 30 ajouté à la mousse minérale fraîche obtenue à l'étape (ii). Le sel minéral pourrait également être ajouté à la fois au coulis de ciment de l'étape (i) et dans la mousse minérale fraîche obtenue à l'étape (ii).

L'invention se rapporte également à la mousse minérale, susceptible d'être 35 obtenue par le procédé selon l'invention, à un élément de construction comprenant cette

mousse minérale ainsi qu'à l'utilisation de la mousse minérale comme matériau isolant, en particulier comme isolant thermique.

Sauf indication contraire, tous les pourcentages sont exprimés en poids.

Descriptif des figures :

- 5 La figure 1 explicite le mode de calcul du temps de prise estimé par maturométrie. La figure 1 représente l'évolution de la température (°C) du liant en fonction du temps (min). La figure 2 représente la courbe d'acquisition de résistance mécanique de différents liants à base de ciments alumineux ou de ciment Portland. La résistance en compression (en % de la valeur maximale mesurée) est exprimée en fonction du temps
- 10 après production de la mousse minérale (heures).
 Les losanges correspondent au liant L4 + 2% Ca(OH)_2 .
 Les carrés correspondent au liant L1 + 1% Ca(OH)_2 + 0,05% Li_2CO_3 .
 Les triangles correspondent au liant L1 + 1% Ca(OH)_2 + 0,02% Na_2CO_3 .
 Les ronds correspondent au ciment Portland + 0,5% Al_2SO_4 .

15 Description détaillée de l'invention

- Un ciment Portland est un liant hydraulique qui contient du clinker Portland. Ce clinker comprend une proportion au moins égale à 50% en masse d'oxyde de calcium (CaO) et de dioxyde de silicium (SiO_2) et tel que défini par la norme NF EN 197-1 d'avril 2012. Un ciment Portland peut donc comprendre d'autres composés en sus du clinker
- 20 Portland, tels que du laitier, de la fumée de silice, des pouzzolanes (naturelles et naturelle calcinées), des cendres volantes (siliceuse et calcique), du schiste et/ou du calcaire. Typiquement, un ciment Portland a une teneur en Al_2O_3 inférieure à 5% du poids du ciment, une teneur en CaO supérieure à 55% du poids du ciment, et un rapport massique $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ compris entre 10 et 20.
- 25 Un ciment Portland est aussi caractérisé par des phases minéralogiques. Les principales, selon la nomenclature cimentière, sont C3S, C2S C3A et C4AF. La nomenclature chimique cimentière utilise des abréviations dont les correspondances avec la notation chimique conventionnelle est donnée dans le tableau ci-dessous.

Notation chimique cimentière	Notation chimique conventionnelle
C	CaO
S	SiO_2
A	Al_2O_3

Notation chimique cimentière	Notation chimique conventionnelle
F	Fe_2O_3
T	TiO_2
M	MgO
K	K_2O
N	Na_2O
H	H_2O
\$	SO_3
P	P_2O_5

Tableau 1

Les phases aluminates principales qu'un ciment Portland contient sont C3A et C4AF. Un ciment Portland contient typiquement entre 10 et 20 % massique de phases aluminates, exprimée en poids total de liant.

5

Un ciment Portland peut être sélectionné parmi les ciments décrits dans la norme NF-EN 197-1 d'avril 2012, en particulier les ciments CEM I, CEM II, CEM III, CEM IV, ou CEM V, disponibles commercialement.

Un ciment d'aluminates de calcium comprend comme principale phase minéralogique l'aluminate monocalcique, CA, et est tel que défini par la norme NF EN 14647 de 2006. Les autres phases minéralogiques sont typiquement C2A(1-x)Fx (avec x appartient à]0,1]), C12A7, C2S, C2AS. Selon la norme, la teneur en Al_2O_3 varie de 35% à 58% en poids du ciment. A titre d'exemple, on peut notamment citer le Ciment Fondu® comprenant typiquement de 37,5 à 41,1% en poids, par rapport au poids du ciment, d' Al_2O_3 .

15

Un ciment sulfo-alumineux est un liant hydraulique qui contient un clinker sulfo-alumineux. Ce clinker comprend au moins une phase Yeelemite, C4A3\$. Le plus souvent il comprend également de la bélite, C2S.

Le liant L mis en œuvre selon l'invention est caractérisé par:

20

- une teneur en phases aluminates comprise entre 25 et 60% du poids du liant, préférentiellement entre 25 et 55%, plus préférentiellement entre 26 et 50% du poids du liant
- une teneur en Al_2O_3 totale comprise entre 10 et 30% du poids du liant, préférentiellement entre 11 et 25% du poids du liant,

- une teneur en CaO comprise entre 18 et 50% du poids du liant, préférentiellement entre 20 et 45% du poids du liant, plus préférentiellement entre 25 et 45% du poids du liant, encore plus préférentiellement entre 30 et 45% du poids du liant, et
- une teneur en sulfate de calcium comprise entre 20 et 60% du poids du liant,
- 5 - avantageusement, un rapport des teneurs massiques $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ qui est compris entre 1,0 et 3,0, plus avantageusement entre 1,5 et 2,9.

La teneur en phases aluminates du liant L est définie par la somme des teneurs massiques de C3A, C4AF, Yeelemite, CA, $\text{C2A}(1-x)\text{Fx}$ (avec x appartient à $[0,1]$), C12A7, selon la notation chimique cimentière.

- 10 Les phases d'aluminates comprennent avantageusement au moins une phase aluminat de calcium choisie parmi l'aluminat monocalcique (CA), l'aluminat dicalcique (C2A), l'aluminat tricalcique (C3A), le ferro-aluminat tétracalcique (C4AF) et leurs mélanges.

- 15 Les phases d'aluminates comprennent avantageusement également au moins une phase Yeelemite (C4A3\$).

Les autres phases, non aluminates, du liant L sont avantageusement des phases choisies parmi l'alite (C3S), la bélite (C2S) et leurs mélanges.

- 20 Le sulfate de calcium utilisé selon la présente invention inclut le gypse (sulfate de calcium dihydraté, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), le semi-hydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$), l'anhydrite (sulfate de calcium anhydre, CaSO_4) ou un de leurs mélanges. Le gypse et l'anhydrite existent à l'état naturel. Il est également possible d'utiliser un sulfate de calcium qui est un sous-produit de certains procédés industriels.

- 25 Le liant L selon l'invention ne comprend substantiellement pas de phases amorphes hydrauliques. Par « substantiellement », on entend ici une teneur en phases amorphes hydrauliques inférieure à 10% du poids du liant, préférentiellement inférieure à 5% du poids du liant.

Ce liant L est mis en œuvre selon le procédé de l'invention en présence d'une quantité d'eau E spécifique pour produire un coulis, caractérisée par le rapport massique E/L.

- 30 Le rapport massique E/L du coulis de ciment est avantageusement compris entre 0,25 à 0,40, de manière préférentielle compris entre 0,28 à 0,38, et de manière encore plus préférentielle compris entre 0,29 à 0,35.

- 35 Le coulis de ciment utilisé dans le procédé selon l'invention peut avantageusement comprendre un agent réducteur d'eau du type plastifiant ou superplastifiant. Un agent réducteur d'eau permet de réduire d'environ 10 à 15% en masse la quantité d'eau de gâchage pour un temps d'ouvrabilité donné. A titre d'exemple d'agent réducteur d'eau, on

peut citer les lignosulphonates, les acides hydroxycarboxyliques, les carbohydrates, et autres composés organiques spécifiques, comme par exemple le glycérol, l'alcool polyvinylique, l'aluminomethyl siliconate de sodium, l'acide sulfanilique et la caséine (voir Concrete Admixtures Handbook, Properties Science and Technology, V.S. Ramachandran, Noyes Publications, 1984). Les superplastifiants appartiennent à la nouvelle génération des agents réducteurs d'eau et permettent de réduire d'environ 30 % en masse la quantité d'eau de gâchage pour un temps d'ouvrabilité donné. A titre d'exemple de superplastifiant, on peut citer les superplastifiants PCP sans agent anti-mousse. On entend entre autre par le terme « PCP », ou « polycarboxylate polyoxyde », selon la présente invention un copolymère des acides acryliques ou acides méthacryliques, et de leurs esters de poly(oxyde d'éthylène) (POE).

Le coulis de ciment peut de manière optionnelle contenir au moins un sel minéral, avantageusement préalablement dissous dans l'eau ou dans le liant. Ce sel minéral peut être choisi parmi un sel de calcium, un sel alcalin et leurs mélanges. De manière préférentielle, le sel de calcium est un hydroxyde de calcium. De manière préférentielle, le sel alcalin est choisi parmi un sel de sodium, un sel de lithium et leurs mélanges, encore plus préférentiellement le sel alcalin est choisi parmi un carbonate de sodium, un carbonate de lithium, un sulfate de lithium, un sulfate de sodium et leurs mélanges. Ces sels peuvent aussi être ajoutés au coulis déjà confectionné.

Le coulis peut, de manière optionnelle, contenir un composé minéral, communément appelé filler, ajouté lors de la confection du coulis. Un composé minéral est compris selon l'invention comme un matériau broyé sélectionné parmi le calcaire, la silice, les cendres volantes, les pouzzolanes naturelles ou synthétiques, les laitiers, et leurs mélanges. Un composé minéral est avantageusement caractérisé par un D50 compris entre 2 et 20 micromètre. La teneur en composé minéral varie avantageusement de 0% à 50% en poids, par rapport au poids du liant.

Le D50, également noté DV50, correspond au 50ème centile de la distribution en volume de taille des particules, c'est-à-dire que 50% du volume est constitué de particules dont la taille est inférieure au D50 et 50% de taille supérieure au D50.

De préférence, on n'ajoute pas au coulis de ciment selon l'invention de particules fines. Par l'expression « particule fine », on entend une population de particules dont le diamètre médian D50 est strictement inférieur à 2 μm . Par le terme « substantiellement », on entend ici moins de 10%, avantageusement moins de 5%, exprimé en poids du liant.

Selon un premier mode de réalisation, le coulis de ciment peut être préparé en introduisant dans un malaxeur l'eau, l'agent réducteur d'eau, les éventuels autres adjuvants, et éventuellement le sel minéral. Le liant L, ainsi qu'éventuellement tous les autres matériaux sous forme de poudre, est ensuite introduit dans le malaxeur. La pâte
5 obtenue est malaxée pour obtenir un coulis de ciment.

De préférence, le coulis de ciment est maintenu sous agitation, par exemple avec une pâle défloculeuse, la vitesse de la pâle pouvant varier de 1500 tours / minute à 400 tours / minute en fonction du volume de coulis pendant toute la durée du procédé de fabrication de la mousse minérale selon l'invention.

10 Selon un deuxième mode de réalisation, le coulis de ciment peut être préparé en introduisant une partie de l'eau ainsi que l'agent réducteur d'eau, éventuellement d'autres adjuvants, puis le liant L, et ensuite les autres composés, y compris éventuellement le sel minéral.

Selon un troisième mode de réalisation, le coulis de ciment peut être préparé en
15 introduisant dans un malaxeur le liant L, et éventuellement tous les autres matériaux sous forme de poudre. Le liant L et les poudres peuvent être malaxés pour obtenir un mélange homogène. L'eau, l'agent réducteur d'eau, les éventuels autres adjuvants, éventuellement le sel minéral sont ensuite introduits dans le malaxeur.

Selon un quatrième mode de réalisation, le coulis de ciment peut être généré de
20 façon continue en ayant préalablement réalisé un mélange de l'eau avec l'agent réducteur d'eau et les éventuels autres adjuvants, éventuellement le sel minéral.

La mousse aqueuse peut être réalisée en mettant en contact de l'eau et un agent moussant, puis en y introduisant un gaz. Ainsi la mousse aqueuse comprend de l'eau et
25 un agent moussant. Ce gaz est de préférence de l'air. La quantité d'agent moussant est généralement comprise entre 0,5 et 7,0% en masse de matière sèche d'agent moussant par rapport à la masse d'eau, de préférence de 1,5% à 5,5%. L'introduction d'air peut se faire par agitation, par bullage ou par injection sous pression. De préférence, la mousse aqueuse peut être réalisée à l'aide d'un mousser turbulent (lit de billes de verre par
30 exemple). Ce type de mousser permet d'introduire de l'air sous pression dans une solution aqueuse comprenant un agent moussant.

De préférence, la mousse aqueuse peut être générée de façon continue.

De préférence l'agent moussant est un dérivé organique de protéines d'origine animale (par exemple, l'agent moussant nommé Propump26, poudre de kératine
35 hydrolysée, vendue par la société Propump) ou végétale. Les agents moussants peuvent aussi être des tensio-actifs cationiques (par exemple cetyltriméthylammonium CTAB),

anioniques, amphotériques (par exemple cocoamidopropyl bétaine CAPB), ou encore non ioniques, ou leurs mélanges.

- 5 D'autres additifs peuvent être ajoutés soit dans le coulis de ciment soit dans la mousse aqueuse. De tels additifs peuvent par exemple être un agent épaississant, un agent viscosant, un retardateur, un inertant des argiles, des pigments, des colorants, des billes de verre creuses, des agents filmogènes, des agents hydrophobes ou dépolluants (comme par exemple des zéolithes ou du dioxyde de titane), des latex, des fibres organiques ou minérales, des additions minérales ou leurs mélanges.
- 10 De préférence, les additifs utilisés ne comprennent pas d'agent anti-mousse.

La mise en contact du coulis de ciment avec la mousse aqueuse pour obtenir une mousse minérale fraîche peut se faire par tout moyen et par exemple à l'aide d'un mélangeur statique.

- 15 Selon un mode de réalisation plus particulier, le coulis de ciment est pompé selon un débit volumique constant fonction de la composition de la mousse minérale fraîche cible.

- 20 Puis le coulis de ciment est mis en contact avec la mousse aqueuse déjà mise en circulation dans le circuit du procédé. La mousse minérale fraîche selon l'invention est alors générée, un sel minéral ou un mélange de sels minéraux est de manière optionnelle ajouté.

- 25 Selon un mode de réalisation préféré, le sel minéral ou le mélange de sels minéraux est ajouté à la mousse minérale fraîche juste après que le mélange du coulis de ciment et la mousse aqueuse. Ce sel peut être choisi parmi un sel de calcium, un sel alcalin et leurs mélanges. De manière préférentielle, le sel de calcium est un hydroxyde de calcium. De manière préférentielle, le sel alcalin est choisi parmi un sel de sodium, un sel de lithium et leurs mélanges, encore plus préférentiellement le sel alcalin est choisi parmi un carbonate de sodium, un carbonate de lithium, un sulfate de lithium, un sulfate de sodium et leurs mélanges.

- 30 La teneur totale en sel minéral, que celui soit ajouté dans le coulis de ciment, dans la mousse minérale fraîche ou dans les deux, varie avantageusement de 0,2% à 8,0% en poids, plus avantageusement de 0,5% à 6,0% en poids, par rapport au poids du liant.

La mousse minérale fraîche est mise en forme et laissée jusqu'à ce que la prise s'effectue.

Avantageusement, le procédé selon l'invention ne nécessite pas d'étape d'autoclave, ni d'étape de cure, ni d'étape de traitement thermique, par exemple à 60-80°C afin d'obtenir une mousse minérale selon l'invention.

La mousse minérale selon l'invention peut être préfabriquée ou directement
5 préparée sur un chantier en installant un système de moussage sur place.

La mousse minérale selon l'invention peut être préparée de manière continue ou en batch.

Dans un procédé continu de préparation de la mousse minérale, tous les
constituants solides de la mousse minérale ainsi que l'eau, contenant de manière
10 optionnelle les adjuvants chimiques, sont acheminés à un mélangeur, par exemple un
mélangeur statique. Les débits des solides et des liquides sont ajustés de telle manière à
obtenir le rapport E/L souhaité.

Dans un procédé par batch, tous les constituants solides du coulis et les
composants liquides du coulis sont introduits dans un malaxeur et mélangés jusqu'à
15 obtenir un coulis homogène. Une mousse aqueuse est préparée par ailleurs, et mélangée
avec précaution avec le coulis de ciment dans le malaxeur de manière à obtenir une
mousse minérale fraîche.

De manière préférentielle, la mousse minérale est préparée de manière continue.

20 Selon l'invention, la mousse minérale, comprenant éventuellement le sel minéral,
est avantageusement caractérisé par un temps de prise compris entre 0,5 et 5 heures. La
mousse minérale fraîche est suffisamment stable pour permettre l'emploi de liants ayant
des temps de prise supérieurs à 30 minutes.

Si besoin, le liant L, et ainsi que la mousse minérale, peut également avoir un
25 temps de prise immédiat.

Un objet de l'invention est également une mousse minérale fraîche, qui peut être
obtenue à l'étape (ii) du procédé selon l'invention.

La présente invention a également pour objet une mousse minérale susceptible
30 d'être obtenue par le procédé selon l'invention.

De préférence, la mousse minérale selon l'invention présente une densité à l'état
sec comprise de 20 à 300 kg/m³, plus préférentiellement de 30 à 200 kg/m³, encore plus
préférentiellement de 40 à 150 kg/m³. Il est à noter que la densité de la mousse minérale
fraîche (densité humide) diffère de la densité de la mousse minérale (densité de matériau
35 durci et sec).

De préférence, la mousse minérale selon l'invention présente donc une très faible conductivité thermique. Ainsi, la mousse minérale selon l'invention présente avantageusement une conductivité thermique comprise de 0,030 à 0,150 W/(m.K), de préférence de 0,032 à 0,100 W/(m.K) et plus préférentiellement de 0,035 à 0,0550 W/(m.K), la marge d'erreur étant de $\pm 0,4$ mW/(m.K).

Diminuer la conductivité thermique des matériaux de construction est hautement désirable puisqu'elle permet d'obtenir une économie d'énergie de chauffage dans les immeubles d'habitation ou de travail. De plus la mousse minérale selon l'invention permet d'obtenir de bonnes performances d'isolation sur de faibles épaisseurs et donc de préserver les surfaces et volumes habitables. La conductivité thermique (encore appelée lambda (λ)) est une grandeur physique caractérisant le comportement des matériaux lors du transfert de chaleur par conduction. La conductivité thermique représente la quantité de chaleur transférée par unité de surface et par une unité de temps sous un gradient de température. Dans le système international d'unités, la conductivité thermique est exprimée en watts par mètre kelvin (W/(m.K)). Les bétons classiques ou traditionnels ont une conductivité thermique entre 1,3 et 2,1 mesurée à 23°C et 50% d'humidité relative.

Avantageusement, la mousse minérale selon l'invention présente une très bonne résistance au feu.

L'invention se rapporte également à un élément de construction comprenant une mousse minérale selon l'invention.

L'utilisation de la mousse minérale selon l'invention dans le domaine de la construction est également un objet de l'invention. Par exemple la mousse minérale selon l'invention peut être utilisée pour couler des murs, planchers, toitures pendant un chantier. Il est aussi envisagé de réaliser des éléments préfabriqués en usine de préfabrication à partir de la mousse selon l'invention tels que des blocs, des panneaux.

L'invention se rapporte également à l'utilisation de la mousse minérale selon l'invention comme matériau isolant, en particulier comme isolant thermique ou phonique.

Avantageusement, la mousse minérale selon l'invention permet de remplacer dans certains cas la laine de verre, la laine minérale ou les isolants en polystyrène et le polyuréthane.

Avantageusement, la mousse minérale selon l'invention peut être utilisée en comblement ou remplissage d'un espace vide ou creux d'un bâtiment, d'un mur, d'une cloison, d'un bloc de maçonnerie par exemple un parpaing, d'une brique, d'un sol ou d'un plafond. De tels matériaux ou éléments de constructions composites comprenant la

mousse minérale selon l'invention sont également des objets de l'invention en tant que telle.

Avantageusement, la mousse minérale selon l'invention peut être utilisée comme revêtement de façade par exemple pour isoler un bâtiment par l'extérieur. Dans ce cas, la
5 mousse minérale selon l'invention pourra être enduite d'un enduit de finition ou encore recouverte d'un bardage.

L'invention a également pour objet un dispositif comprenant la mousse minérale selon l'invention. La mousse peut être présente dans le dispositif comme matériau isolant. Le dispositif selon l'invention est avantageusement capable de résister ou diminuer les
10 transferts d'air et thermohydriques, c'est-à-dire que cet élément possède une perméabilité contrôlée aux transferts d'air, d'eau sous forme de vapeur ou de liquide.

Exemples

Sauf indication contraire, tous les pourcentages sont exprimés en poids du liant total de la mousse minérale ou du coulis de ciment.

15 Matériaux utilisés

Quatre liants ont été testés:

- Le liant L1 comprenant 50% de ciment alumineux CAC (Ciment Fondu fourni par Kerneos), 25% de sulfate de calcium (gypse naturel) et 25% de ciment Portland (CEM I 52.5 N Le Havre)
- 20 - Le liant L2 comprenant un mélange de 55% de ciment sulfoalumineux C\$A (Binder 32 fourni par Oreworld Trade) et 45% de gypse naturel
- Le liant L3 comprenant un mélange de 42% de ciment sulfoalumineux C\$A (Binder 32 fourni par Oreworld Trade), 35% de gypse naturel et 23% de ciment Portland (CEM I 52.5 R Le Teil)
- 25 - Le liant L4 comprenant un mélange de 68% de ciment sulfoalumineux bélitique et 32% de gypse.

Caractéristiques du liant L1

Les compositions chimiques et minéralogiques du liant L1 sont détaillées dans les tableaux ci-dessous. Par ailleurs, le liant L1 présente un D50 mesuré par granulométrie
30 laser de 14,5 µm.

SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	CaO %	MgO %	K ₂ O %	Na ₂ O %	SO ₃ %	TiO ₂ %	Mn ₂ O ₃ %	P ₂ O ₅ %	Cr ₂ O ₃ %
8,2	17,0	7,1	41,9	1,0	0,2	0,07	15,1	0,8	0,05	0,08	0,06

Tableau 2 : Composition chimique du liant L1 exprimée en oxyde et mesurée par fluorescence X

Une analyse qualitative du liant L1 montre que ce liant contient du C2S, du C3S du C4AF, du C3A, du CA, et du C2A.

5

Le CEM I 52.5 Le Havre a pour composition minéralogique:

C3A %	C4AF %	C3S %	C2S %
10,3	7,6	57,2	15,4

Tableau 3 : Composition minéralogique du CEM I 52.5N Le Havre utilisé dans le liant L1 calculée selon la méthode Bogue

10

Caractéristiques du liant L2 et L3

Les caractéristiques chimiques et minéralogiques du ciment sulfo-alumineux C\$A utilisé dans les liants L2 et L3 sont détaillées dans les tableaux ci-dessous.

SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	CaO %	MgO %	K ₂ O %	SO ₃ %	TiO ₂ %	P ₂ O ₅ %
8,7	33,6	1,9	42,8	1,9	0,4	8,8	1,5	0,1

15 Tableau 4 : Composition chimique du C\$A utilisé dans les liants L2 et L3 exprimée en oxyde et mesurée par fluorescence X

C2S %	C4A3\$ %	C2A %	C4AF %
22,7	65,2	1,3	1,9

Tableau 5 : Composition minéralogique du C\$A utilisé dans les liants L2 et L3 mesurée par diffraction rayons-X

20

Les caractéristiques chimiques et minéralogiques du CEM I 52.5R Le Teil utilisé dans le liant L3 sont détaillées dans les tableaux ci-dessous.

SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	CaO %	MgO %	K ₂ O %	SO ₃ %	TiO ₂ %	P ₂ O ₅ %
20,3	4,3	2,5	64,6	1,1	0,1	3,4	0,2	0,2

Tableau 6 : Composition chimique du CEM I 52.5R Le Teil \$A utilisé dans les liants L3 exprimée en oxyde et mesurée par fluorescence X

25

C3A	C4AF	C3S	C2S
7,3	7,5	63,0	10,2

Tableau 7 : Composition minéralogique du CEM I 52.5R Le Teil utilisé dans le liant L3 mesurées calculée selon la méthode Bogue

Caractéristiques du liant L4

- 5 Les caractéristiques du ciment sulfoalumineux bélitique utilisé dans le liant L4 sont détaillées dans les tableaux ci-dessous.

SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	CaO %	MgO %	K ₂ O %	Na ₂ O %	SO ₃ %	TiO ₂ %	Mn ₂ O ₃ %	P ₂ O ₅ %
12,12	27,44	5,23	45,77	0,35	0,34	0,03	7,83	0,59	0,05	0,06

Tableau 8 : Composition chimique du ciment sulfoalumineux bélitique utilisé dans le liant L4 exprimée en oxyde et mesurée par fluorescence X

10

C2S	C4A3\$	C2A	C4AF
40,2	46,2	1,2	7,6

Tableau 9 : Composition minéralogique du ciment sulfoalumineux bélitique utilisé dans le liant L4 mesurée par diffraction rayons X

- 15 Les essais peuvent inclure différents mélanges de sels, ajoutés à l'étape (iii) de la méthode décrite ci-dessus. Les sels testés dans cadre des exemples sont des sels d'hydroxyde de calcium, de carbonate de sodium, de carbonate de lithium et de sulfate de lithium, utilisés seuls ou en combinaison.

Méthodes et essais

Le rapport E/L du coulis utilisé dans les exemples est compris entre 0,31 et 0,33.

- 20 L'agent réducteur d'eau des coulis utilisé dans les exemples est un superplastifiant produit par Mapei à base de polycarboxylates produit spécialement pour ces mousses minérales. Ce superplastifiant ne contient pas d'agent anti-mousse.

Mesure des temps de prise

- 25 Les temps de prise sont estimés par maturométrie. Le principe consiste à préparer une mousse minérale comme décrit ci-dessous et de mesurer sa température en fonction du temps. Les réactions d'hydratation d'un liant hydraulique sont en effet exothermiques, et l'analyse de l'évolution de la température d'un échantillon est connue pour être corrélée

aux temps de prise, c'est-à-dire le temps où la mousse minérale passe d'un état fluide à un état solide.

Un échantillon 1 L de mousse minérale est préparé et placé dans un moule polystyrène 10*10*10 cm, et un thermocouple est inséré dans la mousse minérale, permettant la
5 mesure de la température en fonction du temps. Le temps de début de prise est obtenu par l'intersection de la ligne de base, c'est la température de la mousse minérale avant que les réactions exothermiques débutent, et la tangente à la courbe de température. La figure 1 explicite le mode de calcul.

Cette méthode donne une estimation des temps de prise.

10 **Mesure de la densité de la mousse aqueuse et de la mousse minérale fraîche**

La densité fraîche de la mousse aqueuse et de la mousse minérale est mesurée simplement en remplissant un cylindre de 11x22 cm ayant de fait un volume fixe constant connu avec la mousse. La masse de la mousse est mesurée et la densité est le ratio entre la masse de mousse nécessaire pour remplir le cylindre et le volume du cylindre.

15 La densité de la mousse minérale fraîche, alors humide, est mesurée entre 1 et 5 minutes après sa production.

Pour mesurer la densité de la mousse minérale sèche, un cylindre de 11x22 cm est préalablement rempli avec un échantillon de mousse minérale fraîche. Cet échantillon est ensuite stocké dans une enceinte à 50% d'humidité relative et sa masse est mesurée
20 régulièrement. Lorsque cette masse ne varie plus, l'eau résiduelle est considérée comme étant évaporée, la mousse minérale est alors sèche, et cette valeur est utilisée pour calculer la densité de la mousse minérale sèche.

Méthode de mesure du retrait

La mesure du retrait est effectuée selon la norme NF P15-433 de février 1994, sur
25 prismes 4x4x16 pourvus d'inserts aux extrémités, en atmosphère contrôlée 20+/-1°C et 50+/-5% d'humidité relative.

Méthode de mesure des résistances mécaniques

Les résistances mécaniques sont mesurées selon le protocole décrit dans la norme NF EN 826 de mai 2013 « Produits isolants thermiques destinés aux applications du bâtiment
30 - Détermination du comportement en compression ».

Mesure des temps de prise obtenus avec le liant L1

Les essais 1, 2, 3, 4 et 5 détaillés dans le tableau ci-dessous ont permis d'obtenir des mousses minérales stables à l'état frais comme durci, contenant une répartition homogène de bulles fines, et ayant des temps de prise inférieurs à compris entre 2h30 et 5 heures pour les essais 1 à 4. Si besoin, l'invention permet également d'obtenir des mousses minérales stables à l'état frais comme durci ayant un temps de prise immédiat, tel que le montre le système de l'essai 5.

Par ailleurs, les résultats sont bons et comparables quel que soit le sel minéral utilisé.

No. Essai	Liant	Sel minéral	Densité de la mousse aqueuse (en kg/m ³)	Densité fraîche de la mousse minérale obtenue (en kg/m ³)	Temps de prise
1	L1	Ca(OH) ₂ à 1,0%	45	110	4h
2	L1	Ca(OH) ₂ à 1,0% + Na ₂ CO ₃ à 0,02%	45	110	4h30min
3	L1	Ca(OH) ₂ à 1,0% + Na ₂ CO ₃ à 0,05%	45	110	3h
4	L1	Ca(OH) ₂ à 1,0% + Li ₂ SO ₄ à 0,02%	45	110	2h30min
5	L1	Ca(OH) ₂ à 1,0% + Li ₂ SO ₄ à 0,05%	45	110	Immédiat

10 Tableau 10

Mesure des temps de prise obtenus avec les liants L2 et L3

Les essais 6 et 7 détaillés dans le tableau ci-dessous ont permis d'obtenir des mousses minérales stables à l'état frais comme durci, contenant une répartition homogène de bulles fines, et ayant des temps de prise courts, c'est-à-dire inférieurs à 1 heure.

15 Par ailleurs, les résultats sont positifs et comparables quel que soit le système d'accélération utilisé. Le liant L3 sans sel minéral permet aussi d'atteindre de bonnes performances. Ce résultat peut être expliqué par le fait que liant L3 contient un ciment Portland réactif (CEM I 52.5R): il n'est alors pas nécessaire d'ajouter de sel minéral tel que Ca(OH)₂ par ailleurs.

20

No. Essai	Liant	Sel minéral	Densité de la mousse aqueuse (en kg/m ³)	Densité fraîche de la mousse minérale obtenue (en kg/m ³)	Temps de prise
6	L2	Ca(OH) ₂ à 4,0%	45	110	20 min
7	L3	Aucun	45	110	Immédiat

Tableau 11

Mesure du retrait de liants en présence de sel minéral

Les retraits ont été mesurés avec trois systèmes liants accélérés et différentes densités et sont regroupés dans le tableau ci-dessous.

Les valeurs de retrait mesurées sont dans l'ensemble inférieures à celles obtenues avec un ciment Portland, qui sont de l'ordre de 5000 à 6000 $\mu\text{m/m}$.

Les résultats obtenus sont très satisfaisants avec tous les liants L1 ou L3. Les résultats obtenus avec les liants L2 ou L4 sont acceptables et restent inférieurs aux retraits d'un ciment Portland.

La présence d'au moins un sel minéral a une influence sur le retrait. Dans le cas du liant L3, l'ajout de Ca(OH)_2 à 1,0% réduit le retrait à densité égale. Avec le liant L4, Li_2CO_3 et Li_2SO_4 donnent exactement les mêmes performances de retrait. Pour le liant L2 ou L4, le retrait est moins important en présence de Ca(OH)_2 .

Le retrait est considéré comme très satisfaisant lorsqu'il est inférieur à 1000 $\mu\text{m/m}$ pour une mousse minérale ayant une densité inférieure à 150 kg/m^3 . Les résultats du tableau ci-dessous montrent que tous les liants testés, hormis L2, sont performants lorsque Ca(OH)_2 est utilisée à un dosage 1,0%. Lorsque le Ca(OH)_2 est combinée avec Na_2CO_3 à 0,02%, les valeurs de retrait mesurées avec les liants L1 et L3 sont particulièrement basses.

No. essai	Liant	Sel minéral	Densité sèche de la mousse minérale obtenue (en kg/m^3)	Retrait (en $\mu\text{m/m}$)
8	L1	Ca(OH)_2 à 1,0%	63	600
9	L1	Ca(OH)_2 à 1,0%	134	850
10	L1	Ca(OH)_2 à 1,0%	262	1200
11	L1	Ca(OH)_2 à 1,0% et Na_2CO_3 à 0,02%	62	400
12	L1	Ca(OH)_2 à 1,0% et Na_2CO_3 à 0,02%	140	750
13	L1	Ca(OH)_2 à 1,0% et Li_2CO_3 à 0,05%	63	720
14	L1	Ca(OH)_2 à 1,0% et Li_2SO_4 à 0,05%	63	720
15	L2	Ca(OH)_2 à 4,0%	63	1280
16	L2	Ca(OH)_2 à 4,0%	130	1900
17	L2	Ca(OH)_2 à 4,0%	230	2070
18	L3	Aucun	70	760
19	L3	Ca(OH)_2 à 1,0%	70	540

Tableau 12 : Résultats de retrait des liants L1, L2 et L3 en présence de sel minéral ou non, en fonction de la densité de la mousse.

Mesure des résistances mécaniques de différents liants

- Le tableau ci-dessous récapitule les résistances mécaniques mesurées avec des liants L2 ou L3, tous deux à base de C\$A et de sulfate de calcium. Dans l'ensemble, les résistances obtenues sont faibles mais restent acceptables pour les applications en isolation thermique. L'utilisation d'un sel minéral a par ailleurs un effet positif, comme le montre le point comparatif mesuré avec le liant L3.

No. Essai	Liant	Sel minéral	Densité sèche de la mousse minérale obtenue (en kg/m ³)	Résistance mécanique en compression (MPa) à 14 jours (norme NF EN 826)
20	L2	Ca(OH) ₂ à 4,0%	63	200 x 10 ⁻⁴
21	L2	Ca(OH) ₂ à 4,0%	130	1000 x 10 ⁻⁴
22	L2	Ca(OH) ₂ à 4,0%	230	3500 x 10 ⁻⁴
23	L3	Aucun	70	360 x 10 ⁻⁴
24	L3	Ca(OH) ₂ à 1,0%	70	510 x 10 ⁻⁴
25	L3	Ca(OH) ₂ à 1,0%	85	760 x 10 ⁻⁴
26	L3	Ca(OH) ₂ à 1,0%	100	840 x 10 ⁻⁴

Tableau 13 : Résultats de résistances mécaniques des liants L2 et L3 en présence de sel minéral ou non, en fonction de la densité de la mousse.

10 Résultats d'acquisition de résistances mécaniques dans les premières heures

- Différentes mousses minérales ayant une densité fraîche de 110 kg/m³ ont été produites avec les liants L1 et L4 avec un sel minéral, ici de l'hydroxyde de calcium. A titre de comparaison, une mousse minérale à base de CEM I et avec un sel de sulfate d'aluminium, ayant également une densité fraîche de 110 kg/m³, a aussi été produite.

- La figure 2 rassemble les résultats mesurés, exprimés en pourcentage de la valeur maximale mesurée. Elle montre que les mousses minérales à base de C\$A acquièrent leur résistance mécanique en un temps court, de l'ordre de 6 à 8 heures après que la mousse minérale a été produite. En comparaison, la mousse minérale produite à base de ciment Portland et de sulfate d'aluminium développe ses résistances mécaniques bien plus lentement.

No. essai	Liant et sel minéral	Résistance en compression mesurée à 1 jour (en MPa)	Résistance en compression mesurée à 7 jours (en MPa)
27	L4 + 2% Ca(OH)_2	152×10^{-4}	215×10^{-4}
28	L1 + 1% Ca(OH)_2 + 0,02% Li_2CO_3	140×10^{-4}	99×10^{-4}
29	L1 + 1% Ca(OH)_2 + 0,05% Li_2CO_3	135×10^{-4}	112×10^{-4}
30	L1 + 1% Ca(OH)_2 + 0,02% Na_2CO_3	230×10^{-4}	184×10^{-4}
31	L1 + 1% Ca(OH)_2 + 0,05% Na_2CO_3	63×10^{-4}	83×10^{-4}
33	Ciment Portland + 0,5% Al_2SO_4	$83,5 \times 10^{-4}$	226×10^{-4}

Tableau 14 : Résultats de résistances mécaniques des liants L1 et L4 en présence de sels ou non, en fonction de la densité de la mousse.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une mousse minérale comprenant les étapes suivantes :
- (i) préparer indépendamment une mousse aqueuse et un coulis de ciment, le coulis de ciment comprenant de l'eau E, un liant L, un agent réducteur d'eau, le liant étant caractérisé par:
- une teneur en phases aluminates comprise entre 25 et 60% du poids du liant,
 - une teneur en Al_2O_3 totale comprise entre 10 et 30 % du poids du liant,
 - une teneur en CaO comprise entre 18 et 50% du poids du liant
- (ii) mélanger de manière continue le coulis de ciment obtenu avec la mousse aqueuse pour obtenir une mousse minérale fraîche de manière continue ; et
- (iii) mettre en forme la mousse minérale obtenue à l'étape (ii) et laisser la prise s'effectuer.
2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel le rapport des teneurs massiques CaO/ Al_2O_3 est compris entre 1,0 et 3,0.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel dans le liant L la teneur en phases aluminates est comprise entre 25 et 55%, préférentiellement entre 26 et 50% du poids du liant.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel dans le liant L la teneur en Al_2O_3 totale est comprise entre 11 et 25% du poids du liant.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel dans le liant L la teneur en CaO est comprise entre 20 et 45% du poids du liant, préférentiellement entre 25 et 45% du poids du liant, plus préférentiellement entre 30 et 45% du poids du liant.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le rapport massique eau/liant, E/L, du coulis est compris entre 0,25 à 0,40, de manière préférentielle compris entre 0,28 à 0,38, et de manière encore plus préférentielle compris entre 0,29 à 0,35.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les phases d'aluminates comprennent au moins une phase aluminat de calcium choisie parmi l'aluminat monocalcique (CA), l'aluminat dicalcique (C2A), l'aluminat tricalcique (C3A), le ferro-aluminat tétracalcique (C4AF) et leurs mélanges.
- 5 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les phases d'aluminates comprennent au moins une phase Yeelemite (C4A3\$).
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le liant
10 comprend également d'autres phases choisies parmi l'alite (C3S), la bélite (C2S) et leurs mélanges.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel un sel minéral, choisi parmi un sel de calcium, un sel alcalin et leurs mélanges, est ajouté au
15 coulis de ciment de l'étape (i) ou dans la mousse minérale fraîche obtenue à l'étape (ii).
11. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel le sel de calcium est un hydroxyde de calcium et le sel alcalin est choisi parmi un sel de lithium, un sel de sodium et leurs mélanges, avantageusement le sel de lithium est choisi parmi un carbonate de
20 lithium, un sulfate de lithium et leurs mélanges et le sel de sodium est choisi parmi un carbonate de sodium, un sulfate de sodium, et leurs mélanges.
12. Mousse minérale, susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, ayant une densité à l'état sec compris allant de 20 à 300
25 kg/m³, comprenant des phases aluminates.
13. Élément de construction comprenant une mousse minérale selon l'une quelconque des revendications 11 à 12.
- 30 14. Utilisation de la mousse minérale selon l'une quelconque des revendications 11 à 12 comme matériau isolant, en particulier comme isolant thermique.

1/2

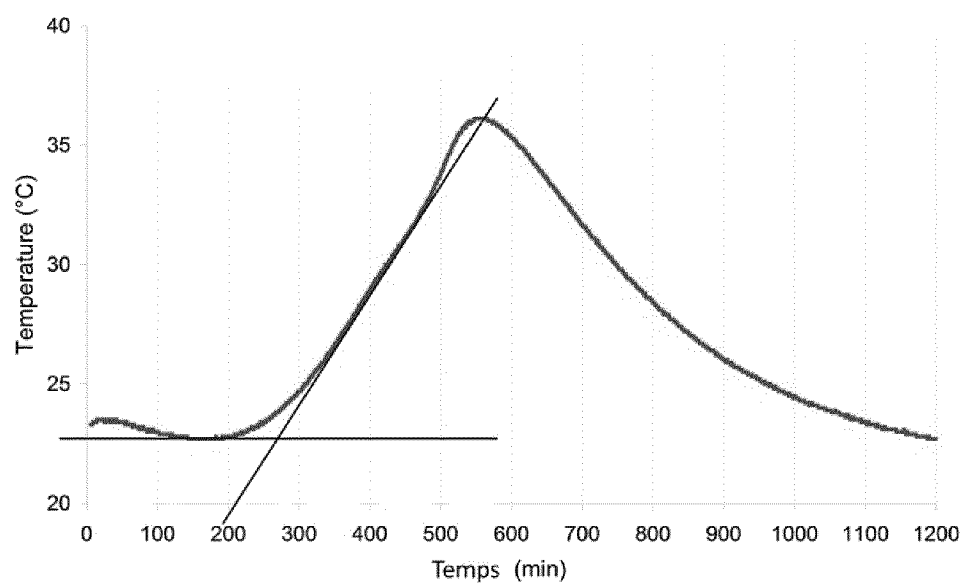


Fig. 1

2/2

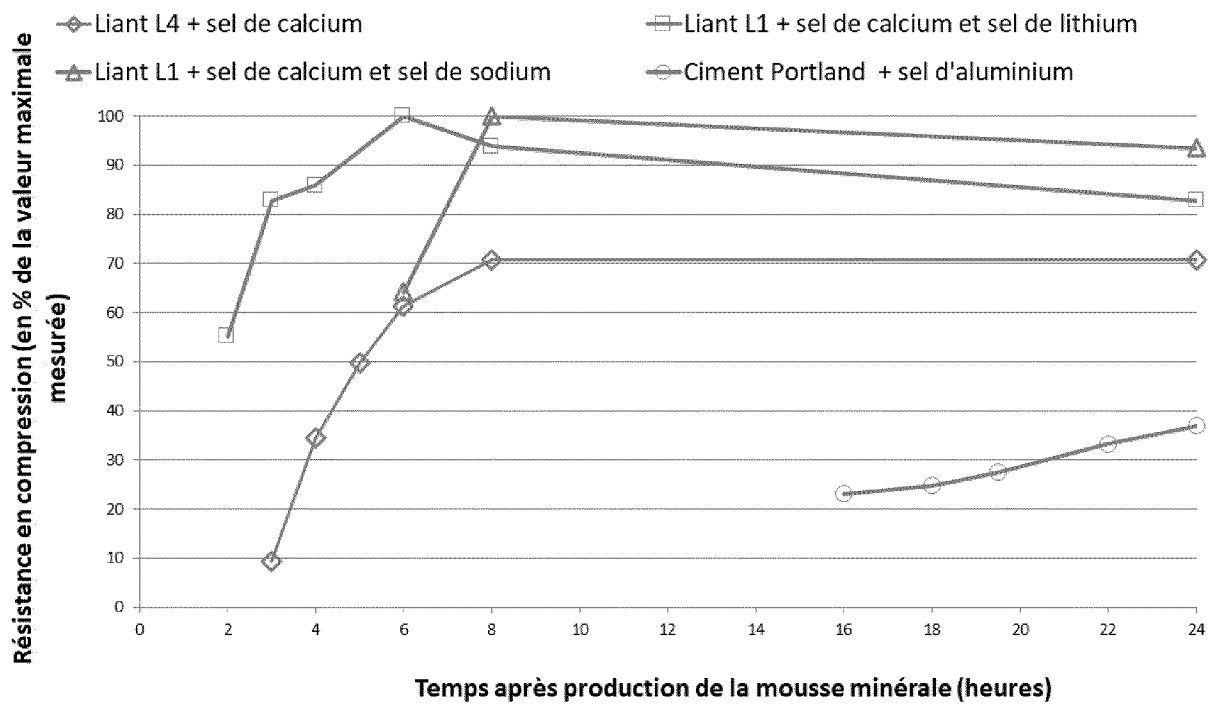


Fig. 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2019/072900**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER****C04B 28/06**(2006.01)i; **C04B 28/14**(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2015104466 A1 (GREENMADE DEV LTD [CN]; DUMOULIN EDOUARD [FR]) 16 July 2015 (2015-07-16) page 39, line 9; claims 1-29; examples 1,2	1-14
Y	WO 2013131583 A1 (PAREXLANKO [FR]; DANTIN VERONIQUE [FR] ET AL.) 12 September 2013 (2013-09-12) claims 1-17; examples III.2,III.3,III.4	1-14
Y	WO 2016156761 A1 (LAFARGE SA [FR]) 06 October 2016 (2016-10-06) claims 1-11; examples 1-4	1-14

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 September 2019

Date of mailing of the international search report

20 September 2019

Name and mailing address of the ISA/EP

European Patent Office
p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk
Netherlands

Telephone No. (+31-70)340-2040

Facsimile No. (+31-70)340-3016

Authorized officer

Burtan, M

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2019/072900

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	2015104466	A1	16 July 2015	NONE			
WO	2013131583	A1	12 September 2013	AR	086627	A1	08 January 2014
				AU	2012372512	A1	25 September 2014
				AU	2016277589	A1	12 January 2017
				CN	104159866	A	19 November 2014
				EP	2822911	A1	14 January 2015
				US	2014371351	A1	18 December 2014
				WO	2013131583	A1	12 September 2013
WO	2016156761	A1	06 October 2016	FR	3034415	A1	07 October 2016
				WO	2016156761	A1	06 October 2016

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2019/072900

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C04B28/06 C04B28/14 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C04B		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	WO 2015/104466 A1 (GREENMADE DEV LTD [CN]; DUMOULIN EDOUARD [FR]) 16 juillet 2015 (2015-07-16) page 39, ligne 9; revendications 1-29; exemples 1,2 -----	1-14
Y	WO 2013/131583 A1 (PAREXLANKO [FR]; DANTIN VERONIQUE [FR] ET AL.) 12 septembre 2013 (2013-09-12) revendications 1-17; exemples III.2, III.3, III.4 -----	1-14
Y	WO 2016/156761 A1 (LAFARGE SA [FR]) 6 octobre 2016 (2016-10-06) revendications 1-11; exemples 1-4 -----	1-14
☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 11 septembre 2019		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 20/09/2019
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Burtan, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2019/072900

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2015104466	A1	16-07-2015	AUCUN	

WO 2013131583	A1	12-09-2013	AR 086627 A1	08-01-2014
			AU 2012372512 A1	25-09-2014
			AU 2016277589 A1	12-01-2017
			CN 104159866 A	19-11-2014
			EP 2822911 A1	14-01-2015
			US 2014371351 A1	18-12-2014
			WO 2013131583 A1	12-09-2013

WO 2016156761	A1	06-10-2016	FR 3034415 A1	07-10-2016
			WO 2016156761 A1	06-10-2016
