



THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par *l'Université Toulouse III – Paul Sabatier*
Discipline ou spécialité : *Génie Civil*

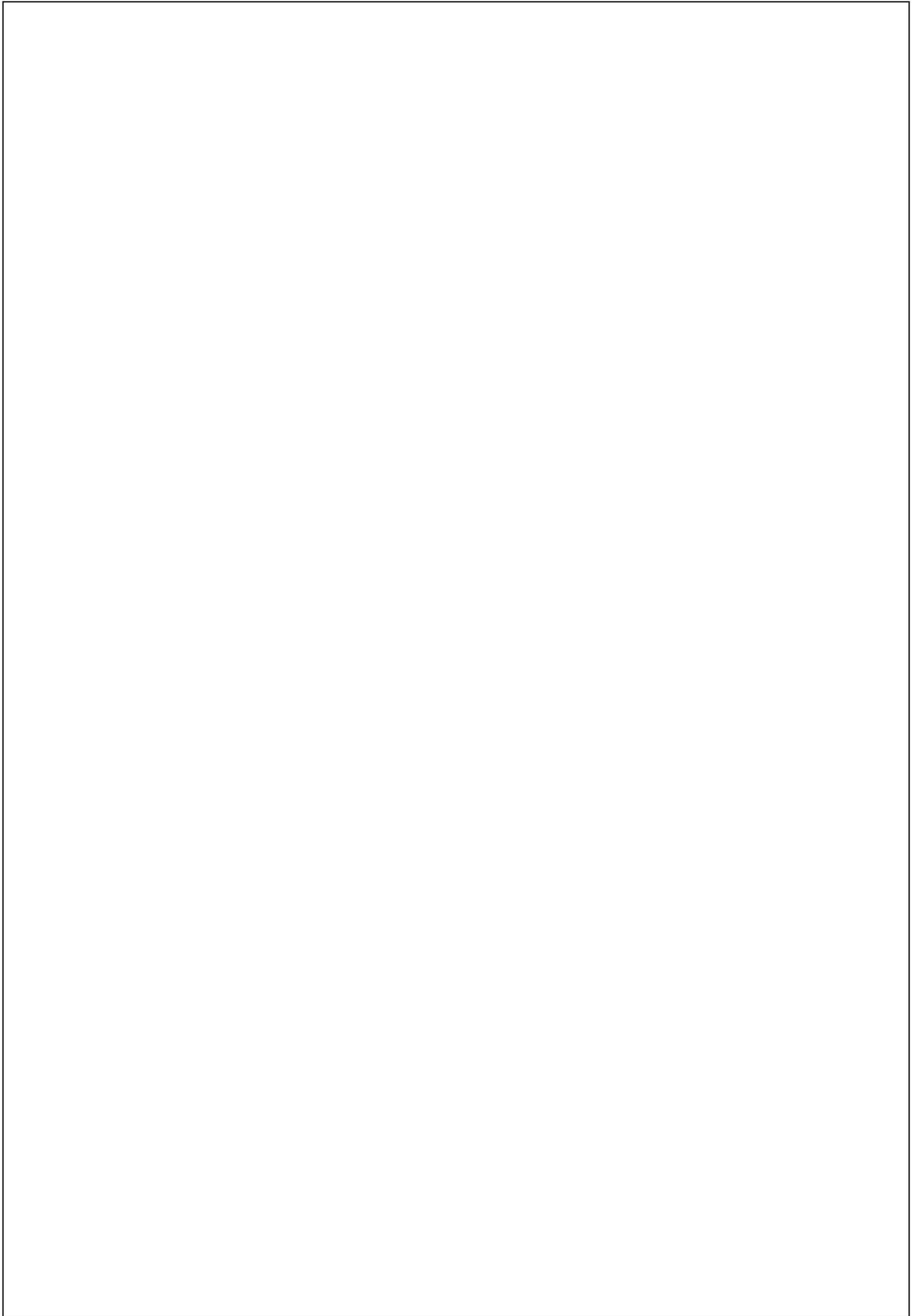
Présentée et soutenue par *M. Nicot Pierre*
Le 7 octobre 2008

Titre : *Interactions mortier-support : éléments déterminants des performances et de l'adhérence d'un mortier*

JURY

<i>M. Ait-Moktar Karim</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>M. Courard Luc</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>M. Escadeillas Gilles</i>	<i>Examineur</i>
<i><u>M. Détriché Charles-Henri</u></i>	<i>Examineur</i>
<i><u>M. Balayssac Jean-Paul</u></i>	<i>Examineur</i>
<i>M. Deves Olivier</i>	<i>Examineur</i>
<i>M. Ruot Bertrand</i>	<i>Examineur</i>

Ecole doctorale : *Mécanique Energétique Génie civil Procédés*
Unité de recherche : *LMDC*



REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier le Centre Scientifique et Technique du Bâtiment, ainsi que les membres du Consortium d'Etude pour la Recherche des Mortiers qui ont permis de mener cette thèse. Je remercie en particulier Bertrand Ruot et Olivier Devès pour leurs remarques et les échanges que nous avons eus.

Je tiens également à remercier les membres du Laboratoire Matériaux Durabilité des Constructions. J'exprime ma reconnaissance aux professeurs Ginette Arliguie et Gilles Escadeillas, directeurs successifs du laboratoire, pour m'avoir accueilli dans leurs équipes. J'exprime mes sincères remerciements à mes deux encadrants Charles-Henri Détriché et Jean-Paul Balayssac en particulier à Jean-Paul qui a toujours répondu à mes interrogations et aux problèmes divers (matériels entre autres). Sa capacité de réponse et sa gentillesse ont été d'un soutien très important pour moi.

Je remercie vivement les Professeurs Karim Ait-Moktar et Luc Courard d'avoir assumé le rôle de rapporteur.

Je remercie également Simone Julien pour son aide au niveau du MEB et des caractérisations chimiques, ainsi que Guillaume Lambaré pour son aide au niveau des analyses thermogravimétriques. Je voudrais aussi remercier le personnel de la partie « Transfert » du LMDC, en particulier Frédéric et Raphaël. Le personnel technique a également contribué à la réalisation des manipulations par leurs explications et l'entretien du matériel. Je tiens à remercier particulièrement Bernard Attard et René Coujou qui, lorsque l'on a besoin d'aide ou de matériel, sont toujours présents.

Je voudrais évidemment remercier mes collègues et amis, en particulier, Franck, Laurie, Marie, Mathieu, Laurent et Jean-Chills.

Enfin, je remercie ma famille pour son soutien et pour m'avoir permis d'arriver à ce niveau de compétences. Pour terminer, je tiens à remercier Delphine pour son accompagnement à tous les niveaux tout le long de la thèse.

AUTEUR : Pierre Nicot

TITRE : Interactions mortier-support : éléments déterminants des performances et de l'adhérence d'un mortier

DIRECTEURS DE THESE : Charles-Henri Détriché et Jean-Paul Balayssac

LIEU ET DATE DE SOUTENANCE : Toulouse, le 7/10/08

RESUME

Au cours des 40 dernières années, les mortiers sont devenus de plus en plus complexes. Ils associent liants hydrauliques, divers adjuvants et différents polymères. Pour des mortiers mis en oeuvre sous forme de couches d'épaisseur de l'ordre du centimètre, leur durabilité est intimement liée aux propriétés des supports qu'ils recouvrent. Notre étude vise à caractériser la durabilité des mortiers en interaction avec le support sur lequel ils sont appliqués. Vis-à-vis de la durabilité, on retient comme indicateurs l'adhérence au support et l'état de contraintes dans cette couche. Ces derniers dépendent de nombreux paramètres, en particulier la nature du support et les paramètres de composition du mortier. L'objectif du travail de recherche est de réaliser une étude phénoménologique de l'influence de ces paramètres sur les deux indicateurs de durabilité ainsi que sur d'autres phénomènes tels que le retrait au jeune âge d'une couche de mortier appliquée sur un support absorbant ou non.

MOTS-CLES : mortier, polymère, adjuvant, support, adhérence, contrainte, retrait

DISCIPLINE ADMINISTRATIVE : Génie Civil

LABORATOIRE : LMDC (Laboratoire Matériaux Durabilité des Constructions)

RESUME LONG

Au cours des 40 dernières années, les mortiers sont devenus de plus en plus complexes. Aujourd'hui, ils associent des liants hydrauliques et de multiples adjuvants. Les mortiers d'enduit, les colles à carrelages et les mortiers de réparation représentent, en terme de ventes et de quantités produites, les applications les plus importantes de tous les mortiers utilisés. Pour des mortiers mis en oeuvre sous forme de couches d'épaisseur de l'ordre du centimètre, leur durabilité est intimement liée aux propriétés des supports qu'ils recouvrent. Le retrait empêché par l'adhérence au support crée dans le mortier un état de contraintes susceptible, d'une part de provoquer une perte d'adhérence, et d'autre part de générer de la fissuration. On conçoit donc que les professionnels, au premier rang desquels les fabricants de mortiers, soient à la recherche d'essais qui leur permettent rapidement et de façon fiable de tester leurs produits, et ce dans des conditions représentatives du fonctionnement réel. Ce travail a pour but d'apporter des éléments de réponse à ces questions et vise à caractériser l'influence de certains adjuvants sur ces phénomènes. Notre étude vise donc à caractériser la durabilité des mortiers en interaction avec le support sur lequel ils sont appliqués. Vis-à-vis de la durabilité de la couche de mortier, on retient les deux indicateurs suivants :

- l'adhérence au support,
- l'état de contraintes dans la couche de mortier.

Ces deux indicateurs dépendent de nombreux paramètres ; on retient parmi les plus influents :

- la nature du support (définie par sa porosité et son degré d'humidité),
- les paramètres de composition du mortier (en particulier le dosage en polymères).

L'objectif du travail de recherche est de réaliser une étude phénoménologique de l'influence de ces paramètres sur les deux indicateurs de durabilité précédemment identifiés ainsi que sur d'autres phénomènes tel que le retrait au jeune âge d'une couche de mortier appliquée sur un support absorbant ou non.

Le retrait d'une couche de mortier de 1 cm d'épaisseur est quantifié au jeune âge et à long terme. Il est mesuré sur supports absorbants et non absorbants. La technique utilisée permet l'évaluation du retrait empêché que subit le mortier lorsqu'il est appliqué sur un support absorbant. L'adhérence au support est évaluée par un essai de propagation contrôlée du décollement en flexion 4 points qui permet de déterminer l'énergie de décollement entre le mortier et son support. La fissuration du mortier est déterminée grâce à un essai dit de « longueur décollée ». Cet essai permet de déterminer l'aptitude d'un mortier à résister aux contraintes générées par le retrait empêché dû à l'adhérence au support. Des méthodes de caractérisation complémentaires pour déterminer la distribution porosimétrique, le degré d'hydratation et l'influence des polymères sur l'adhérence ont également été employées.

Les résultats obtenus par l'ensemble de ces essais évaluent les influences des adjuvants et de la nature du support sur lequel le mortier est appliqué par rapport aux deux indicateurs choisis.

Mots clés : mortier, polymère, adjuvants, adhérence, fissuration, retrait empêché.

LONG ABSTRACT

During the last forty years, mortars have become more and more complex. Nowadays, mortars are composed of hydraulic binders and many additives. Mortars such as adhesives, renderings or repairing mortars are complex products associating hydraulic binders together with polymer admixtures. These mortars represent the largest produced quantities and the main applications. The durability of a mortar applied as a thin layer (mm to cm) is closely related to the properties of the substrate. The restrained shrinkage created by adhesion to the substrate induces a stress state within the mortar, which may lead to, on the one hand, adhesion loss and, on the other hand, cracking generation. Thus, professionals, particularly mortars manufacturers, are looking for tests in order to fastly and reliably characterize their products in real representative conditions.

The aim of this study is to characterize the durability of the mortars in interaction with the substrates to which they are applied. As regards the mortar layer durability, two indicators are chosen:

- the adhesion to the substrate,
- the stress state in the mortar layer.

These two indicators depend on many parameters, among which, the most important ones are:

- the nature of the substrate (defined by its porosity, its water saturation degree),
- the mortar composition parameters (in particular, the nature and the amount of polymer).

The work objectives consist in realizing a phenomenological study of the influence of these two parameters on both durability parameters described above and on other phenomena such as early age shrinkage.

The early age and 28-day shrinkages of a 1 cm mortar layer are quantified on non porous and porous substrates. The method employed can determine the restrained shrinkage of the mortar applied on porous substrate. Adhesion to the substrate is evaluated by a de-bonding controlled propagation test performed with a four-point bending test giving the de-bonding energy between the mortar and the substrate. Cracking of the mortar is characterized by a “de-bonding” test. The latter can determine the cracking ability of a mortar layer applied on its substrate, cracking being induced by the restrained shrinkage due to substrate adhesion. In addition, complementary methods are employed in order to obtain porosity distribution, hydration degree and influence of polymer on the mortar adhesion.

The results enable to evaluate the influences of the admixtures and the substrate condition on which the mortar is applied on both indicators.

Keywords: mortar, polymer, admixture, adhesion, cracking, restrained shrinkage.

Table des matières

1. Introduction	1
Contexte	2
Présentation du manuscrit	5
2. Etat des connaissances	7
2.1. Rappels succincts sur l'hydratation du ciment	8
2.1.1. Composition du ciment, Notations	8
2.1.2. Réactions d'hydratation, déroulement de l'hydratation	9
2.1.3. Equations bilans des réactions d'hydratation	10
2.1.4. Structure poreuse	11
2.2. Les adjuvants	12
2.2.1. Nature, rôle et modes d'action	12
2.2.2. Les éthers cellulosiques	14
2.2.2.1. Présentation	14
2.2.2.2. MHEC et MHPC	14
2.2.2.3. Interactions avec le mortier	16
2.2.2.3.1. Hydratation	16
2.2.2.3.2. Propriétés rhéologiques	17
2.2.2.3.3. Résistance au lessivage	18
2.2.2.3.4. Résistances mécaniques et module d'Young	18
2.2.2.3.5. Propriétés de transfert	19
2.2.3. Les latex	20
2.2.3.1. Présentation	20
2.2.3.2. Latex, interactions avec la matrice cimentaire, propriétés	21
2.2.3.2.1. Généralités	21
2.2.3.2.2. Hydratation	23
2.2.3.2.3. Maniabilité, air entraîné, rétention d'eau	24
2.2.3.2.4. Résistances mécaniques	25
2.2.3.2.5. Porosité	26
2.2.3.2.6. Perméabilité	27
2.2.3.2.7. Autres propriétés	28
2.2.3.3. Latex EVA, interactions, propriétés	28
2.2.3.3.1. Généralités	28
2.2.3.3.2. Hydratation	28
2.2.3.3.3. Rhéologie	29
2.2.3.3.4. Propriétés mécaniques	30
2.2.3.3.5. Porosité	30
2.2.4. Les entraîneurs d'air et les agents hydrofuges	31
2.2.4.1. Les entraîneurs d'air	31
2.2.4.2. Les agents hydrofuges	32
2.2.5. Influence combinée de plusieurs adjuvants	34
2.2.5.1. Généralités	34
2.2.5.2. Hydratation	34
2.2.5.3. Caractéristiques des films de latex et de MHEC	34
2.2.5.4. Résistances, déformabilité	35
2.2.5.5. Porosité	35
2.3. Caractérisations mécaniques des mortiers	37
2.3.1. Retrait	37
2.3.1.1. Différents types de retrait	37
2.3.1.2. Quelques définitions [Baron et Ollivier 97] [Baron 82]	37
2.3.1.3. Déformations du mortier au jeune âge	38
2.3.1.3.1. Définitions	38
2.3.1.3.2. Moyens de mesure	39

2.3.1.3.3.	Paramètres influençant le retrait	40
2.3.1.3.4.	Influence du transfert hydrique sur une couche de mortier	42
2.3.1.3.5.	Influence des adjuvants	45
2.3.2.	Pathologies des mortiers, cas pratique	47
2.3.2.1.	Cas d'enduit de façade, enduit monocouche [Bajeux 03] [Martinet 03]	47
2.3.2.1.1.	La fissuration	47
2.3.2.1.2.	La perte d'adhérence	48
2.3.2.2.	Cas de mortier colle pour revêtement de façade [Jouan 05]	48
2.3.2.3.	Cas des mortiers de réparation et de finition	49
2.3.3.	Adhérence	50
2.3.3.1.	Définitions, paramètres influents	50
2.3.3.1.1.	Définitions	50
2.3.3.1.2.	Paramètres influents	50
2.3.3.2.	Moyens de mesure pour quantifier l'adhérence	53
2.3.3.2.1.	Introduction	53
2.3.3.2.2.	Essai d'arrachement par traction directe ou pull-off test	54
2.3.3.2.3.	Essais de flexion	55
2.3.3.2.4.	Essais de cisaillement	56
2.3.3.2.5.	Essai de fendage par coin : Wedge Splitting Test (WST)	57
2.3.3.3.	Influence des adjuvants	57
2.3.3.3.1.	Ethers celluliques	58
2.3.3.3.2.	Latex	58
2.3.3.3.3.	Entraîneur d'air, agent hydrofuge, influence de plusieurs adjuvants	61
2.3.3.3.4.	Actions des polymères sur l'adhérence : phénomènes mis en jeu	63
2.3.3.4.	Fissuration	65
2.3.3.4.1.	Généralités	65
2.3.3.4.2.	Moyens de mesures, quelques résultats	65
2.3.3.4.3.	Influence des adjuvants	68
2.4.	Synthèse de l'influence des adjuvants étudiés	69
3.	Matériaux et méthodes de caractérisation	71
3.1.	Composition du mortier	72
3.1.1.	Généralités	72
3.1.2.	Elaboration du mortier	73
3.1.3.	Formulations	74
3.1.3.1.	Présentation des formulations étudiées	74
3.1.3.2.	Consistance visuelle des formulations	75
3.2.	Supports	75
3.3.	Essais	75
3.3.1.	Essais de caractérisation	75
3.3.1.1.	Résistances en flexion et en compression	75
3.3.1.2.	Module de déformation dynamique E_{dyn}	76
3.3.1.3.	Absorptivité des briques	76
3.3.1.4.	Essais d'arrachement direct sur brique	77
3.3.1.5.	Porosité	78
3.3.1.5.1.	Porosité accessible à l'eau	78
3.3.1.5.2.	Porosimétrie mercure	79
3.3.1.6.	Analyse thermique	81
3.3.1.6.1.	Introduction	81
3.3.1.6.2.	Analyse Thermogravimétrique (ATG)	82
3.3.1.7.	Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	86
3.3.2.	Essais développés	86
3.3.2.1.	Procédures expérimentales	86
3.3.2.1.1.	Retrait au jeune âge	86
3.3.2.1.2.	Retrait après 23 heures	87
3.3.2.1.3.	Adhérence : essais de flexion 4 points, énergie de décollement	88
3.3.2.1.4.	Susceptibilité à la fissuration : essais de « longueur décollée »	91

3.3.2.1.5.	Validation de l'essai	92
3.3.2.1.6.	Essai associé à l'essai de « longueur décollée : mesure du module de déformation E_f par flexion trois points	93
3.3.2.2.	Analyse de la reproductibilité des mesures, quantification de la variabilité des résultats, validation des essais.	94
3.3.2.2.1.	Retrait au jeune âge, variabilité au second rang	94
3.3.2.2.2.	Retrait après 23 heures, variabilité au second rang	94
3.3.2.2.3.	Adhérence	95
4.	Résultats et analyse	99
4.1.	Résultats généraux	100
4.1.1.	A l'état frais, masse volumique apparente	100
4.1.2.	Propriétés à l'état durci	100
4.1.2.1.	Masse volumique apparente à 28 jours	100
4.1.2.2.	Porosité accessible à l'eau, à 28 jours	101
4.1.2.3.	Masse volumique apparente à 15 jours	103
4.1.2.4.	Pertes de masse jusqu'à 15 jours	103
4.1.3.	Résistances en flexion et en compression à 28 jours	106
4.1.3.1.	Résistances en flexion à 28 jours	106
4.1.3.2.	Résistances en compression à 28 jours	106
4.1.4.	Module de déformation dynamique	107
4.2.	Observations au MEB	108
4.2.1.	Introduction	108
4.2.2.	Comparaison de différents mortiers	109
4.3.	Porosité mercure	110
4.3.1.	Distribution porosimétrique	110
4.3.1.1.	Résultats	110
4.3.1.2.	Bilan	112
4.3.2.	Porosité totale	112
4.4.	ATG	113
4.4.1.	Utilité du balayage de diazote	113
4.4.2.	Résultats	114
4.4.2.1.	ATG	114
4.4.2.2.	Mortiers appliqués sur briques 0 % et 50 %	115
4.4.2.2.1.	Influence de l'éther cellulosique	115
4.4.2.2.2.	Influence du latex et des autres adjuvants	117
4.4.2.3.	Opposition avec le diamètre médian	118
4.4.2.4.	Intervalles de température de décomposition de la calcite	119
4.5.	Retrait	120
4.5.1.	Retrait 0-24 heures	120
4.5.1.1.	Retrait libre	120
4.5.1.1.1.	Influence de la nature et du taux d'éther cellulosique	120
4.5.1.1.2.	Influence du latex	122
4.5.1.1.3.	Influence de l'entraîneur d'air	123
4.5.1.1.4.	Influence de l'agent hydrofuge	123
4.5.1.1.5.	Perte de masse	124
4.5.1.1.6.	Temps de prise	125
4.5.1.2.	Retrait sur brique, comparaison avec le retrait libre	126
4.5.1.2.1.	Influence globale du support, briques 0 % et 50 %	127
4.5.1.2.2.	Influence du support et de la formulation	128
4.5.1.2.3.	Influence du type d'éther cellulosique et de sa proportion dans le mortier	130
4.5.2.	Taux de retrait empêché	132
4.5.2.1.	Mortiers appliqués sur briques 0 % et 50 %	132
4.5.2.2.	Mortiers appliqués sur brique 0%	132
4.5.2.2.1.	Influence de la teneur en ECA	132
4.5.2.2.2.	Influence du type d'éther cellulosique	133

4.5.2.2.3.	Influence des autres adjuvants	133
4.5.3.	Retrait et perte de masse durant 28 jours	134
4.5.3.1.	Influence du degré d'imprégnation du support	134
4.6.	Energie de décollement	137
4.6.1.	Résultats	137
4.6.1.1.	Mortiers contenant 0,18 % d'ECA	138
4.6.1.2.	Mortiers contenant 0,27 % d'ECA	139
4.6.1.3.	Mortiers contenant 0,27 % d'ECA ou 0,27 % d'ECB	140
4.6.1.4.	Bilan	140
4.6.2.	Observations au MEB, analyses EDS et énergie de décollement	141
4.6.2.1.	Observations, SEI mode (Scattering Electron Incidence mode)	141
4.6.2.2.	Quantification du carbone par analyse EDS et relation avec G^*	142
4.6.2.3.	Taux de retrait empêché au jeune âge et G^* à 28 jours	143
4.6.2.3.1.	Brique 0 %	143
4.6.2.4.	Relation entre l'hydratation et G^*	145
4.6.2.5.	Relation entre le diamètre médian des pores et G^*	146
4.6.2.5.1.	Observations globales	146
4.6.2.5.2.	Mortiers contenant ECA et ECB avec 2,5 % de latex	147
4.6.2.5.3.	Mortiers contenant 0,18 % d'ECA, 0,27 % d'ECA et d'ECB	147
4.6.2.5.4.	Bilan	148
4.6.2.6.	Essai « Pull-out » et essai de flexion quatre points	148
4.6.2.6.1.	Résultats	148
4.6.2.6.2.	Comparaison entre l'essai « Pull-out » et l'essai de flexion quatre points	149
4.6.3.	Conclusions	150
4.7.	Essais de « longueur décollée »	150
4.7.1.	Temps de fissuration	150
4.7.1.1.	Temps de fissuration t	150
4.7.1.2.	Déformation instantanée à la fissuration ε_i	152
4.7.2.	Caractérisation de la déformation à la rupture en flexion des mortiers appliqués sur la brique	153
4.7.2.1.	Module de déformation en flexion trois points	154
4.7.2.2.	Force à la rupture F en flexion des mortiers appliqués sur la brique	155
4.7.2.3.	Energie de rupture G_r	156
4.7.2.4.	Contraintes à la rupture σ_f et module de déformation E_f au moment de la fissuration	157
4.7.2.4.1.	Brique 0 %	157
4.7.2.4.2.	Brique 50 %	158
4.7.2.4.3.	Bilan	159
4.7.3.	Oppositions entre temps de fissuration et autres grandeurs	161
4.7.3.1.	Opposition entre le temps de fissuration et le retrait empêché à 23h	161
4.7.3.1.1.	Brique 0 %	161
4.7.3.1.2.	Brique 50 %	161
4.7.3.2.	Opposition entre le temps de fissuration t et l'énergie de G^*	162
5.	Conclusions	163
	Caractéristiques générales	164
	Observations au MEB, Distribution porosimétrique, Hydratation	164
	Retraits, retrait empêché, évaporation et temps de prise	165
	Adhérence et fissuration	166
	Perspectives	167
6.	Annexes	169
6.1.	Fiches produits	170
6.1.1.	Ciment	170
6.1.2.	Filler calcaire	171
6.1.3.	Sable	172

6.2.	Analyse granulométrique laser	173
6.2.1.	Théorie	173
6.2.2.	Résultats pour ECA	174
6.2.3.	Résultats pour ECB	175
6.3.	Porosimétrie au mercure	176
6.3.1.	Supports	176
6.3.2.	Mortiers appliqués sur la brique 50 %	179
6.4.	Intervalles de température de décomposition de la portlandite	179
6.5.	Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	181
6.6.	Retrait libre et retrait sur briques	182
6.7.	Temps de prise	183
7.	Références bibliographiques	185
	Liste des figures	199
	Liste des tableaux	207

1. Introduction

Contexte

Au cours des 40 dernières années, les mortiers sont devenus de plus en plus complexes. Aujourd'hui, ils associent des liants hydrauliques et de multiples adjuvants. En France, leur utilisation n'a fait qu'augmenter depuis 1970, pour arriver à une production proche de quatre millions de tonnes en 2007 (Figure 1.1 (a)). Par ailleurs, du fait de cette complexité, la part des mortiers fabriqués sur chantier n'a fait que diminuer au profit des mélanges réalisés en usine. En Europe, la production de mortiers préformulés atteint 70 millions de tonnes contre 5 millions de tonnes pour les mortiers réalisés sur chantier (Figure 1.1 (b)). La fabrication en usine permet de doser, de façon précise et régulière, les dizaines de composants qui entrent dans la formulation des mortiers industriels et d'assurer un contrôle permanent de leurs caractéristiques. Les mortiers industriels sont présents dans tous les secteurs d'activité du bâtiment et des travaux publics. A chaque domaine d'application correspond un type de mortier pouvant être dédié à :

- la protection et la décoration (sous-enduits, enduits de parement colorés, enduits monocouche),
- la pose des carrelages (mortiers colles et mortiers de joints),
- la préparation des sols (chapes, ragréages, enduits de lissage, d'égalisation),
- les assemblages (éléments de maçonnerie, fixation des éléments de cloisons et de doublage),
- l'isolation et l'étanchéité (systèmes d'isolation thermique par l'extérieur, d'imperméabilisation, d'étanchéité, d'isolation phonique, d'ignifugation),
- les travaux spéciaux (gunitage, réparations d'ouvrages d'art et de génie civil, scellement et calages, coulis d'injection, cuvelages).

En France, pour l'année 2007, 120 millions de m² de façades ont été enduits, 32 millions de m² de sols ont été égalisés et lissés, 132 millions de m² de carrelage ont été posés et 210 millions de m² de murs et cloisons ont été montés. Chaque français a consommé environ 60 Kg de mortier [SNMI 08].

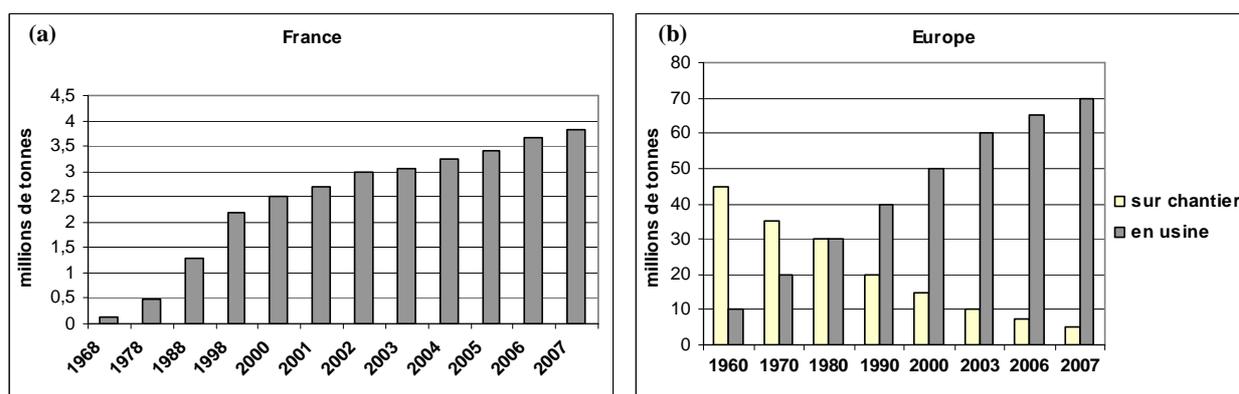


Figure 1.1 : évolutions de la production de mortiers en France (a) [SNMI 08] et en Europe (b) [EMO 08]

Les mortiers d'enduit, les colles à carrelages et les mortiers de réparation représentent en terme de ventes et de quantités produites, les postes les plus importants de tous les mortiers utilisés (Figure 1.2).

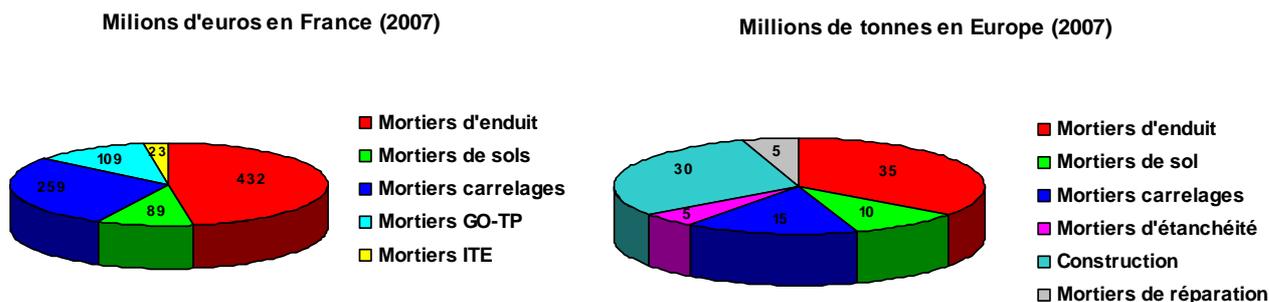


Figure 1.2 : répartitions des différents mortiers en France et en Europe en 2007 [SNMI 07] [EMO 07]

L'utilisation des polymères est à la base des progrès réalisés en matière de technicité, de durabilité et d'applications spécifiques des mortiers. En Europe, le domaine de la construction représente 18,5 % de l'utilisation des polymères (Tableau 1.1). La part liée à l'adjuvantation des matrices cimentaires représente 10 % de la consommation des polymères pour la construction (Tableau 1.2). Leur part par rapport aux autres matériaux de construction ne représente qu'environ 1 % de la consommation totale (Tableau 1.3), cependant, pour les produits organiques, le rapport prix /masse est très élevé.

Tableau 1.1 : répartition des utilisations de polymères par activités en Europe (2004) [Knapen 04]

Applications	%
Emballage	37,2
Construction	18,5
Industrie	5,8
Electrique / électronique	8,5
Application domestique	20,1
Automobile	8
Agricultures	1,9

Tableau 1.2 : répartition des utilisations des polymères dans le domaine des polymères pour la construction en Europe (2004) [Knapen 04]

Applications	Consommation (milliers de tonnes)
Textiles	128
Membranes imperméables	588
Peinture routes	280
Tubes pour fibres optiques	400
Tubes pour gaz, eau, égout	2760
Modification béton	486

Tableau 1.3 : répartition des utilisations des polymères dans les matériaux de construction (2000) [Knapen 04]

Matériaux	Consommation (millions de tonnes)	Proportion (%)
Béton et matrices cimentaires	503	71
Carrelages et briques	73	10
Bois	54	7
Fer et acier	24	3
Pierres et roches	16	2
Asphalte et bitume	16	2
Polymères	6,9	0,97
Verres plats	5,2	0,73
Laine minérale	2	0,3
Cuivre	1,3	0,2
Aluminium	0,9	0,1

La formulation des mortiers est fortement fondée sur l'empirisme des industriels. C'est dans ce contexte que la création du Consortium d'Etudes et de Recherche sur les Mortiers (CEReM) a été initiée par le Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB). Ce consortium regroupe des laboratoires académiques (Universités et Grandes Ecoles), des

fournisseurs de matières premières (ciments, filler, sable...), des fabricants de mortiers préformulés (enduits, colles à carrelage) et des adjuvantières (éthers cellulosiques, latex, entraîneurs d'air, agents hydrofuges...). Le CEReM a pour but d'améliorer la compréhension des mécanismes qui contrôlent les comportements des mortiers. Notre étude fait suite aux travaux de Pourchez [Pourchez 06] et Goto [Goto 06] qui traitent respectivement des éthers cellulosiques (rétenteurs d'eau) et des latex (polymères améliorant essentiellement l'adhérence au support). Ces études ont permis, entre autres, de montrer les effets de chacun de ces adjuvants sur l'hydratation du ciment. Dans ce travail, nous allons étudier des mortiers formulés avec au moins un de ces deux types d'adjuvants.

Pour des mortiers mis en oeuvre sous forme de couches d'épaisseur de l'ordre du centimètre, leur durabilité est intimement liée aux propriétés des supports qu'ils recouvrent. Le composite formé par le support et le mortier constitue un lieu d'échanges physico-chimiques et d'interactions mécaniques. En particulier, les échanges d'eau après la mise en oeuvre s'avèrent extrêmement importants, puisqu'ils conditionnent la formation des hydrates du mortier et par conséquent la qualité de ses performances mécaniques et de son adhérence au support. Par ailleurs, le retrait empêché par l'adhérence au support crée dans le mortier un état de contraintes susceptible, d'une part de provoquer une perte d'adhérence, et d'autre part de générer de la fissuration.

Pour les mortiers d'enduit, ces dégradations conduisent à des infiltrations d'eau qui détériorent les parois et affectent considérablement leur qualité d'isolation. Pour les mortiers colles, il en résulte une détérioration des sols collés, nuisant fortement à la sécurité mais aussi à l'esthétique. On conçoit donc que les professionnels, au premier rang desquels les fabricants de mortiers, soient à la recherche d'essais qui leur permettent rapidement et de façon fiable de tester leurs produits, et ce dans des conditions représentatives du fonctionnement réel. Ce travail a pour but d'apporter des éléments de réponse à ces questions et vise à caractériser l'influence de certains adjuvants sur ces phénomènes.

Notre étude vise donc à caractériser la durabilité des mortiers en interaction avec le support sur lesquels ils sont appliqués. Vis-à-vis de la durabilité de la couche de mortier, on retient donc les deux indicateurs suivants :

- l'adhérence au support,
- l'état de contraintes dans la couche de mortier.

Ces deux indicateurs dépendent de nombreux paramètres ; pour notre étude, on retient parmi les plus influents :

- la nature du support (définie par sa porosité et son degré d'humidité),
- les paramètres de composition du mortier (en particulier le dosage en polymères).

L'objectif du travail de recherche est de réaliser une étude phénoménologique de l'influence de ces paramètres sur les deux indicateurs de durabilité précédemment identifiés ainsi que sur d'autres phénomènes tel que le retrait au jeune âge d'une couche de mortier appliquée sur un support absorbant ou non.

Présentation du manuscrit

Le manuscrit s'articule autour de trois parties. La première partie fait le point sur l'état des connaissances concernant l'hydratation du ciment, ainsi que sur les adjuvants que nous avons utilisés (éthers cellulosiques, latex, entraîneur d'air et agent hydrofuge). Elle se poursuit par la présentation du phénomène de retrait des matrices cimentaires (retraits au jeune âge et à long terme) puis de l'adhérence et de la fissuration d'une couche de mortier appliquée sur un support absorbant.

La deuxième partie présente les différents moyens utilisés pour caractériser les trois phénomènes précédemment cités. Le retrait d'une couche de mortier de 1 cm d'épaisseur est quantifié au jeune âge et au long terme. Il est mesuré sur supports absorbants et non absorbants. La technique utilisée permet l'évaluation du retrait empêché que subit le mortier lorsqu'il est appliqué sur un support absorbant. L'adhérence au support est évaluée par un essai de propagation contrôlée du décollement en flexion 4 points qui permet de déterminer l'énergie de décollement entre le mortier et son support. Cet essai, asservi en vitesse de déplacement sur une éprouvette entaillée, permet de propager le décollement strictement à l'interface mortier-support. La fissuration du mortier est déterminée grâce à un essai dit de « longueur décollée ». Cet essai permet de déterminer l'aptitude d'un mortier à résister aux contraintes générées par le retrait empêché dû à l'adhérence au support. Des méthodes de caractérisation complémentaires pour déterminer la distribution porosimétrique, le degré d'hydratation, la présence de polymères dans les mortiers de différentes compositions, ont également été employées.

La dernière partie présente et analyse les résultats des différents essais. Elle traite de l'influence des adjuvants et de la nature du support sur lequel le mortier est appliqué. Les relations entre les indicateurs de durabilité et les principaux paramètres influents sont analysés.

2. Etat des connaissances

2.1. Rappels succincts sur l'hydratation du ciment

2.1.1. Composition du ciment, Notations

Avant de décrire l'hydratation du ciment Portland, il est nécessaire de rappeler ses principaux constituants ainsi que la notation employée par les cimentiers (Tableau 2.1, Tableau 2.2). Le ciment Portland se compose principalement de quatre phases formant le clinker :

- le silicate tricalcique (C_3S , alite) qui représente 50 à 70 % de la masse de ciment ;
- le silicate bicalcique (C_2S , belite) qui représente 10 à 30 % de la masse de ciment ;
- l'aluminate tricalcique (C_3A) qui représente 2 à 15 % de la masse de ciment ;
- l'aluminoferrite tétracalcique (C_4AF , browmillerite, anciennement célite) qui représente 5 à 15 % de la masse de ciment.

Il faut noter aussi la présence de composés mineurs comme des sulfates alcalins, de la chaux libre et des sulfates de calcium sous forme d'anhydrite ou de bassanite (représentant moins de 5 % de la masse de ciment et permettant de contrôler la réaction d'hydratation du C_3A).

Tableau 2.1: notations chimiques et cimentières des principaux constituants du ciment Portland

Nom	Oxyde	Notation cimentière
Chaux	CaO	C
Silice	SiO ₂	S
Alumine	Al ₂ O ₃	A
Hématite	Fe ₂ O ₃	F
Eau	H ₂ O	H
Oxyde de soufre	SO ₃	\bar{S}
Périclase	MgO	M
Oxyde de potassium	K ₂ O	K

Tableau 2.2 : notations chimiques et cimentières des phases du ciment Portland

Nom	Oxyde	Notation cimentière
Silicate tricalcique (alite)	Ca ₃ SiO ₅	C ₃ S
Silicate bicalcique (belite)	Ca ₂ SiO ₄	C ₂ S
Aluminate tricalcique	Ca ₃ Al ₂ O ₆	C ₃ A
Aluminoferrite tétracalcique (browmillerite)	Ca ₂ (Al,F) ₂ O ₅	C ₄ AF, C ₂ (A,F)
Sulfate de calcium (anhydrite)	CaSO ₄	C \bar{S}
Hémihydrate de sulfate de calcium (bassanite)	CaSO ₄ , $\frac{1}{2}$ H ₂ O	C \bar{S} H _{0,5}
Silicates de calcium hydratés	Non déterminé	C-S-H
Hydroxyde de calcium (portlandite)	Ca(OH) ₂	CH
Dihydrate de sulfate de calcium (gypse)	CaSO ₄ , 2H ₂ O	C \bar{S} H ₂
Aluminates de calcium hydratés	variable	CAH
Trisulfoaluminate de calcium hydraté (ettringite)	Ca ₃ Al ₂ O ₆ , CaSO ₄ , 32H ₂ O	AFt
Monosulfoaluminate de calcium hydraté	Ca ₃ Al ₂ O ₆ , CaSO ₄ , 12H ₂ O	AFm

2.1.2. Réactions d'hydratation, déroulement de l'hydratation

L'hydratation du ciment est complexe et met en jeu plusieurs réactions se déroulant avec des cinétiques différentes. Dans les 24 premières heures, les principales réactions se déroulent dans l'ordre suivant :

- aluminat tricalcique + bassanite + eau \rightarrow ettringite (première génération se formant autour de l'aluminat tricalcique)
- bassanite + eau \rightarrow gypse
- anhydrite + eau \rightarrow gypse
- aluminat tricalcique + gypse + eau \rightarrow ettringite (seconde génération, sous forme d'aiguilles prismatiques)
- alite ou belite + eau \rightarrow silicates de calcium hydratés + portlandite

Nous voyons ici les réactions d'hydratation du ciment Portland contenant des sulfates de calcium. En effet, lorsque ces sulfates sont présents, l'aluminat tricalcique (C_3A) réagit très vite avec l'eau et sa prise est alors trop rapide. Il est donc nécessaire de contrôler cette prise en ajoutant au clinker des sulfates de calcium sous forme de bassanite ou d'anhydrite générant ainsi de l'ettringite autour du C_3A lorsque l'eau est ajoutée. L'alite (C_3S) possède une cinétique d'hydratation rapide comparée à celle de la belite (C_2S). Ces deux constituants forment des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et de la portlandite ($Ca(OH)_2$). Les C-S-H cristallisent sous forme de feuillets alors que la portlandite cristallise sous forme de plaquettes hexagonales. A la fin de l'hydratation, elle se retrouve englobée dans les C-S-H, ce qui diminue la résistance mécanique du matériau. L'aluminat tricalcique donne quant à lui de l'ettringite sous forme d'aiguilles prismatiques, ce qui n'est pas favorable à la résistance mécanique. Le C_3A s'hydrate aussi en monosulfoaluminates de calcium et en aluminates de calcium hydratés, sous forme de plaquettes hexagonales (en solution solide ou en cristaux séparés).

Par rapport à notre étude, nous allons traiter seulement la cinétique d'hydratation du C_3S et C_2S . L'hydratation du C_3S est généralement décrite en trois ou quatre étapes selon les auteurs [Jennings 00] [Damidot 92] : la période initiale ou de pré-induction, la période dormante ou d'induction, la période de prise ou d'accélération, la période de durcissement ou de ralentissement. Les durées respectives de ces périodes sont de l'ordre de la minute pour la première, de l'heure pour la deuxième, quelques dizaines d'heures pour la troisième et limitée à 28 jours conventionnellement pour la dernière. En effet, cette dernière période peut durer plusieurs mois voire des années.

La période initiale consiste, comme nous l'avons vu, en une formation de cristaux d'ettringite autour des grains anhydres de C_3A . Il y a libération d'ions Ca^{2+} et d'ions silicates qui donnent des germes des produits d'hydratation du C_3S [Gartner 97] [Locker 80] [Skalny 80] [Taylor 97] [Scrivener 89], la portlandite et les C-S-H. D'après Taylor, la germination de ces derniers est plus importante que celle de la portlandite. Les C-S-H dominent lors de cette période.

La période dormante révèle une période de faible activité et dure entre 2 et 6 heures. La précipitation de la portlandite s'amorce par l'accumulation d'ions dans la solution interstitielle. Les ions calcium sont consommés, la vitesse de dissolution des grains augmente ce qui accélère la croissance des C-S-H.

La période d'accélération génère une grande quantité de produits hydratés. L'hydratation des C_3A donne des aluminates de calcium hydratés et des sulfonates aluminates (ettringite). Le C_3S donne de la portlandite et des C-S-H. La pâte prend consistance. La matrice se rigidifie

par la formation de liaisons entre les grains de ciment (remplissage des pores par l'enchevêtrement des cristaux de portlandite et de C-S-H).

Le C₂S commence à réagir avec l'eau de la même manière que pour le C₃S mais avec une cinétique plus lente.

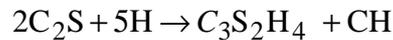
Lors de la période de durcissement de la pâte, la couche d'hydrates qui enrobe les grains des silicates anhydres limite la diffusion par l'augmentation de son épaisseur. L'hydratation se poursuit, surtout pour le C₃S et le C₂S, mais les réactions sont donc plus lentes. La porosité diminue et la résistance mécanique augmente. Cette phase de durcissement dure jusqu'à plusieurs mois, voire plusieurs années.

2.1.3. Equations bilans des réactions d'hydratation

Hydratation du C₃S



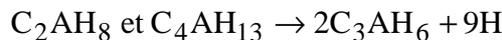
Hydratation du C₂S



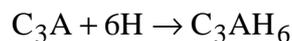
Hydratation du C₃A sans sulfates



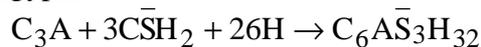
Aluminates hexagonaux



Aluminates cubiques

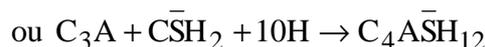
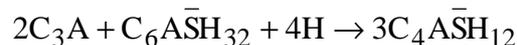


Hydratation du C₃A avec du gypse



Ettringite

Si la concentration en sulfates est faible, l'ettringite se transforme en monosulfate (C₃A . CaSO₄ . 12H₂O) selon la réaction :

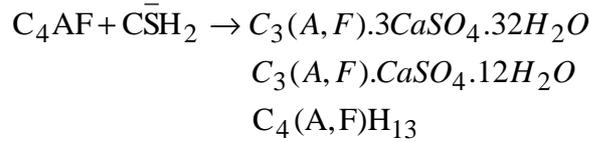


Hydratation des aluminoferrites



Non hydraulique

Hydratation du C_4AF en présence de $\overline{C\overline{S}H_2}$



2.1.4. Structure poreuse

La structuration de la pâte de ciment s'accompagne de la création d'un réseau poreux évolutif qui est généralement scindé en deux catégories. On parle tout d'abord de porosité capillaire qui résulte des vides laissés par l'eau consommée par l'hydratation et ensuite de porosité des hydrates qui correspond essentiellement aux vides entre les feuillettes de C-S-H. Les différentes catégories de pores sont regroupées dans le Tableau 2.3.

Tableau 2.3 : catégories de pores dans un mortier

Désignation	Dimensions	Description	Rôle de l'eau	Propriétés influencées
macropores	1000-15 μm	bulles d'air	eau libre	Perméabilité à l'eau liquide Résistances mécaniques Perméabilité à la vapeur d'eau Absorption d'eau par capillarité
pores capillaires	15-0,05 μm	grands capillaires	eau libre	Résistances mécaniques Perméabilité à la vapeur d'eau
	50-10 nm	pores intergels	faible tension de surface	Retrait à forte humidité relative
pores de gel	10-2,5 nm	petits capillaires	faible tension de surface	Retrait à humidité relative moyenne (50 %)
	2,5-0,5 nm	micropores intercrystallins	eau fortement adsorbée	retrait fluage
	< 0,5 nm	micropores interfeuillettes intercrystallins	eau liée	

Deux catégories importantes de pores apparaissent :

- *Pores du gel* : ils n'ont pas d'influence défavorable sur la résistance ou la perméabilité. En revanche, l'eau des petits pores du gel C-S-H ($18 \cdot 10^{-10}$ m) retenue par les liaisons hydrogènes peut influencer le retrait d'autodessiccation, le fluage et le module d'Young.

- *Pores capillaires* : l'excès d'eau par rapport à l'eau combinée dans l'hydratation est à l'origine de ces pores. Ces derniers représentent les espaces non remplis par les hydrates solides de la pâte durcie. Le volume total de ces pores est la porosité ; c'est le volume occupé par l'eau évaporable. Les pores de taille supérieure à 50 nm abaissent la résistance et nuisent à l'imperméabilité. De même, ils influent de façon négative sur le retrait et le fluage.

2.2. Les adjuvants

2.2.1. Nature, rôle et modes d'action

Les adjuvants sont des constituants secondaires, incorporés à faible dose dans un matériau cimentaire ou un produit pour modifier une ou plusieurs de ses propriétés. Ils diffèrent des ajouts minéraux du béton comme les pigments, les agents de mouture, les cendres volantes et les fumées de silice. Dans notre étude, nous allons uniquement nous intéresser aux adjuvants organiques. Ils sont souvent classés par la fonction qu'on leur attribue : rétenteur d'eau, entraîneur d'air, fluidifiant, inhibiteur de corrosion, imperméabilisant, agent anti-retrait.

On peut classer ces adjuvants en trois principaux groupes agissant sur des propriétés différentes :

- le degré d'hydratation avec les retardateurs de prise (sucres, hydroxyacides),
- la maniabilité et la porosité avec les rétenteurs d'eau et les superplastifiants (lignosulfonate, sel d'acide polyphthalènesulfonique ou PNS),
- la résistance vis-à-vis du gel dégel avec les entraîneurs d'air.

Jolicoeur [Jolicoeur 98] a étudié l'effet d'un rétenteur d'eau et d'un superplastifiant sur l'hydratation d'un mortier. Le superplastifiant agit sur les différentes périodes de l'hydratation du ciment. Dans la première phase, l'adsorption du superplastifiant sur les phases minérales modifie et peut empêcher la germination et la croissance des hydrates.

Des groupements comme SO_3^- s'adsorbent préférentiellement sur les phases aluminates et concurrencent SO_4^{2-} . Ils peuvent s'adsorber aussi sur la bassanite et retarder ainsi sa transformation en gypse. Dans la période dormante, ils sont adsorbés sur les constituants du ciment, ce qui réduit les forces d'interactions entre les particules et fluidifie ainsi le mélange. La période dormante est étendue, la forme et la nature des hydrates peuvent être modifiées ainsi que leur réactivité. Durant la période d'accélération, les molécules de superplastifiant peuvent se loger dans les pores de la solution interstitielle et modifier la nature et la quantité des produits d'hydratation.

Un des modes d'action envisagé est l'adsorption des molécules possédant des groupes SO_3^- ou COO^- ou une fonction polaire comme OH (cas des réducteurs d'eau ou entraîneur d'air). Plusieurs autres modes d'action peuvent intervenir comme la répulsion intergranulaire (cas du superplastifiant), la formation de micelles à l'interface solide-solution (molécules tensioactives), la chimisorption du polynaphtalènesulfonate sur des sites réactionnels spécifiques comme ceux des aluminates, l'action des sucres ou de composés hydroxy carboxyliques par complexation dans la solution interstitielle qui peut retarder la formation de la portlandite et des C-S-H, l'inhibition de la croissance des hydrates par adsorption sur des

sites cristallographiques spécifiques de croissance ou encore l'insertion du polymère dans la structure des hydrates.

Ces mécanismes servent à la compréhension des interactions pouvant s'établir entre des molécules organiques et le ciment. Pour certains, ils peuvent être extrapolés au mécanisme d'interactions des adjuvants que nous allons étudier :

- les éthers cellulosiques,
- les latex,
- les entraîneurs d'air,
- les agents hydrofuges de masse.

Dans notre étude, nous allons étudier l'influence des polymères ajoutés dans un mortier. Ces derniers sont appelés « mortiers modifiés polymères » et sont obtenus en mélangeant soit un polymère dispersif, soit une poudre redispersable, soit un polymère soluble dans l'eau, soit un polymère sous forme liquide introduit dans la pâte fraîche [Ohama 95]. Les monomères peuvent être ajoutés au moment souhaité pour que la formation d'un film de polymère s'effectue en même temps que l'hydratation du ciment [Ohama 87]. Ils sont ajoutés souvent dans la pâte fraîche sous forme de dispersion aqueuse. La poudre de polymère redispersable est ajoutée dans le mélange sec puis redispersée lors du mélange avec l'eau et stabilisée par des surfactants. Ces derniers entraînent une meilleure maniabilité mais retardent le processus d'hydratation. La formation d'un film de polymère dans la matrice cimentaire peut d'ailleurs gêner l'hydratation. Les surfactants entraînent aussi de l'air dans le mélange ce qui peut être bénéfique si la quantité d'air entraîné est limitée (vis-à-vis de la résistance au gel-dégel). Par contre, si cette quantité est trop importante, elle peut être préjudiciable pour l'obtention de bonnes caractéristiques mécaniques du mortier. Il est possible de limiter cet aspect en ajoutant des agents anti-mousses [Knapen 04]. Les adjuvants qui nous intéressent plus particulièrement sont sous forme de poudres redispersables. De manière générale, ils augmentent l'adhérence au support, facilitent aussi la mise en place et augmentent les résistances mécaniques et chimiques des mortiers. Différentes applications sont possibles pour de tels produits, comme les colles à carrelage, les systèmes d'isolation thermique par l'extérieur, les mortiers auto-nivellants, les mortiers de réparation, etc. L'avantage au niveau industriel est le fait que le mélange soit préparé de manière précise et stockable dans des sacs facilement transportables.

Pratiquement tous les mortiers industriels contiennent au moins un éther cellulosique. Selon l'application à laquelle ils sont destinés, ils peuvent également contenir des latex, des agents entraîneur d'air et des hydrofuges etc. La rhéologie de ces mortiers peut être ajustée ainsi que le temps ouvert (délai d'utilisation du produit) pour faciliter leur application. Ces ajouts améliorent la résistance en flexion, à l'abrasion, à la pénétration de l'eau, au gel-dégel ou encore aux agressions chimiques et biologiques [Bonin 05].

Dans la suite du manuscrit, nous allons nous intéresser plus particulièrement aux éthers cellulosiques et aux latex. Il faut noter que dans les différentes études présentées, les résultats peuvent avoir été obtenus suivant deux types de formulation. Tout d'abord en travaillant avec une maniabilité constante qui a pour résultat une diminution du rapport eau/ciment (E/C) et donc une diminution de la porosité et une augmentation des résistances par exemple. Le second type de formulation consiste à opérer à E/C constant ce qui permet notamment de voir l'influence directe de l'adjuvant sur l'hydratation.

2.2.2. Les éthers celluloses

2.2.2.1. Présentation

Les éthers celluloses sont des polymères dérivés de la cellulose (maillons d'anhydroglucose reliés par une liaison glycosidique, Figure 2.1) et solubles dans l'eau. En effet, la cellulose n'étant pas soluble dans l'eau, la substitution des groupements hydroxyles sur la chaîne de cellulose modifie cette propriété. Cette solubilité dépend de la longueur de la chaîne, de la nature, du nombre et de la répartition de ces groupements.

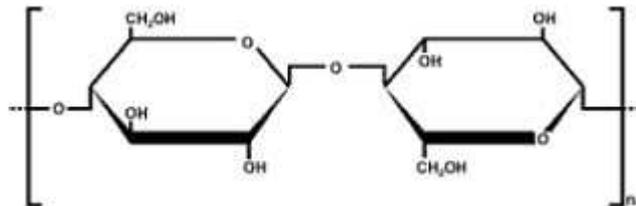


Figure 2.1 : maillon de cellulose [Pourchez 6a]

Les éthers celluloses sont utilisés dans l'agroalimentaire, les cosmétiques, le domaine pharmaceutique, les peintures et dans une moindre mesure, le domaine de la construction. Dans ce dernier domaine, ils sont employés comme rétenteurs d'eau et agents épaississants ; ils contribuent à l'ajustement de la rhéologie des enduits. Ils font chuter le module d'Young et la densité d'un mortier. Ce sont aussi des entraîneurs d'air, le volume poreux des mortiers augmente, ce qui permet la création de réserves d'eau. Ils améliorent la résistance à la fissuration et permettent de contrôler le retrait par leur effet retardant ou rétenteur d'eau. Ils forment des films forts et flexibles dans la structure du mortier lui conférant ainsi une meilleure adhérence au support [Jenni 03a] [Jenni 03b] [Jenni 05].

2.2.2.2. MHEC et MHPC

Les éthers celluloses de type MHPC (méthyl hydroxypropyle cellulose, Figure 2.2) et MHEC (méthyl hydroxyéthyle cellulose, Figure 2.3) sont souvent utilisés dans les mortiers. Ils se présentent sous forme de poudre et sont obtenus en plusieurs étapes. La première consiste à transformer la cellulose en alcali cellulose en la chauffant avec de l'hydroxyde de sodium. L'oxyde d'éthylène associé au chlorure de méthyle est utilisé par la suite pour synthétiser le MHEC, le chlorure de méthyle associé avec de l'oxyde de propylène permet la synthèse du MHPC. La dernière étape consiste à purifier les produits à l'eau chaude avant de les sécher, puis de les broyer afin d'obtenir la finesse désirée [Pourchez 06a].

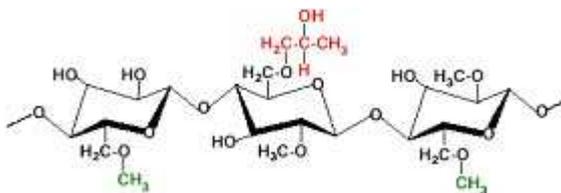


Figure 2.2 : formule semi-développée d'un motif de MHPC [Pourchez 06a]

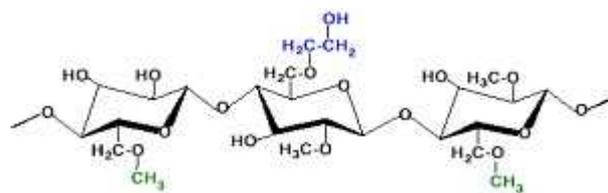


Figure 2.3 : formule semi-développée d'un motif de MHEC [Pourchez 06a]

Pour caractériser ces deux types d'éthers de cellulose, il est nécessaire d'introduire le degré de substitution. Il existe deux paramètres pour caractériser ce degré de substitution : DS et MS.

DS correspond au nombre moyen de groupements $-OH$ substitués par motif d'anhydroglucose. MS correspond au nombre de groupements greffés par motif d'anhydroglucose [Müller 06]. Sur la Figure 2.2, il y a trois motifs d'anhydroglucose, un groupement $-OH$ est substitué sur chacun des motifs, DS est égal à 1 (3/3). Dans ce cas, MS est aussi égal à 1 puisque 1 groupement est greffé sur chaque motif. S'il y avait eu deux groupements $-OH$ substitués sur le troisième motif, DS aurait été égal à 4/3. Si un groupement $-CH_3$ était greffé sur un autre $-CH_3$ venant d'être greffé (en vert sur la Figure 2.2), MS serait alors égal à 5/3.

Les groupes hydroxyéthyl du MHEC et hydroxypropyl du MHPC sont hydrophobes. Ces derniers engendrent une activité superficielle et des caractéristiques d'hydratation-déshydratation particulièrement importantes. Leur structure très riche en fonctions hydroxyle ($-OH$) leur permet de créer des interactions avec les molécules d'eau par le biais de liaisons hydrogènes. Dans l'eau, ils peuvent se trouver sous la forme de gels plus ou moins visqueux selon leur concentration dans le milieu, la température et le degré DS [Sarkar 95] [Bhattacharaya 00] [O'Connor 01] [Kayat 98]. C'est grâce à cette formation de gel que l'ajustement de la rhéologie et de la maniabilité du mortier est possible. Cela engendre aussi la propriété de rétention d'eau [Capener 05], empêchant ainsi un départ d'eau trop rapide, surtout lorsque les mortiers sont appliqués sur des supports poreux. Par ailleurs, plus la masse moléculaire de l'éther cellulosique est importante, plus la chaîne de polymère est longue, par conséquent plus la capacité de former des liaisons avec l'eau est grande ; il en résulte une plus forte rétention en eau. La formation de film de polymère peut expliquer aussi cette propriété. En effet, le MHEC est capable de former des films de polymère à l'interface air-eau, jouant par la suite le rôle de barrière [Jenni 05]. En effet, Ohama [Ohama 98] a observé que ces films étaient imperméables à l'eau ce qui n'est pas confirmé par Jenni. Cette propriété de filmification a été étudiée pour trois MHPC commerciaux en faisant varier leur concentration dans une solution [Perez 07]. Même à faible concentration, les MHPC possèdent une forte activité surfacique. Le film se forme à l'interface air-eau et dépend du degré de substitution. La rétention d'eau a été observée *in situ* avec un microscope électronique à balayage environnemental (ESEM, Figure 2.4) [Bertrand 04a].

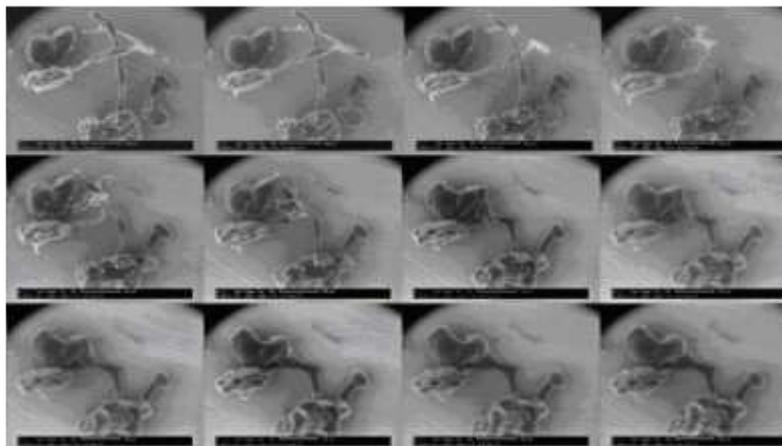


Figure 2.4 : image *in situ* ESEM d'un éther de cellulose se gonflant en présence d'eau [Bertrand 04a]

La capacité de rétention en eau a été récemment évaluée pour plusieurs MHPC et MHEC (Tableau 2.4) [Pourchez 06c]. Le Tableau 2.4 montre que l'ajout de ces éthers cellulosiques augmente la capacité de rétention d'eau du mortier. Celle-ci notée « R » est de l'ordre de 60% pour un mortier non adjuvanté alors qu'en présence d'éthers de cellulose de type MHEC

ou MHPC, cette capacité se situe entre 91 et 99 %. Les essais réalisés dans le cadre de cette étude révèlent la capacité de rétention en eau d'un mortier vis-à-vis d'une succion capillaire par un support poreux.

Tableau 2.4 : rétention en eau d'éthers de cellulose [Pourchez 06c]

	Mortier non adjuvanté	MHPC D1	MHPC D2	MHEC C1	MHEC C2	MHEC C3	MHEC C4	MHPC A1	MHPC A2	MHPC A3
Rétention en eau « R » (%)	59,4	98,6	96,4	90,8	95,5	97,3	98,1	97,4	93,7	94,7

La capacité de rétention par rapport à l'évaporation a été mesurée par Vallée [Vallée 99]. L'ajout de 0,3 % d'un MHEC par rapport à la masse de ciment anhydre n'influence pas l'évaporation de l'eau. Par contre avec 5 % de MHEC, l'évaporation est modifiée, le MHEC ne joue plus de rôle de rétenteur d'eau par rapport à l'évaporation. Pour de fortes quantités de MHEC, l'évaporation a même tendance à augmenter. Messan [Messan 06] trouve un résultat contradictoire en étudiant l'effet de l'augmentation du taux d'éther cellulosique dans un mortier pour une couche de 1 cm d'épaisseur. Cet auteur montre que l'augmentation du taux d'éther cellulosique de 0,27 % en masse à 0,5 % diminue la masse d'eau évaporée par la dalle de mortier. Dans cette étude, la faible épaisseur de la couche de mortier au regard de sa surface peut expliquer ce changement de comportement. Par ailleurs, la masse moléculaire du MHEC ne semble pas avoir une grande influence sur la rétention d'eau évaporable [Vallée 99].

2.2.2.3. Interactions avec le mortier

2.2.2.3.1. Hydratation

Les éthers cellulosiques sont stables dans un environnement alcalin et leur influence sur l'hydratation n'est pas due à la faible proportion de produits de dégradation [Müller 06] [Pourchez 06a] [Pourchez 06b]. Dans cette dernière étude, le retard d'hydratation dans une solution diluée de ciment (mélangé ou non à de la chaux) est étudié par conductométrie, en suivant le temps de précipitation de la portlandite. Il est clairement démontré que les éthers cellulosiques de type MHPC et MHEC retardent cette précipitation. La masse moléculaire et la teneur en groupement hydroxypropyl ne l'affectent pas alors que la teneur en groupement méthoxyl semble être le facteur influent. Cet auteur a aussi étudié l'influence des éthers cellulosiques sur l'hydratation du C_3S [Pourchez 06d]. En milieu dilué, les éthers de cellulose ont un impact mineur sur la dissolution du C_3S , le retard d'hydratation peut donc venir d'un ralentissement de la nucléation des germes de C-S-H. D'après les conclusions de Pourchez, les éthers cellulosiques ont un grand impact sur la croissance des C-S-H. L'hydratation du C_3A est aussi perturbée par l'éther cellulosique, ce dernier ralentissant la précipitation des hydroaluminates lorsque C_3A est seul en solution. Avec du gypse qui lui-même ralentit la précipitation de l'ettringite et des hydroaluminates, l'éther cellulosique retarde la précipitation de l'ettringite essentiellement lorsqu'il n'y a plus de gypse. La précipitation des hydroaluminates, instantanée sans éther cellulosique, est plus ou moins retardée selon l'éther de cellulose utilisé.

Müller a étudié ce phénomène de retard par plusieurs techniques [Müller 06] [Veyer 05]. Il est plus important pour les MHPC que pour les MHEC pour un même degré de substitution, et il dépend également du degré DS. Les éthers cellulosiques agissent directement sur l'hydratation de C_3S , mais plus le degré DS est faible, plus cet effet est fort.

L'hydratation de C_3A est contrôlée indirectement par les éthers de cellulose car ces derniers modifient le degré de saturation en $Ca(OH)_2$, mais cette modification dépend du degré DS. La précipitation de la portlandite varie donc en fonction du degré DS, car la diminution de la concentration de $Ca(OH)_2$ dans la solution est retardée ; par conséquent la précipitation de la seconde génération d'ettringite l'est également.

Les éthers celluloses s'adsorbent en plus grande proportion sur C_3S , cette absorption étant dépendante du degré DS. En absence de sulfates, ils s'adsorbent également sur C_3A alors qu'en présence de sulfate, cette adsorption est inhibée. Sur la portlandite, l'adsorption est dépendante du degré DS. Sur le gypse, l'adsorption est aussi dépendante du degré DS mais en plus faible proportion que sur C_3S . Sur l'ettringite, l'adsorption est indépendante du degré DS. Silva [Silva 06] a également observé le retard d'hydratation engendré par un MHPC sur C_3S et sur C_3A par microscopie aux rayons X. La cinétique globale d'hydratation de ces deux phases dans une solution contenant du MHPC est fortement retardée par la présence de ce dernier.

Knapen [Knapen 06C] a mesuré la quantité d'eau liée ainsi que le taux de portlandite jusqu'à 90 jours pour un mortier mélangé avec HEC (hydroxyéthylcellulose) et MC (methylcellulose) non plus sous forme de poudre redispersable mais en solution. L'auteur conclut qu'après deux jours, la quantité d'eau liée est similaire entre le mortier adjuvanté et le mortier ordinaire ; au bout de 90 jours, le mortier adjuvanté contient légèrement plus d'eau liée que celui non adjuvanté. Par contre, la quantité de portlandite diminue légèrement avec l'ajout de polymère. La formation de film de polymère est accentuée par sa forme liquide qui lui confère une plus grande affinité surfacique vis-à-vis des grains de ciment et une dispersion plus homogène dans la matrice cimentaire que les poudres redispersibles. En outre, la formation de pont de polymère entre les couches de portlandite dépend de l'éther cellulosique utilisé.

Brandt [Brandt 01] a étudié la dissolution de la bassanite et la précipitation du gypse en présence de 0,25 % (par rapport à la masse sèche) de MHEC en solution. L'auteur conclut que la dissolution de la bassanite est retardée ainsi que la nucléation et la croissance du gypse. La plus grande partie de la transformation de la bassanite en gypse se fait à haut degré de saturation. L'éther cellulosique interagit avec ces deux composés par son affinité avec leur surface. D'après cet auteur, le processus de diffusion des espèces ioniques semble le premier phénomène influencé par l'augmentation de la viscosité générée par l'éther cellulosique. Globalement, Metalssi [Metalssi 06] constate une diminution du degré d'hydratation avec l'augmentation de la teneur en éther cellulosique. Par contre, dans le domaine des proportions que nous allons utiliser dans la partie expérimentale, la différence sur le degré d'hydratation est faible (0,1 et 0,27% dans l'étude de l'auteur).

2.2.2.3.2. *Propriétés rhéologiques*

Les éthers celluloses sont des agents épaississants. La figure 6 montre les variations de la viscosité* d'un mélange aqueux contenant 0,01 M de NaCl à 20 °C en fonction de la teneur en MHPC pour un faible taux de cisaillement de $0,1 \text{ s}^{-1}$. Ce taux est considéré équivalent à l'étalement naturel du mortier induit par les forces de gravité. L'augmentation de la concentration en MHPC augmente la viscosité du mélange (Figure 2.5) [Khayat 95] [Khayat 98]. Le MHPC a une forte influence sur le comportement rhéologique pour un enduit monocouche. Il augmente sa viscosité, sa maniabilité et le temps ouvert en retardant l'hydratation et donc le temps de prise. Cet effet s'établit à partir de 0,08 % en masse et augmente jusqu'à 0,2 % (valeur maximale pour l'étude) [Paiva 06].

*la viscosité est une mesure de la résistance de la pâte à l'augmentation de la vitesse de l'écoulement, elle est représentative des frictions internes.

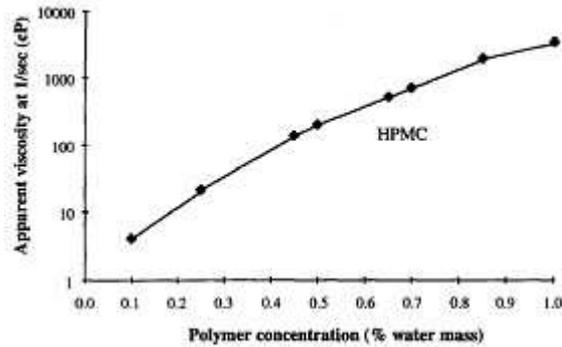


Figure 2.5 : viscosité apparente d'un mélange aqueux 0,01M de NaCl en fonction de la concentration en MHPC [Khayat 95]

2.2.2.3.3. Résistance au lessivage

Khayat a aussi fait des mesures de résistance au lessivage du béton contenant ou non un MHPC en se référant à la méthode décrite dans la procédure d'essai [CRD-C 49]. La dilution de ces bétons est largement diminuée avec l'utilisation de MHPC. La perte de masse des bétons adjuvanté MHPC est de l'ordre de 1 % contre 9 % pour des bétons ne contenant pas un MHPC (Figure 2.6) [Khayat 95] [Khayat 98].

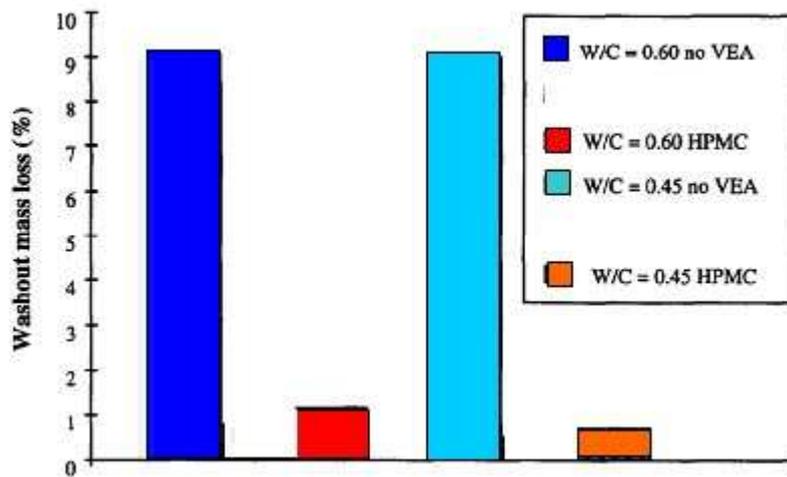


Figure 2.6 : perte de masse d'un béton contenant ou non un MHPC après trois immersions dans l'eau pour deux rapport E/C [Khayat 95] [CRD-C 49]

2.2.2.3.4. Résistances mécaniques et module d'Young

Khayat a mesuré la résistance en compression de bétons contenant ou non un MHPC. Les résistances des bétons contenant du MHPC sont légèrement inférieures à celles des bétons n'en contenant pas (Figure 2.7) [Khayat 98] [Khayat 96].

Fu et Chung [Fu 96] ont étudié l'influence de l'ajout d'un méthylcellulose (0,2 %-0,8 % par rapport à la masse de ciment). La résistance et la ductilité en traction augmentent avec la quantité de MHPC alors que la résistance en compression diminue.

Bertrand [Bertrand 04b] a quantifié l'effet de l'ajout d'un éther cellulosique (MHEC) sur la résistance en flexion 3 points et le module d'Young. Avec le mortier contenant l'éther de cellulose, la résistance en flexion diminue légèrement et le module d'Young est plus faible.

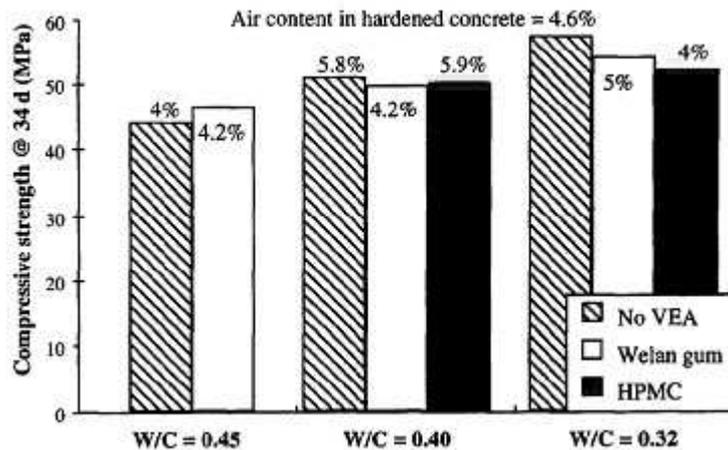


Figure 2.7 : résistance en compression à 34 jours pour des bétons en présence ou non de MHPC (HPMC sur le graphique) [Khayat 96]

2.2.2.3.5. Propriétés de transfert

Même en faible quantité, les MHEC ont la propriété de créer un réseau de micropores [Klemm 1997]. Les éthers celluliques engendrent un réseau poreux spécifique composé de bulles d'air (de 100 μm) connectées les unes aux autres par de fins canaux (de 0,1 à 1 μm). Avec une telle morphologie, ce réseau impose un régime hydrique mixte de flux capillaire et de diffusion de vapeur d'eau (Figure 2.8) [Malatrait 92]. Ceci permet d'expliquer, d'une part la plus faible perméabilité à l'eau liquide des mortiers adjuvantés, car la cinétique du régime hydrique contrôlé par les bulles d'air est plus rapide que la cinétique du régime hydrique des mortiers non adjuvantés ; d'autre part l'autre conséquence est la plus forte perméabilité à la vapeur d'eau des mortiers adjuvantés car la cinétique du régime hydrique contrôlé par les canaux est plus rapide que pour les mortiers classiques.

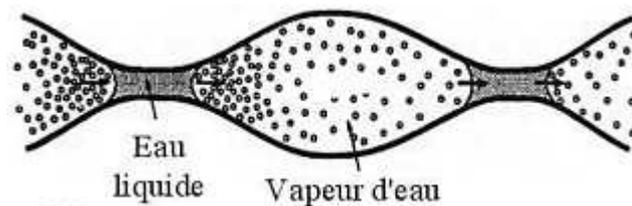


Figure 2.8 : modèle du réseau poreux dans un mortier contenant un éther cellulosique [Malatrait 92]

Ce réseau est spécifique aux éthers utilisés. En effet, les MHPC induisent un volume poreux important comparé à des HEC (hydroethyl cellulose). Concernant ces derniers, leur incorporation conduit à l'apparition d'une nouvelle classe de pores par comparaison à un mortier ne contenant pas de HEC (Figure 2.9) [Silva 01]. Les éthers de cellulose ont donc une influence sur la quantité, la taille, la mobilité de l'air entraîné et créent un réseau de bulles d'air. Pourchez [Pourchez 07] a mesuré la taille de ce réseau de bulles. Elles mesurent entre 50 et 250 μm et sont stabilisées durant les premières heures par la formation d'un film de polymère à l'interface air-eau [Jenni 05].

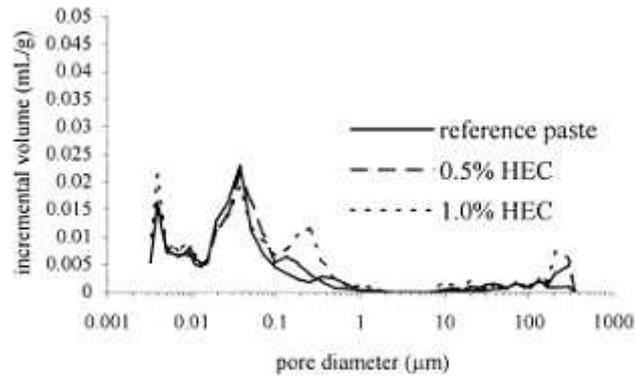


Figure 2.9 : distribution porosimétrique de pâte de ciment en fonction de la teneur en HEC [Silva 01]

Le MHPC diminue aussi la capacité de diffusion des ions chlorures [Kayat 96][Kayat 98] qu'il attribue à une meilleure homogénéité du matériau et à une diminution de la porosité de la zone de transition entre la pâte de ciment et les granulats. Hayakawa [Hayakawa 86] a aussi trouvé une plus forte cohésion entre la matrice cimentaire et les granulats avec l'ajout d'un méthylcellulose due à une diminution du ressuage et de la ségrégation. Les deux types d'éthers cellulosiques MHPC et MHEC confèrent au mortier une plus faible perméabilité à l'eau liquide et une plus forte perméabilité à la vapeur d'eau [Pourchez 06b], ce qui est en accord avec le modèle de réseau poreux décrit par Malatrait [Malatrait 92] (2.2.2.3.5).

2.2.3. Les latex

2.2.3.1. Présentation

Les latex sont des dispersions colloïdales de polymère stabilisées dans un milieu aqueux. Normalement, les latex sont instables dans de telles conditions du fait des mouvements browniens et des forces de Van der Waals. Ils sont donc stabilisés par l'ajout d'autres polymères, hydrophiles non chargés ou chargés. Avec des polymères non chargés, la stabilisation est dite « stérique » alors que pour les polymères chargés, elle est dite « électrostatique ». Une des caractéristiques des latex est la température minimale de formation de film (TMFF). En dessous de cette température, le polymère ne peut pas former de film continu. Dans les mortiers, il est nécessaire d'avoir une TMFF inférieure à la température de cure [Su 95]. Une autre température permet de caractériser les polymères, c'est la température de transition vitreuse (T_v en français, T_g en anglais). Elle correspond à la température de changement de comportement du polymère lorsqu'il passe de l'état vitreux, dur et relativement fragile à un état plus souple, se comportant alors comme un caoutchouc. Ils peuvent être sous forme liquide ou sous forme de poudre. Dans ce cas, on parle comme nous l'avons vu, de poudre redispersible du fait de leur séchage (Figure 2.10) par atomisation ou pulvérisation. Ainsi, ils peuvent mieux se disperser dans la matrice cimentaire. Un autre avantage est la possibilité de les mélanger par avance aux différents composants du mortier pour obtenir des sacs préformulés et ainsi pouvoir les stocker plus facilement. Lorsqu'ils sont sous forme liquide, on parle de résines, ajoutés à un catalyseur lorsqu'ils sont combinés au mortier ou béton. Plusieurs latex sont utilisés, comme le Styène-Butadiène (SBR), le Chlorure de Polyvinyle (PVDC), l'Acrylonitrile-Butadiène (NBR), le Polychloropène (CR), l'Esther Polyacrylique (PAE), l'Acétate de Polyvinyle (PVAC), le poly(Styène/Acrylate de n-butyle) (SA) ou encore le poly(Ethylène/Acétate de Vinyle) (EVA). Les mortiers modifiés latex sont utilisés dans de nombreux domaines de la construction en raison de leur résistance, de leur plus grande déformabilité, adhérence au support, imperméabilité et durabilité. Dans l'industrie, deux grandes applications sont la colle à carrelage et les enduits sur isolants [Jenni

05]. Dans cette présentation des latex, nous allons montrer l'influence et le mode d'action des latex. Par la suite, nous détaillerons la nature et les propriétés du latex EVA, utilisé dans notre étude.

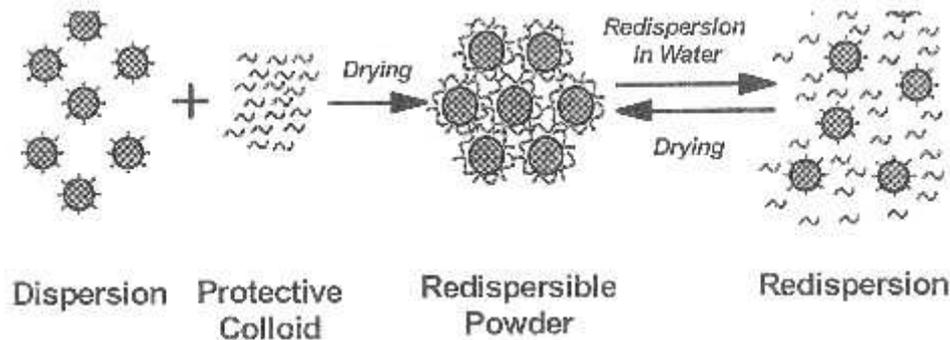


Figure 2.10 : principe de stabilisation d'un latex [Bonin 05]

2.2.3.2. Latex, interactions avec la matrice cimentaire, propriétés

2.2.3.2.1. Généralités

Lorsque le mortier contenant un latex est mélangé avec l'eau, l'hydratation du ciment se fait en même temps que la formation d'une phase pure de polymère correspondant à la coalescence des particules de polymères au moment de l'appauvrissement en eau de la matrice cimentaire.

Il se forme aussi une comatrice ciment-polymère formant un réseau où les deux phases s'interpénètrent et se lient ainsi aux granulats [Ohama 98]. Ohama [Ohama 98] propose un modèle d'interactions entre la matrice cimentaire et un latex. Quand le latex est mélangé au ciment, les particules de latex sont alors réparties de manière homogène dans la pâte. Durant l'hydratation, un gel de ciment hydraté se forme sur les grains de ciment anhydre et quelques particules de polymère se fixent sur ce dernier. Au fur et à mesure de l'hydratation, les particules de polymère encore dispersées sont de plus en plus confinées dans les pores capillaires. Plus l'eau est consommée, plus les particules de polymères coalescent pour former un film continu qui interpénètre la matrice cimentaire [Su 96]. Putterman décrit un modèle similaire [Putterman 99]. Ce modèle a été complété par Gemert [Gemert 04] en précisant la chronologie des étapes et en identifiant les différents composés formés. Juste après le mélange, les particules de ciment et de polymères sont dispersées dans l'eau, l'hydratation du ciment commence (Figure 2.11). Dans une seconde étape, une partie des particules de polymères se dépose sur la surface des grains de ciment et sur les granulats. Une partie du polymère peut coalescer pour former un film continu (Figure 2.11) qui enveloppe partiellement ou totalement les grains de ciment. Ce recouvrement retarde partiellement ou complètement l'hydratation du grain (Figure 2.11). Dans une troisième étape, l'hydratation se poursuit, la floculation et la formation d'un film sont possibles si la cure est « sèche ». Cela influence l'hydratation et le développement de la résistance au jeune âge. Dans la phase liquide, les hydrates précipitent, se combinent au polymère (Figure 2.11) et des particules de polymère restent isolées dans la matrice. Dans la dernière étape, l'hydratation et la formation du film se terminent. Le film se forme au sein des hydrates, au fur et à mesure que la quantité d'eau diminue dans les pores de la solution. C'est lors de cette phase que la plus grande partie de la déformabilité et de la résistance est obtenue pour le mortier (Figure 2.11). Les conditions de cure sont très importantes, les meilleures propriétés étant obtenues par une cure

sèche suivie d'une cure humide. Cette cure permet aux particules restantes de polymères de compléter le film par une nouvelle floculation et une nouvelle coalescence. La Figure 2.12 (a) décrit le phénomène de coalescence des particules de latex aboutissant à la formation d'un film continu de matière autour d'un hydrate [Ohama 98]. Ohama donne le schéma du mécanisme réactionnel entre un latex carboxylique et le ciment Portland [Ohama 98], Figure 2.12 (b)).

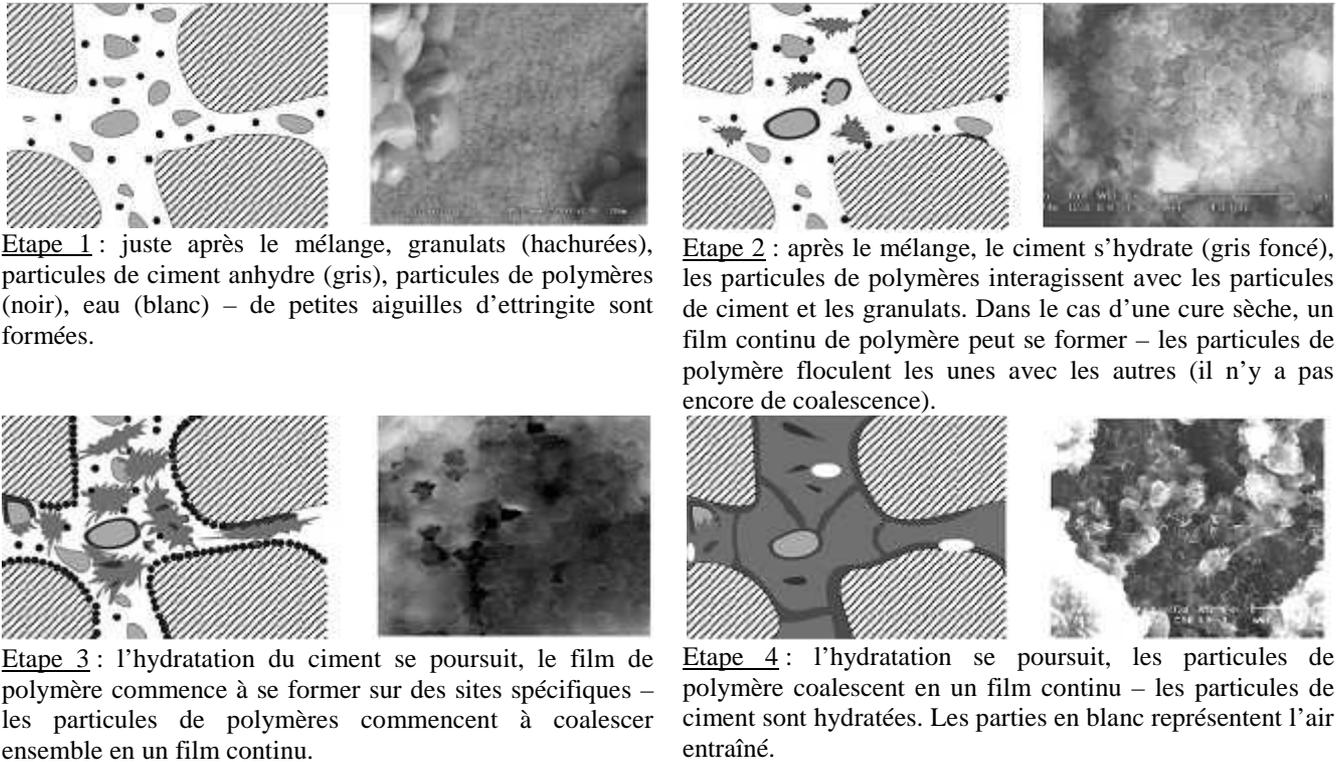


Figure 2.11 : modèle d'interactions entre la matrice cimentaire et un latex lors de l'hydratation du ciment d'un mortier modifié latex [Gemert 04]

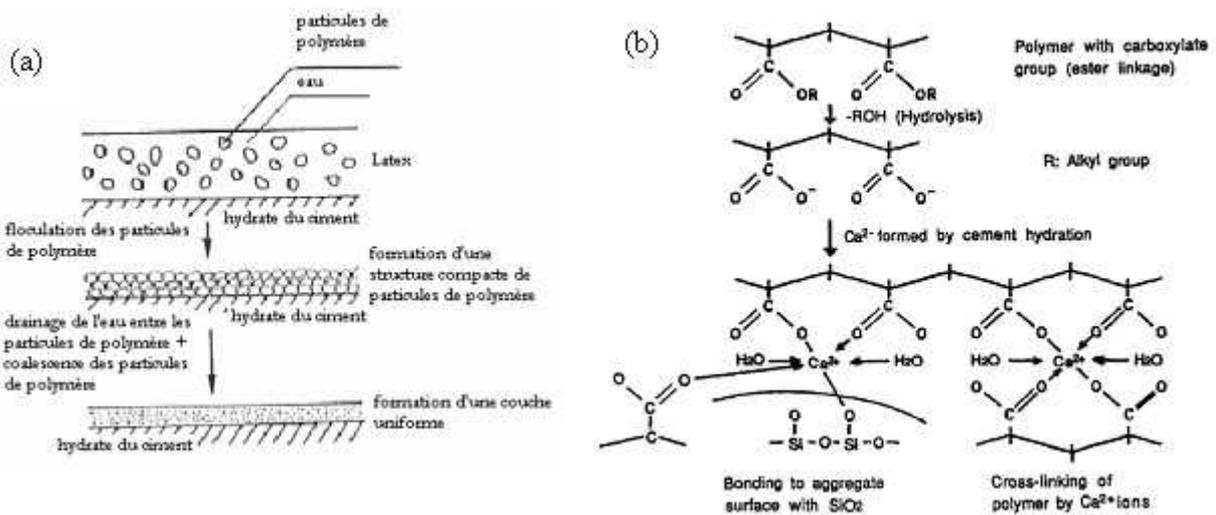


Figure 2.12 : (a) formation du film de latex et (b) mécanisme réactionnel entre un latex carboxylique et le ciment Portland [Ohama 98]

La Figure 2.13 présente un schéma réactionnel entre les grains de ciment et un latex SBR [Zeng 96].

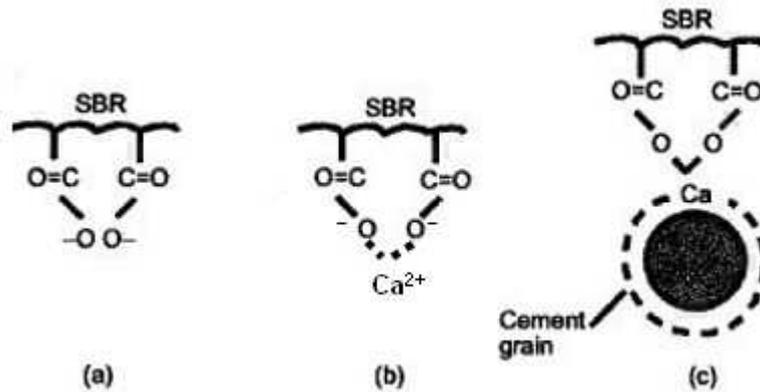


Figure 2.13 : schéma réactionnel entre un latex SBR et un grain de ciment (a) ionisation du carboxyle (b) interaction avec les ions de calcium dans la solution (c) liaison avec un grain de ciment [Zeng 96].

Afridi [Afridi 95] a comparé la capacité de formation du film en fonction de la forme des latex utilisés (poudre ou liquide) et de la proportion dans le mélange. Il conclut que les polymères liquides forment un film de meilleure qualité que ceux sous forme de poudre pour lesquels le film est moins uniforme et dont l'aspect diffère. Pour les latex sous forme liquide, un film continu se forme à partir de P/C = 5 %, alors que sous forme de poudre, la formation du film dépend du latex utilisé. Par contre, à partir de P/C = 10 %, il observe la formation d'un film continu pour les deux types de latex.

Cette formation du film continu de polymère est remise en cause par Boutti pour des latex styrène-butyl-acrylate. Dans son étude, avec des taux de latex de 5 % en masse par rapport au ciment, le latex n'interagit pas avec la matrice cimentaire [Boutti 07]. Pascal observe qu'avec un latex styrène-butadiène, le latex forme un film et se mélange avec la fumée de silice, mais que le polymère s'organise en réseau (film continu) que pour des teneurs suffisantes en latex (à partir de P/C = 10 %). Il observe également une filmification au niveau des faces externes des éprouvettes de mortier [Pascal 02] [Pascal 03].

2.2.3.2.2. Hydratation

Les latex diminuent le taux d'hydratation du ciment à cause de la dispersion du polymère et de son adsorption, mais aussi à cause du système de stabilisation utilisé [Ramakrishnan 94] d'après [Kardon 97] [Vallée 03] [Merlin05]. Goto a étudié plusieurs latex (latex acrylique et éthylène/acétate entre autres) avec des stabilisations différentes dans une solution diluée de ciment [Goto 06]. Jusqu'à une concentration seuil, l'influence sur le ralentissement de l'hydratation est identique, puis passé ce seuil, la nature du système de stabilisation (chargé ou non chargé) engendre des comportements opposés sur cette cinétique. L'auteur a également étudié l'influence de latex commerciaux que nous traiterons dans le paragraphe 2.2.3.3. Cette étude a permis de voir les effets des fonctions carboxylates du système de stabilisation. Ces dernières forment des chélates avec les ions de la solution interstitielle. Le latex lui-même semble participer à la consommation des ions calcium, ce qui peut influencer la germination des hydrates. Les sulfates semblent diminuer ces interactions. Les différents latex influent plus ou moins sur les périodes de germination et de croissance et sur le degré d'hydratation du ciment [Goto 06] [Su 90]. Ils agissent donc plus ou moins sur les périodes d'induction et d'accélération. Le retard d'hydratation sur une pâte de ciment a aussi été observé ainsi que l'absorption du latex sur le ciment. L'affinité du latex vis-à-vis du ciment vient essentiellement de son affinité pour C_3S [Merlin 04] [Goto 06].

Les latex influent sur la cristallisation et la quantité de portlandite formée [Vallée 99]. En effet, ils se déposent sur elle et entre ses lamelles, cette affinité étant toutefois dépendante de la nature du latex [Rottstegge 05]. Il ressort de ces études que les paramètres influents des latex sur l'hydratation sont la TMMF, la réticulation du latex, le type de monomère, le taux de latex introduit et le système de stabilisation. La teneur en portlandite diminue avec l'ajout de latex, ce qui peut être assimilé à une diminution de l'hydratation des mortiers « modifiés latex » [Ollitrault-Fichet 98].

Par contre, avec une cure humide et une quantité optimisée de SBR, l'hydratation est accélérée et le taux d'hydratation augmente. Cela modifie la nature et la stabilité de certains hydrates. L'ettringite formée est par exemple plus stable [Wang 06]. La quantité de cette dernière peut être plus importante [Rottstegge 05]. Des interactions chimiques peuvent favoriser la formation de structures complexes et la modification de la morphologie des phases hydratées, en particulier celle de la portlandite [Janotka 96]. Selon le latex utilisé, l'hydratation peut être concurrencée par les produits de décomposition du latex qui réagissent avec les ions calcium [Gomes 05].

2.2.3.2.3. Maniabilité, air entraîné, rétention d'eau

L'ajout de latex améliore aussi la maniabilité du mélange ; le mortier nécessite alors moins d'eau pour une même consistance [Su 95] [Saija 95] [Barluenga 04]. Le polymère lui-même ou le surfactant le stabilisant réduisent la ségrégation [Su 95]. Le système de stabilisation (surfactant ou émulsifiant) a tendance à entraîner de l'air dans le mortier frais. Une quantité d'air excessive génère une réduction des valeurs de résistances. La proportion volumique d'air entraîné des mortiers modifiés latex se situe entre 5 et 20 % et celle des bétons modifiés latex autour de 2 % [Ohama 98] [Su 95]. Cette quantité d'air entraîné peut être contrôlée par des agents anti-mousse. Ces derniers permettent d'éviter un entraînement d'air excessif lors du malaxage.

Lorsque le latex est sous forme liquide, le fait de mélanger le ciment, le sable et l'eau préalablement à l'ajout du latex diminue la quantité d'air entraîné [Kim 97]. Cette quantité dépend également de la taille des granulats. Si elle est contrôlée, elle est utile pour améliorer la résistance au gel-dégel. Pour des pâtes de ciment, elle diminue avec l'augmentation du taux de latex [Chen 97] [Chung 04]. Les latex augmentent la rétention d'eau du fait des propriétés hydrophiles des particules colloïdales et du fait de la formation du film de polymère qui empêche le départ d'eau (Figure 2.14) [Afridi 95] [Saija 95] [Ohama 98] [Capener 05]. Cependant, vis-à-vis de l'évaporation, il semble que la présence de latex augmente plus ou moins la cinétique et la quantité d'eau évaporée selon le type de latex introduit [Vallée 99]. Le temps de début de prise est augmenté avec l'augmentation du rapport P/C [Pascal 02].

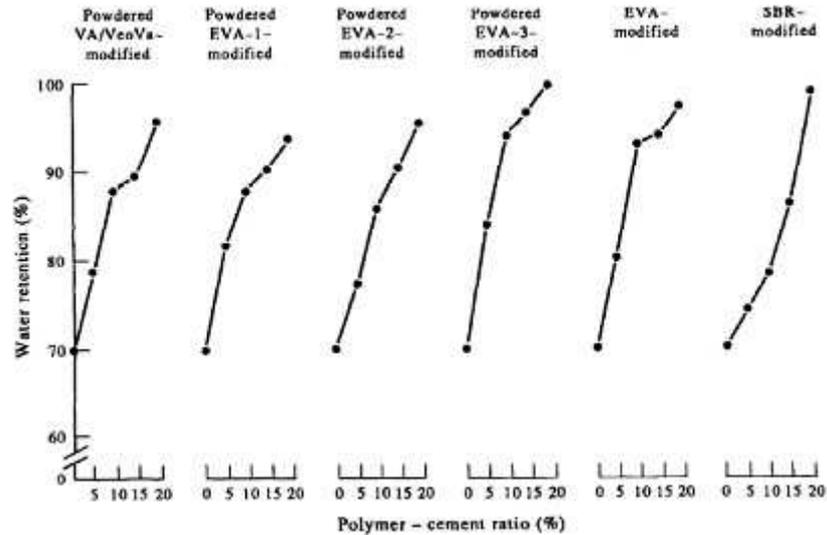


Figure 2.14 : rétention en eau de différents mortiers adjuvants latex [Afridi 95]

2.2.3.2.4. Résistances mécaniques

Pour des pâtes de ciment, la ténacité et la résistance en flexion augmentent avec le taux de latex ajouté. Pour une même maniabilité, les résistances en flexion et en traction augmentent tandis que la résistance en compression reste identique à celle du mortier non adjuvanté. En revanche, si le rapport E/C est maintenu constant, les résistances diminuent [Shaker 97][Ohama 98] [Sakai 95][Saija 95] [Schulze 01][Bureau 01] [Chen 97] [Chung 04] [Pascal 02] [Çolak 04] [Barluenga 04] [Goto 06]. La nature et le nombre de substituants ont une influence sur ces résistances (Figure 2.15 (a)). En général, plus la proportion de latex est grande plus ces résistances sont élevées jusqu'à l'ajout d'une quantité seuil où cet effet est inversé (Figure 2.15 (a)). Les conditions de cure ont également une influence sur les résistances en flexion et en compression. (Figure 2.15 (b)) [Ohama 98].

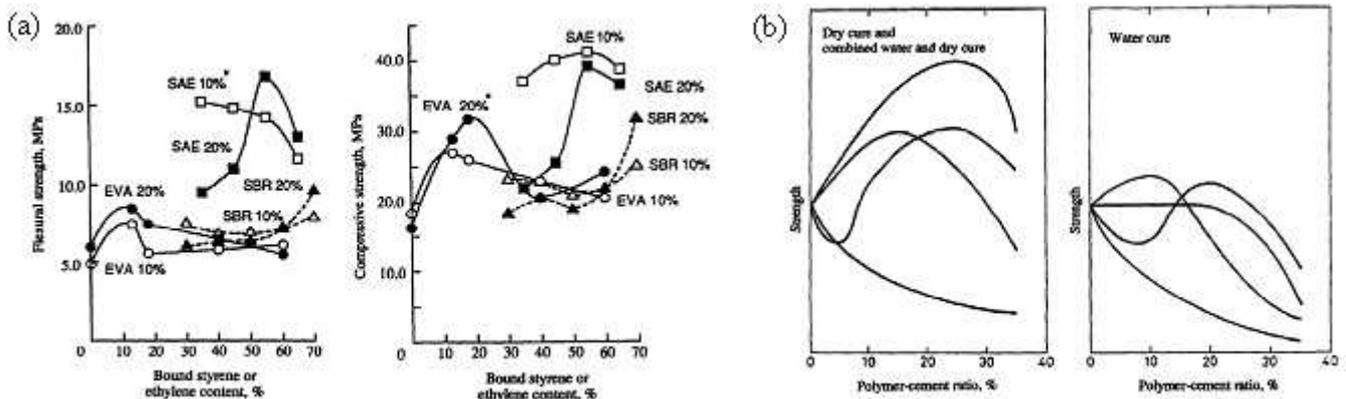


Figure 2.15 : (a) résistances en flexion et en compression de mortiers modifiés latex en fonction du taux de substitution et du taux de latex, (b) résistances en fonction de la cure subie par le mortier et différents latex [Ohama 98]

Ces augmentations sont à relier à l'amélioration globale de la liaison entre les grains de ciment par le latex, à la formation du film de polymère et au pontage des micro-fissures par le polymère [Ohama 98] [Shaker 97] [Bureau 01][Pascal 02][Pascal 03][Jenni 05][Jingang 05]. Zhong observe une augmentation de la résistance en compression et une continuité des valeurs de résistances en flexion, ce qu'il associe à la bonne résistance en traction des films de polymère [Zhong 02]. Toutefois, Dennington et Justnes [Dennington 97] ont montré que

la présence du film n'est pas nécessaire à l'amélioration des propriétés mécaniques si le latex utilisé est apte à former des complexes avec les minéraux du ciment. Comme nous l'avons déjà énoncé, cette formation du film de polymère est remise en cause par Boutti pour des taux de latex styrène-butyl-acrylate de 5 % en masse par rapport au ciment. Pour les latex étudiés dans son travail et pour un tel taux, le latex n'influe pas sur les propriétés mécaniques [Boutti 07]. Goto [Goto 06] précise bien que les améliorations des propriétés mécaniques dépendent de la nature du latex et du système de stabilisation, du ciment, des granulats et des proportions du mélange (rapport P/C, rapport E/C, quantité d'air occlus par exemple). En outre, les mortiers modifiés latex perdent un peu de leur résistance quand ils sont immergés. Cette diminution est plus significative pour la résistance en flexion, mais malgré tout, leurs résistances restent supérieures à celles des mortiers ne contenant pas d'adjuvants. La déformabilité des mortiers adjuvantés augmente et leur module d'élasticité diminue [Ohama 98] [Anagnostopoulos 02] [Barluenga 04] [Goto 06].

Une étude industrielle sur des mortiers contenant un latex (vinyl acétate / éthylène) montre que la déformabilité d'une fine couche de mortier colle augmente avec le taux de polymère introduit (jusqu'à 8% d'addition). Elle dépend de la température de l'essai et de la température de transition vitreuse (T_g) du latex (Figure 17) [Zhang 07].

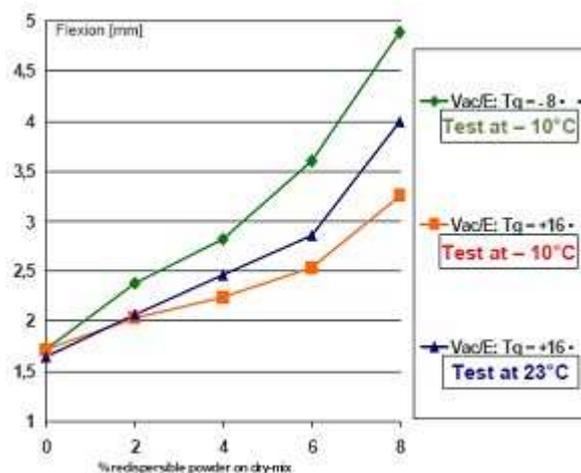


Figure 2.16 : essai de flexion trois points sur des mortiers adjuvantés latex (vinyl acétate / éthylène), T_g est la température de transition vitreuse [Zhang 07]

2.2.3.2.5. Porosité

Généralement, la porosité totale tend à diminuer avec une augmentation du rapport P/C [Ohama 87] [Sumathy 97]. Le nombre de pores de grande taille ($> 0,2 \mu\text{m}$) diminue dans ces mortiers, contrairement au nombre de petits pores ($< 75 \text{ nm}$) qui augmente considérablement (Figure 2.17) [Ohama 87]. Avec un latex styrène-butadiène, pour un certain taux de polymère (P/C entre 7,5 et 10 % en masse), le volume apparent des pores capillaires diminue et la répartition des tailles des pores se décale vers les petits diamètres [Pascal 02][Ollitrault-Ficher 98]. Ces modifications dans la distribution de la taille des pores contribuent à la diminution de la perméabilité et à l'amélioration de la durabilité des mortiers modifiés latex. Dans l'étude de Vallée [Vallée 99], bien que la porosité totale diminue avec l'introduction de latex, la distribution de la taille des pores n'est pas fondamentalement modifiée. Selon cet auteur, le latex comble indifféremment toutes les catégories de pores.

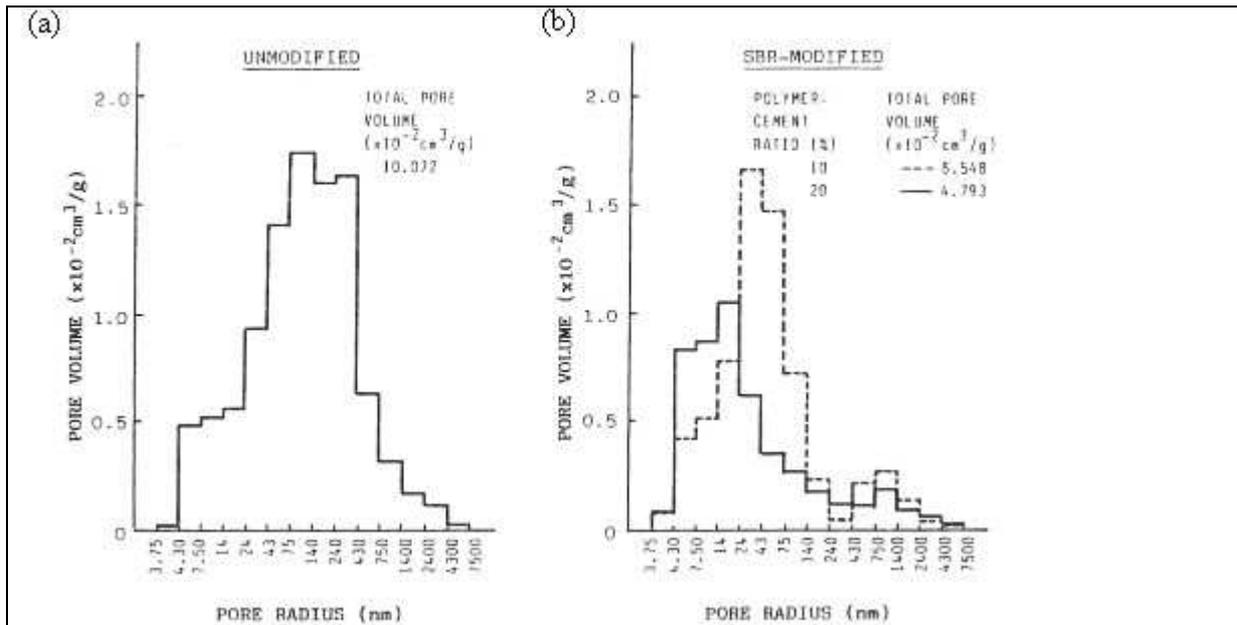


Figure 2.17 : distribution porosimétrique d'un mortier. (a) sans latex SBR, (b) avec latex SBR [Ohama 87]

2.2.3.2.6. Perméabilité

L'ajout de latex diminue l'absorption d'eau, la perméabilité à l'eau liquide et à la vapeur d'eau [Saija 95] [Ray 95][Sumathy 97][Ohama 98]. Cette dernière diminue d'autant plus que P/C augmente. Comme la perméabilité des mortiers adjuvantés est faible en comparaison aux mortiers ordinaires, ils ont une plus grande résistance à la pénétration des ions chlorures. La perméabilité au CO_2 et à O_2 est aussi réduite. Ainsi, la résistance à la carbonatation de mortier stocké à l'abri ou à l'extérieur est remarquablement améliorée pour la plupart des latex (Figure 2.19) [Ohama 87]] [Ohama 98]. Le latex diminue aussi la diffusivité des ions chlorure grâce à la capacité d'élongation du film de polymère [Zhong 02].

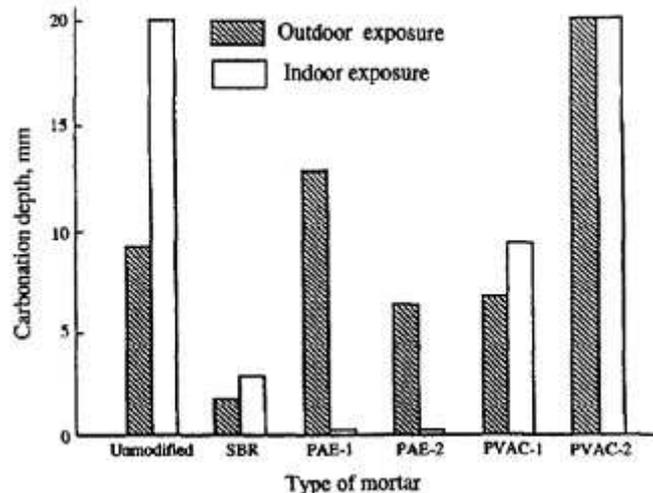


Figure 2.18 : épaisseur de carbonatation en fonction des conditions environnementales pour des mortiers contenant ou non un latex [Ohama 87]

formation d'ettringite dans les premières heures d'hydratation. De fines particules de polymère ou de phases polymère-inorganiques se concentrent autour des grains de C_3A , ralentissant l'hydratation. Le film de polymère ne se forme pas dans la solution de C_3A , contrairement à la solution de C_3S .

Goto [Goto 06] a étudié plusieurs latex dont le latex EVA (latex industriel que nous avons utilisé dans la partie expérimentale de notre étude). Cette étude permet de voir l'effet d'un latex couramment utilisé dans l'industrie des mortiers sur les comportements induits par son addition dans une matrice cimentaire. En solution diluée, il modifie le temps d'hydratation des silicates et retarde la précipitation de la portlandite. Le rapport P/C influe sur la précipitation de la portlandite, mais comparé à un autre latex industriel, cet effet est moindre. Avec un taux inférieur à 6 % en masse, le retard sur la précipitation de la portlandite est nul. L'étude de Goto [Goto 06] a montré que le système de stabilisation (alcool polyvinylique) est essentiellement responsable de ce retard.

Sur des pâtes de ciment contenant du latex, le retard d'hydratation débute à partir d'un certain taux de recouvrement des phases par le latex. Ce degré de recouvrement de la pâte et les retards observés sur l'hydratation sont supérieurs à ceux observés en solution diluée.

Les particules de latex sont des sites de nucléation servant à la germination-croissance des hydrates. Ces particules ont une affinité pour les ions Ca^{2+} . L'affinité du latex EVA envers le ciment provient de l'affinité particulière pour C_3S [Goto 06]. Contrairement à Silva, Goto pense que cette affinité provient de l'alcool polyvinylique. Le retard d'hydratation est dû à une augmentation de la période d'accélération et à une modification du mode de croissance des hydrates. A la fin de la période d'accélération et à moins de 7 % en masse par rapport au ciment, le degré d'hydratation de la pâte adjuvantée est supérieur à celui de la pâte de ciment pure. Pour des taux supérieurs, le degré d'hydratation est plus faible. Le degré d'hydratation peut donc être relié au retard d'hydratation. Ce retard d'hydratation est aussi observé par Messan [Messan 06] qui note une augmentation de la durée de la période dormante. Par ailleurs, le degré d'hydratation peut être relié à la quantité de portlandite formée, l'ajout de latex EVA fait chuter cette quantité, ce qui est également relevé par Betioli [Betioli 07]. Par contre, l'eau liée se trouve en quantité plus importante dans la pâte de ciment. Au bout de 24 heures, la quantité d'eau liée est la même pour une pâte contenant 5 % ou 10 % de latex en masse [Betioli 07].

L'alcool polyvinylique n'est pas seulement utilisé comme système stabilisant des latex, il peut également être utilisé seul dans les formulations de mortier [Ohama 98]. Comme il est utilisé en quantité non négligeable dans le latex EVA que nous utilisons dans la partie expérimentale, il convient de montrer son influence propre sur les propriétés d'un mortier. Il améliore la maniabilité, augmente la rétention d'eau mais peut faire chuter la résistance en compression du fait de l'entraînement de l'air lors du mélange. Mélangé avec des cendres volantes, la résistance en compression est augmentée et la porosité est réduite. Il améliore la cohésion du mortier [Kim 98] [Kim 99a] [Singh 01] et il n'affecte pas à long terme l'hydratation du ciment [Mansur 07].

2.2.3.3.3. Rhéologie

Le latex EVA modifie la rhéologie d'une pâte de ciment [Goto 06] [Betioli 07]. Le seuil d'écoulement* est inférieur à celui de la pâte de ciment pure. En présence de latex, la pâte revient plus rapidement à son état d'équilibre lorsqu'elle subit du cisaillement [Goto 06]. La

*le seuil d'écoulement représente la force minimale nécessaire pour briser les interactions qui existent au sein du matériau frais et initier un mouvement, il correspond donc à la « résistance à la mise en écoulement » et ainsi à une estimation de la solidité de la structure de la pâte.

viscosité de pâte contenant du latex augmente par rapport à une pâte non adjuvantée [Goto 06].

Par ailleurs, la période de consolidation de la pâte est étendue par l'agglomération des particules de polymère qui crée une barrière vis-à-vis de l'eau sur les grains de ciment et stabilise le mélange (effet stérique) [Betoli 07].

2.2.3.3.4. Propriétés mécaniques

Le module élastique dynamique diminue avec l'augmentation du taux de latex EVA. Cependant, avec EVA, il faut en ajouter plus par rapport aux autres type de latex pour obtenir une diminution du module similaire [Goto 06]. Des observations au microscope électronique à balayage (MEB) montrent que la pâte est très compacte et parsemée d'inclusions de portlandite [Goto 06]. Un module élastique obtenu par simulation est en accord avec ces résultats [Messan 06]. La résistance en flexion augmente jusqu'à P/C=15 % dans la pâte de ciment. En revanche, la résistance en compression diminue avec l'augmentation du taux de latex dans le mélange [Goto 06]. Sakai observe les mêmes comportements avec un béton contenant un latex EVA mais la diminution de la résistance en flexion commence à partir d'environ 8 % [Sakai 95]. Messan observe un comportement opposé au jeune âge (12, 24 et 48 heures). Lorsque les essais sont effectués avec un temps de séchage modéré, les résistances en flexion à 48 heures sont supérieures à celles du mortier non adjuvanté latex [Messan 06].

2.2.3.3.5. Porosité

Le volume des pores se situant entre 7,5 et 75 nm de diamètre diminue avec l'augmentation de la teneur en latex EVA (Figure 2.20) [Ohama 90]. L'addition de latex EVA modifie également la distribution porosimétrique d'une pâte de ciment (Figure 2.21). A 10 % d'addition, la classe de pores située entre 10 et 250 nm s'élargit. A 20 %, la proportion de cette classe de pores augmente fortement et se situe alors entre 16 et 160 nm. Cette modification de la porosité peut s'expliquer par le colmatage des pores par le film de latex. Le latex EVA augmente le nombre de pores capillaires et le nombre de pores dus à l'air entraîné (entre 10 et 1000 nm).

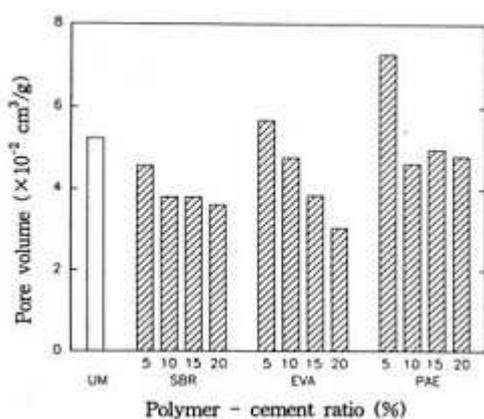


Figure 2.20 : volume de la classe poreuse de mortier contenant ou non un latex se situant entre 7,5 et 75 nm [Ohama 90]

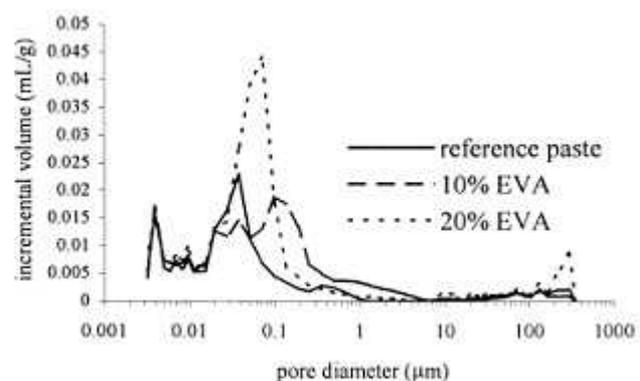


Figure 2.21 : distribution porosimétrique obtenue par intrusion de mercure de pâte de ciment contenant ou non un latex EVA [Silva 01]

2.2.4. Les entraîneurs d'air et les agents hydrofuges

2.2.4.1. Les entraîneurs d'air

Ce sont des adjuvants qui permettent la formation, au moment du malaxage, d'un réseau uniforme de petites bulles d'air qui subsistent dans la matrice cimentaire durcie. L'air entraîné est à différencier de l'air occlus (air normalement emprisonné lors de la mise en place du mortier). Les entraîneurs d'air permettent une meilleure mise en place du mortier frais mais réduisent les résistances [Powers 68][Baron et Ollivier 96][Du 05][Ouyang 07]. Cette diminution peut être compensée par une plus faible quantité d'eau ajoutée du fait de l'amélioration de la maniabilité. Ils diminuent la ségrégation et le phénomène de ressuage, mais leur principale propriété est l'amélioration de la résistance au processus de gel-dégel. Il existe quatre familles principales d'entraîneur d'air [Ramachandran 02]. :

- les résines naturelles du bois (résine Vinsol),
- les composés sulfatés et sulphonatés ,
- les détergents synthétiques,
- les acides gras organiques.

Leur teneur dans le mélange sec est généralement comprise entre 0,05 et 1 % par rapport à la masse de ciment. Ils permettent de stabiliser les bulles d'air créées lors du malaxage en empêchant leur coalescence. Ces adjuvants sont des molécules tensio-actives avec une partie hydrophile et une partie hydrophobe. La première est tournée vers l'eau et la seconde est tournée vers l'air, ce qui permet aux entraîneurs d'air de tapisser les bulles et ainsi de les séparer entre elles. Ce sont des molécules qui abaissent la tension superficielle de l'eau (cas des entraîneurs d'air surfactants, contenant des groupes SO_4 , SO_3 ou OH). La stabilité du réseau de fines bulles est améliorée par leur affinité avec les minéraux, on parle alors d'une stabilité électrochimique [Jolicoeur 98]. Certaines molécules peuvent réagir avec la portlandite, formant ainsi un précipité insoluble qui tapisse les bulles. C'est le cas pour certains entraîneurs d'air qui ne réduisent pas la tension superficielle de l'eau (résine vinsol, adipate de sodium, oleate de sodium etc.) et qui forment avec la portlandite des sels de calcium insolubles [Chatterji 03]. La taille des bulles est importante car c'est un facteur influent pour la résistance au gel-dégel. Plus le réseau sera fin, plus la résistance au gel-dégel sera bonne. Powers a effectué des mesures du diamètre des bulles en fonction de l'entraîneur d'air utilisé [Powers 68] [Baron et Ollivier 96]. Ces diamètres varient entre 71 et 128 μm pour des pâtes de ciment malaxées pendant 4 minutes à 1000 tours/minute. Comparées aux grosses bulles provenant de l'air occlus, les bulles engendrées par l'entraîneur d'air sont sphériques et ont un diamètre compris entre 10 μm et 1 mm. Leur diamètre moyen est de 50 μm . L'entraînement de l'air est un processus complexe qui est dépendant de nombreux facteurs :

- la méthode de mélange,
- la proportion des composants du mortier,
- les caractéristiques des granulats (forme et répartition granulométrique),
- les propriétés physiques et chimiques du ciment (plus le ciment est fin, plus la quantité d'entraîneur d'air à ajouter est importante),
- la quantité et la qualité de l'eau de malaxage (dureté, etc.),
- la teneur en agent entraîneur d'air,
- la présence d'autres ajouts organiques, inorganiques ou de déchets de procédés de fabrications industrielles incluant les cendres volantes [Zhang 96][Peng 07],
- la température et la méthode d'application [Du 05].

Par exemple, si la prise du mortier est trop retardée, la stabilité des bulles d'air peut être affectée et leur nombre ainsi diminué. La présence plus ou moins importante de certains ions lors de l'hydratation peut influencer ce nombre. La stabilité du réseau de bulles peut être modifiée par les interactions avec d'autres adjuvants, soit par incompatibilité chimique, soit par le changement de consistance de la pâte. Avec des superplastifiants, leur teneur doit être moindre. Cette stabilité ou le nombre de bulles stabilisées peuvent être gênés par une fonction secondaire d'entraînement d'air d'un autre adjuvant. Par contre, la finesse du mélange sec demande une plus grande teneur en entraîneur d'air [Durekovic 90]. De plus, le fait que les grains de ciment puissent interagir avec les molécules des entraîneurs d'air retarde l'hydratation du ciment, en particulier l'hydratation du C_3S [Ramachandran 02].

En conclusion, il est important de retenir que les entraîneurs d'air ne génèrent pas les bulles mais qu'ils les stabilisent. Pour l'instant, leur ajout est fait de manière empirique car comme nous l'avons vu, de nombreux facteurs influencent leur mode d'action.

2.2.4.2. Les agents hydrofuges

Dans ce paragraphe, il est question d'hydrofuge de masse en poudre introduit au moment du malaxage et non de traitement hydrofugeant postérieur à la mise en place du mortier, ce dernier consistant en une pulvérisation ou une imprégnation de composés silanes, siloxanes ou une combinaison des deux sur un mortier durci [Frattolillo 05] [Maravelaki-Kalaitzaki 07] [Medeiros 07]. Les hydrofuges de masse sont formulés avec différents composés :

- stéarates de calcium, d'ammonium, de magnésium, de butyle ;
- silanes ;
- siloxanes ;
- silicones ;
- longue chaîne d'acides carboxyliques ;
- résines acryliques [Capener 05].

Ce sont des produits qui réduisent la perméabilité aux fluides et/ou l'absorption capillaire. Ils agissent physiquement en bouchant les pores capillaires grâce à leurs particules hydrophobes à hautes surfaces spécifiques. Il peut se créer des précipités insolubles par réaction avec la chaux, créant ainsi des cristaux légèrement expansifs qui bouchent les capillaires. Les agents hydrofuge sont utilisés dans les enduits, les chapes étanches, les citernes, les réservoirs, les piscines, dans tous les domaines où le mortier est en contact avec l'eau. Leur proportion par rapport à la masse de ciment est de l'ordre de 0,1 % à quelques pour-cent. Une étude sur des bétons montre que l'ajout d'un hydrofuge de masse à base de stéarate a une influence minime sur les valeurs d'affaissement du béton, sur le retrait à 140 jours et sur les résistances en compression [Cusson 05]. Par ailleurs, l'efficacité des agents hydrofuges dépend de la composition du mortier et de la présence de chaux hydratée ou de cendres volantes [Nordmeyer 07]. Cet auteur a mesuré l'absorption de l'eau par différents mortiers contenant un agent hydrofuge. Il observe une réduction de l'absorption de l'eau par les mortiers adjuvantés (Figure 2.22).

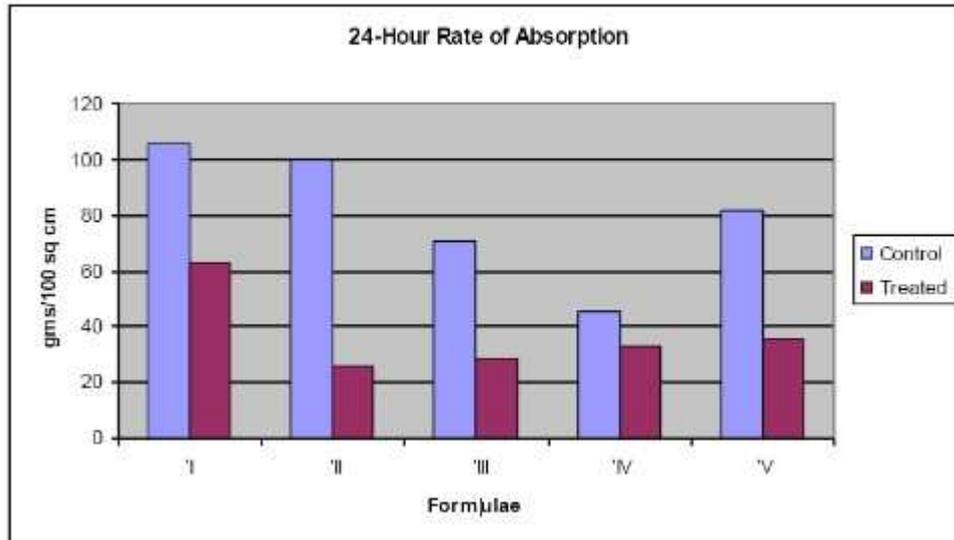


Figure 2.22 : taux d'absorption en eau pour des mortiers contenant un hydrofuge de masse (« en magenta sur la figure ») ou non (« en bleu » dans le graphique) [Nordmeyer 07]

Bonin observe également une diminution croissante de l'eau absorbée lorsque le taux en agent hydrofuge augmente (Figure 2.23) [Bonin 05].

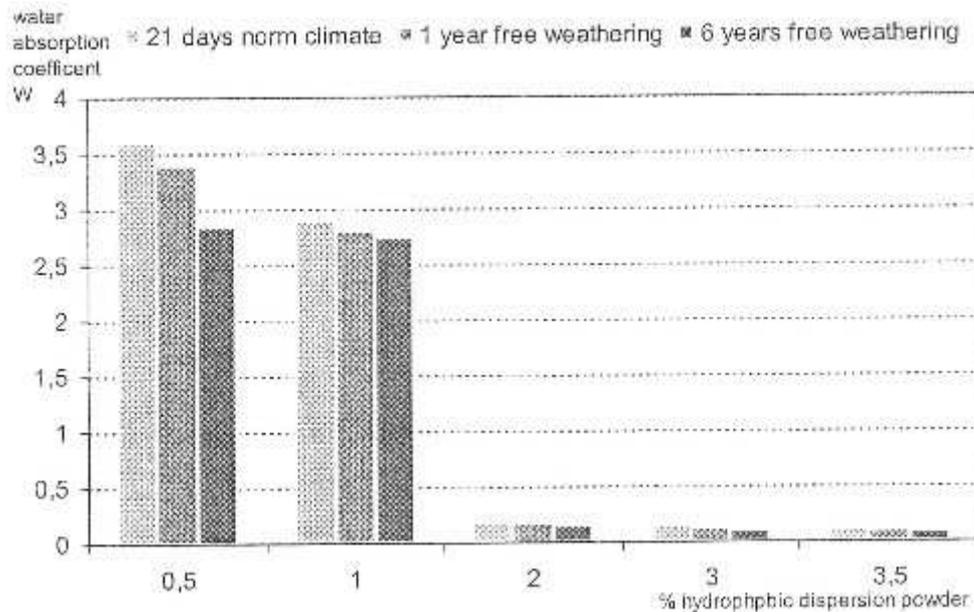


Figure 2.23 : absorption en eau d'un mortier en fonction de sa teneur en hydrofuge de masse [Bonin 05]

Hekal a étudié l'influence d'acides gras à longue chaîne comme l'acide stéarique sur l'hydratation de pâtes de ciment. Il observe un léger retard dans l'hydratation du ciment, en particulier pour les teneurs les plus élevées en agent hydrofuge [Hekal 99]. Cet auteur conclut aussi que les adjuvants hydrofuges (acide stéarique et huile de céréales) réduisent fortement l'absorption de l'eau, abaissent légèrement la densité apparente des pâtes de ciment et modifient la morphologie des phases C-S-H [Hekal 00].

2.2.5. Influence combinée de plusieurs adjuvants

2.2.5.1. Généralités

Lorsque plusieurs adjuvants sont ajoutés dans une même formulation de mortier, ils peuvent présenter des incompatibilités. Par exemple, les dérivés de la cellulose ne peuvent pas être utilisés avec des composés à base de naphthalène. L'utilisation d'un agent réducteur d'eau (plastifiant) avec une solution aqueuse contenant un dérivé cellulosique engendre une augmentation anormale de la viscosité. Ce phénomène a été observé avec un MHPC et un composé à base de naphthalène [Kayat 98]. L'étude de Cusson montre que l'ajout d'un agent hydrofuge dans un béton perturbe l'efficacité de l'entraîneur d'air présent [Cusson 05]. L'effet d'un entraîneur d'air peut aussi être perturbé par une fonction secondaire d'entraînement d'air d'un autre adjuvant. En effet, la solution interstitielle peut être modifiée par la présence d'adjuvant comme les latex ou les éthers de cellulose. De plus, au cours de l'hydratation, les ions peuvent être présents avec une forte concentration dans cette solution (Ca^{2+} , Al^{3+} , Na^+ , K^+ , OH^- , SO_4^{2-}). Comme ces ions peuvent affecter l'entraînement de l'air et la stabilité d'un système de stabilisation et que leur teneur peut être affectée par des adjuvants, il peut en résulter une perte de propriété de la part d'un entraîneur d'air ou d'un éther cellulosique par exemple. En outre, l'agitation de ces ions lors du malaxage peut favoriser ce processus [Du 05].

2.2.5.2. Hydratation

Une étude préliminaire montre que le retard d'hydratation engendré par des latex stabilisés stériquement ou électrochimiquement et par des éthers cellulosiques sont cumulables lorsque ces deux adjuvants sont ajoutés simultanément [Pourchez 06a]. A consistance égale, par l'intermédiaire de la mesure du retrait au jeune âge, Capener montre une différence dans la période dormante de l'hydratation du ciment dans le cas de mortiers adjuvantés MHEC, latex et agent entraîneur d'air. Lorsque la teneur en eau est maintenue constante, ou pour des mortiers enrichis en chaux, ces modifications ne sont plus observées [Capener 05].

2.2.5.3. Caractéristiques des films de latex et de MHEC

Pour un mortier colle contenant un MHEC, un latex (SA, VC ou EVA), et un alcool polyvinylique (PVOH) utilisé pour coller un carreau sur un support de mortier, Jenni [Jenni 05] observe qu'au début de l'hydratation, le latex et le PVOH se situent au front d'évaporation (Figure 2.24 (b) (c)) alors que l'éther de cellulose se concentre à l'interface des vides d'air (Figure 2.24 (a)). Il note cependant une présence plus forte de MHEC aux interfaces support-mortier. Il constate aussi qu'après le jeune âge (7 jours), une partie du PVOH et du MHEC est soluble et peut migrer alors que le latex est uniformément réparti et immobile dans la couche de mortier (Figure 2.24 (e)). Cela provient de la taille des particules de latex qui ne peuvent pas se déplacer dans un réseau poreux plus fin. La surface des films de MEHC est lisse et pauvre en inclusions cimentaires (Figure 2.24 (d) (f)). Les films de latex sont plus épais, 4 μm contre moins de 1 μm pour les films de MHEC. Les films de latex peuvent englober certaines particules de ciment (Figure 2.24 (g)). A la différence des films de latex seul, les films du composite latex-MHEC sont plus fins, ils n'incorporent pas de particules cimentaires et ils sont souvent microfissurés (Figure 2.24 (h)). Le mortier contenant le latex EVA et l'éther cellulosique peuvent aussi contenir des phases pures de MHEC (Figure 25 (f)), contrairement au cas du latex SA [Jenni 05].

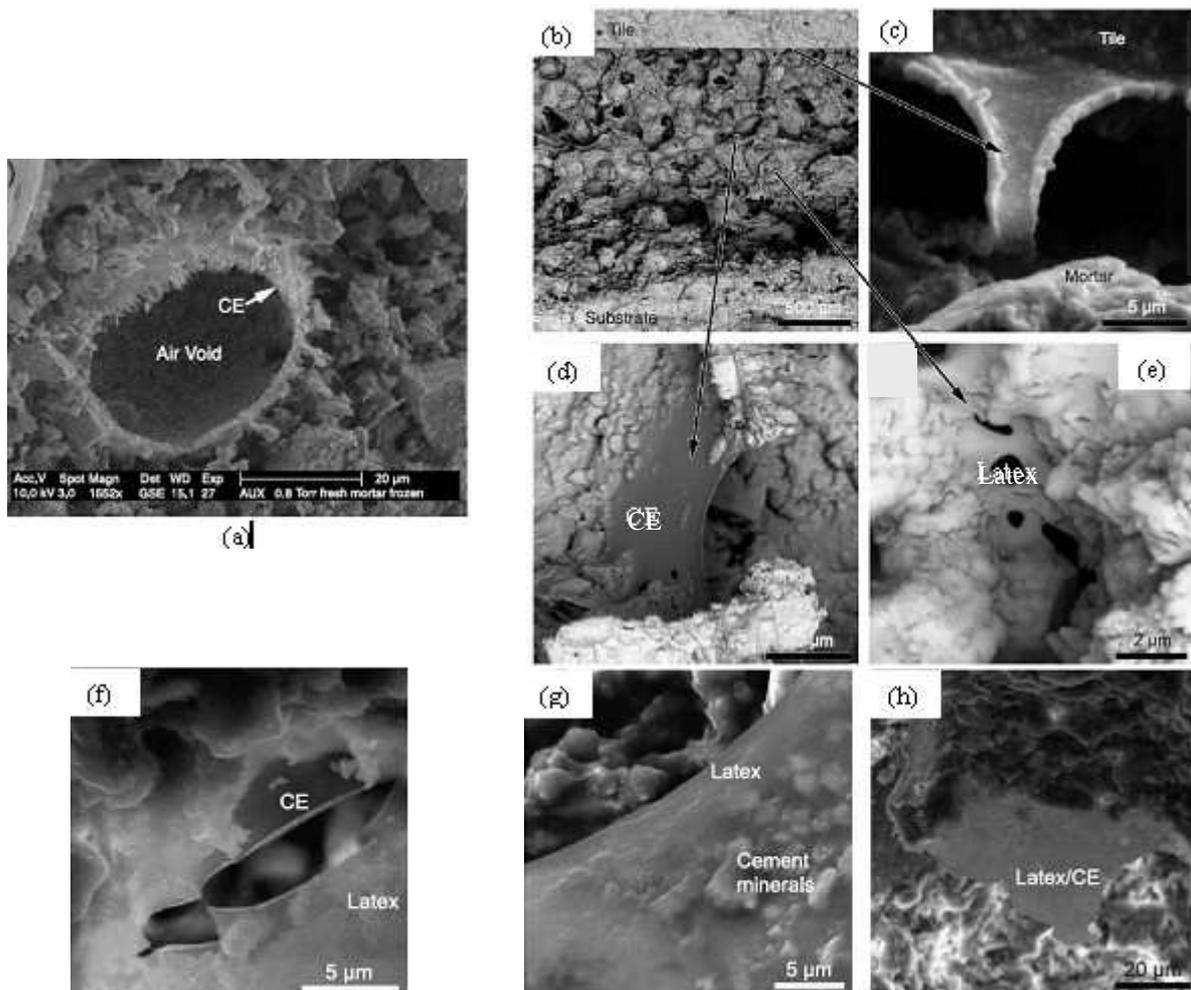


Figure 2.24 : observations au MEB de mortiers modifiés latex et éther de cellulose, (a) éther de cellulose (EC) à l'interface vide d'air / ciment, (b) localisation du latex et de EC, (c) latex créant une liaison entre le mortier et le carreau, (d) film de EC, (e) latex, (f) films purs de latex et de EC dans un composite mortier-latex-EC, (g) particules de ciment sur un film de latex, (h) co-polymère de latex et de EC dans un composite mortier-latex-EC [Jenni 05]

2.2.5.4. Résistances, déformabilité

L'utilisation d'un plastifiant, d'un entraîneur d'air et d'un hydrofuge de masse dans un béton a permis de supprimer la diminution de la résistance normalement attribuée à l'ajout d'entraîneur d'air tout en améliorant la résistance au gel et l'imperméabilité [Tarnarutskii 71].

2.2.5.5. Porosité

Silva a étudié l'effet sur la distribution porosimétrique de mélanges d'un HEC et du latex EVA dans une pâte de ciment (Figure 2.25 et Figure 2.26). Pour la pâte sans adjuvant (référence), le pic principal de la taille des pores se situe entre 16 et 100 nm. L'addition du latex EVA au HEC augmente la taille du pic entre 50 et 250 nm. Cet effet est plus marqué avec le plus fort pourcentage d'HEC. Pour de fortes teneurs en HEC, deux pics supplémentaires apparaissent. Avec HEC présent, les modifications sur la distribution porosimétrique apportées par le latex EVA sont moins importantes du fait de la gélification de

l'eau de mélange. Pour les pâtes contenant du latex, le fait d'ajouter HEC diminue le nombre total de pores par rapport aux pâtes ne contenant pas de latex. Enfin, pour de forts taux de latex, la filmification plus importante du latex augmente les pressions nécessaires pour que le mercure pénètre les pores jusqu'à ce que le film « cède ». C'est pour cette raison que sans HEC et à 20 % de latex EVA, il y a apparition d'un pic de très grande surface [Silva 01]. L'utilisation des deux adjuvants dans un même mélange influe sur la porosité de la pâte de ciment et sur la distribution de la taille des pores. Cette influence dépend des quantités d'HEC et de latex ajoutées.

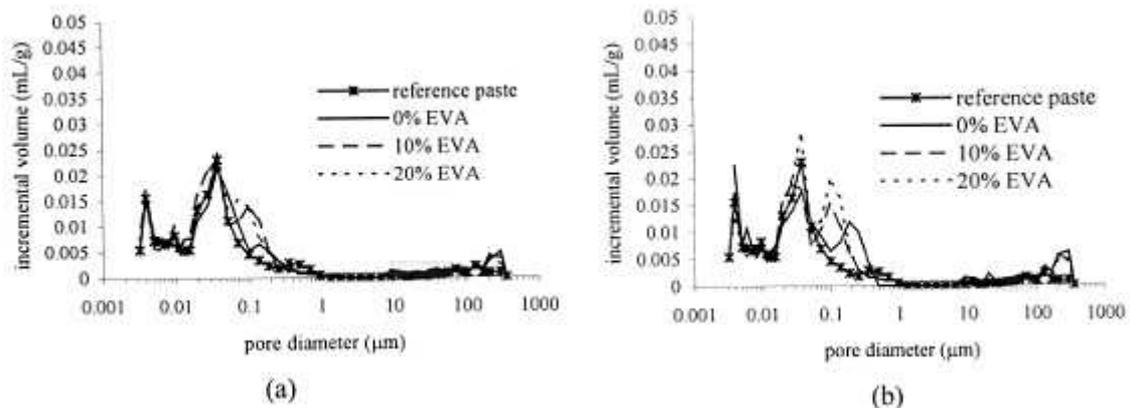


Figure 2.25 : distribution porosimétrique de pâtes de ciment contenant plus ou moins du latex EVA sans HEC (a) et avec HEC (b) [Silva 01]

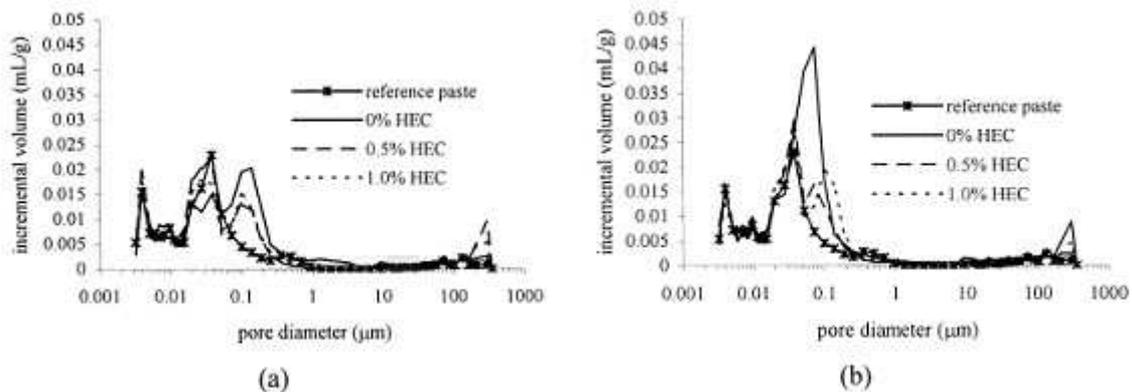


Figure 2.26 : distribution porosimétrique de pâtes de ciment contenant plus ou moins du HEC sans latex EVA (a) et avec du latex EVA (b) [Silva 01]

Klemm observe une augmentation du nombre de pores supérieur à 3 μm lorsque un latex polyvinyle acétate est ajouté à un MHEC dans un mortier, alors que si le MHEC est seul présent, la classe principale de la taille des pores se situe entre 0,3 et 3000 μm [Klemm 97].

Il est donc difficile de prévoir l'influence combinée d'ajouts organiques multiples dans un mortier. Pour l'instant, ces additions sont faites de manière empirique. Il suffit de changer un type d'adjuvant ou la proportion d'un adjuvant dans un mélange pour que la propriété qu'il apporte soit perturbée ou même annihilée. D'ailleurs, en pratique, des zones de formulation déterminées de façon empirique sont généralement respectées pour ne pas perturber l'effet d'un adjuvant.

2.3. Caractérisations mécaniques des mortiers

2.3.1. Retrait

2.3.1.1. Différents types de retrait

A partir de la prise du mortier, le retrait est le raccourcissement spontané du matériau non chargé. Le retrait peut être divisé en plusieurs types présentés dans la Figure 2.27 [Holt 04].

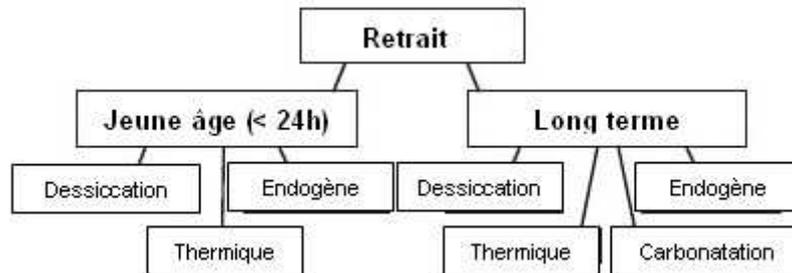


Figure 2.27 : différents types de retrait [Holt 04]

2.3.1.2. Quelques définitions [Baron et Ollivier 97] [Baron 82]

Retrait d'autodessiccation (ou deuxième retrait) :

La réaction du ciment et de l'eau s'accompagne, dans la pâte de ciment durcie, d'une dessiccation sans départ d'eau vers l'extérieur. Cette autodessiccation peut provoquer un retrait tout comme la dessiccation proprement dite. Il est induit par la contraction Le Chatelier [Le Chatelier 1900] et par l'hydratation. La contraction Le Chatelier provient du fait que le volume des produits hydratés est inférieur à la somme des volumes de ciment anhydre et de l'eau consommée.

Retrait endogène :

Il représente la somme du retrait d'autodessiccation et de la contraction Le Châtelier mais ces deux effets ne sont pas entièrement dissociables.

Retrait thermique après prise :

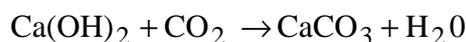
La prise du ciment s'accompagne d'un dégagement de chaleur et, dans les zones massives ou isolées thermiquement, d'un échauffement du mortier. Après la prise, ce dégagement de chaleur ralentit et le mortier durcit. Le retrait thermique après prise est la contraction du mortier due à ce refroidissement.

Retrait de dessiccation :

Il est dû au déséquilibre hygrométrique entre la pâte de ciment et le milieu ambiant essentiellement lié au départ de l'eau du mortier par évaporation.

Retrait de carbonatation :

Il est provoqué par la réaction de la portlandite avec le CO₂ présent dans l'air ambiant :



Il en résulte la formation de carbonate de calcium et d'eau. Cette transformation s'accompagne d'une légère diminution de volume. Cette réaction est fonction de l'humidité relative.

Gonflement après prise :

Il apparaît dans des mortiers conservés sous eau et est lié à la structuration de la pâte de ciment par hydratation.

Remarque : dans notre étude, comme on s'intéresse à des éléments de 1 cm d'épaisseur environ, le retrait thermique pourra être considéré comme négligeable.

2.3.1.3. Déformations du mortier au jeune âge

2.3.1.3.1. Définitions

Ressuage :

Le ressuage est une forme de ségrégation du mortier frais. On entend par ressuage ou séparation et rejet d'eau, la propriété de sédimentation du mortier frais entre le moment du compactage et le début de prise. En raison de cette sédimentation, une quantité d'eau importante est amenée à la surface, surtout lorsque le rapport E/C est élevé, ce phénomène se manifestant aussitôt après la mise en place du matériau et jusqu'au début de la prise. Ce tassement a pour résultat une contraction du mortier sur lui-même que l'on assimile à un retrait. La mesure de la quantité d'eau de ressue est une bonne indication de ce type de retrait. Il génère une détérioration de l'homogénéité du mortier, étant donné que l'eau de gâchage refoulée contient de fines particules de ciment et de sable. La solution aqueuse constituée de ciment et « d'eau de ressuage » stagne à la surface. La réaction chimique entre l'hydroxyde de calcium dissous, cette eau et le dioxyde de carbone contenu dans l'air, provoque un dépôt calcaire à la surface (carbonatation). Les dépôts (calcaire, ciment et sable très fin), également appelés laitance, sont reconnaissables par leurs colorations grise ou blanche visibles à la surface du mortier et indiquent une résistance inférieure à celle d'une surface en mortier standard. A cause de ce phénomène, il peut également subsister des poches d'eau entre le support et le mortier. Le ressuage dépend, non seulement de la composition du mortier, de sa fabrication, de sa mise en œuvre mais également de la géométrie des composants et des conditions environnantes [Baron et Ollivier 97] [Baron 82].

Retrait plastique (ou premier retrait ou retrait capillaire) :

C'est le retrait du mortier frais ou en cours de prise lorsqu'il est dans son état le plus déformable. La déformation apparaît dès que la surface est exemptée d'eau de ressuage. Le début de la période de retrait plastique coïncide avec le début de prise qui est aussi la fin du ressuage, en phase plastique, d'où son nom de retrait « plastique ». Le retrait plastique horizontal, c'est-à-dire dont la mesure est effectuée de manière horizontale, est engendré par les forces capillaires dues au ménisque d'eau de la face séchante [Powers 68] [Wittmann 76] [Kronlöf 95] (Figure 2.28). Une faible pression capillaire peut engendrer un retrait non négligeable. Si le développement de la pression capillaire est suffisamment retardé, le retrait horizontal peut être considérablement diminué [Kronlöf 95]. Cet auteur ajoute que le début de prise du matériau est important car à partir de ce moment le mortier est capable de résister aux forces capillaires, on observe alors un plateau dans la courbe du retrait. Les variations de pression qui s'établissent dans les premières heures dépendent de l'humidité relative, de la température, de la vitesse du flux d'air, du tassement de la couche de mortier et de la perméabilité [Wittmann 76]. Ce retrait se manifeste vis-à-vis d'éléments dont la surface est

importante par rapport à l'épaisseur. Il dépend avant tout de la vitesse d'évaporation de l'eau [Radocea 94], elle même sensible au flux d'air et à l'humidité ambiante.

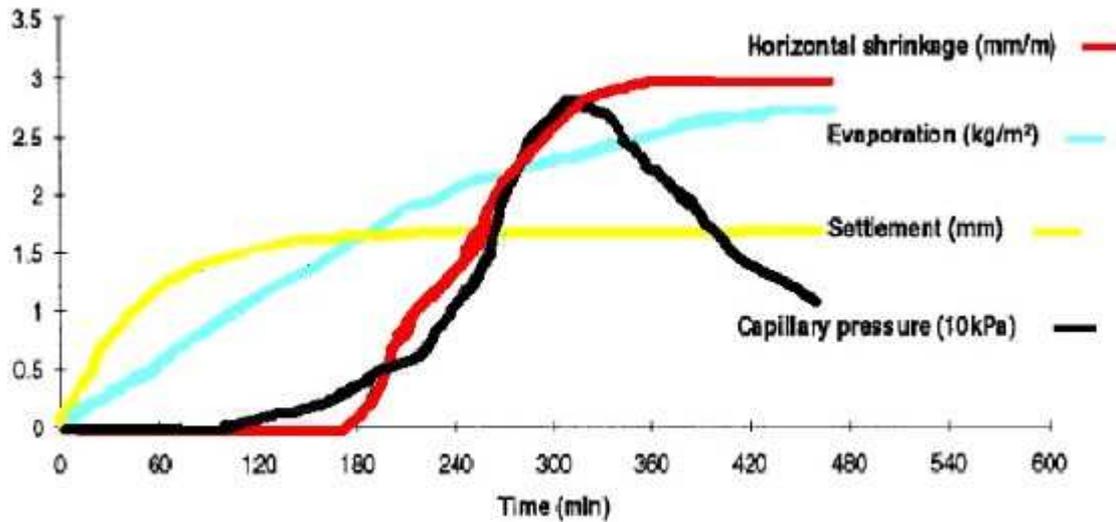


Figure 2.28 : retrait horizontal, évaporation, affaissement et pression capillaire en fonction du temps au jeune âge, pour un mortier [Kronl6f 95]

Les différentes composantes du retrait au jeune âge sont représentées en volume sur la Figure 2.29 [Kronl6f 95].

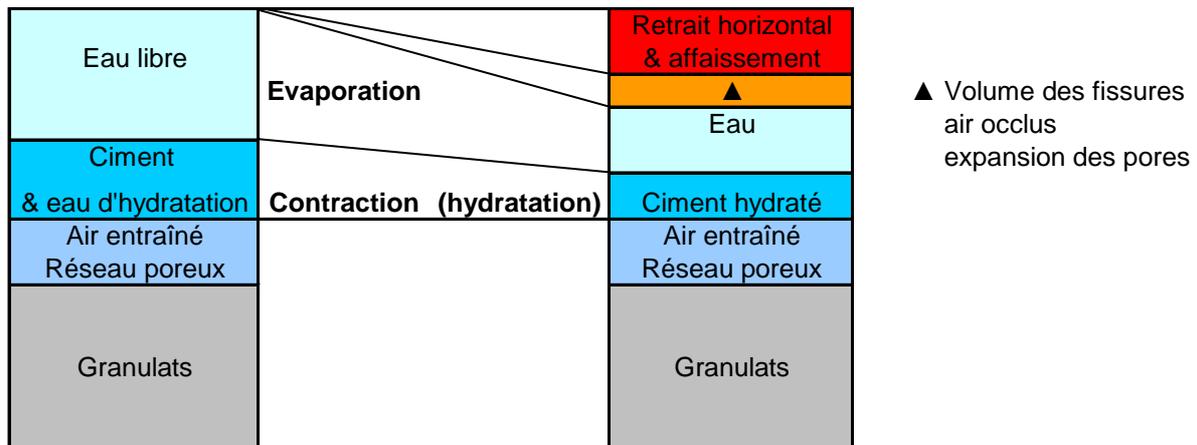


Figure 2.29 : composantes du retrait au jeune âge [Kronl6f 95]

2.3.1.3.2. Moyens de mesure

La mesure du retrait peut se décomposer en deux parties en considérant la mesure du retrait au jeune âge lorsque le matériau est frais et la mesure du retrait du mortier durci. La distinction entre les deux est ainsi faite car au jeune âge et à l'état durci, le mortier n'a pas les mêmes propriétés, il n'est pas dans le même état physique. Il existe divers types de mesures de retrait :

- linéique [Lefèvre 67] [Baron 71] [De Hass75] [Détriché 83] [Jensen 95] [Tazawa 95a] [Tazawa 95b] [Slowik 04] [Turcry 04] ;
- surfacique [Messan 06] ;
- volumique et gravimétrique [Le Chatelier 1900] [Powers 35] [Rey 50] [Buil 79] [Mesbah 97] [Loukili 00] [Mitani 03] [Mounanga 03].

Les valeurs de retrait mesurées avec les méthodes volumiques sont supérieures à celles mesurées avec les méthodes linéiques. Les mesures volumiques sont surtout utilisées dans le cas de la mesure du retrait endogène par pesée hydrostatique d'un mortier placé dans une membrane plastique. Cette méthode permet de mesurer un retrait isotrope dès le début de l'hydratation du mortier. Par contre, elle ne permet pas de mesurer l'effet des échanges avec un support ou avec l'extérieur. Pour notre étude, nous allons donc nous concentrer sur les méthodes permettant d'effectuer des mesures de retrait du mortier appliqué sur un support et/ou au contact avec l'atmosphère, c'est-à-dire les méthodes linéiques et surfaciques. En effet, nous utiliserons dans notre étude une méthode de mesure linéique dimensionnelle d'une couche de 1 cm d'épaisseur de mortier appliquée ou non sur un support poreux. Il faut distinguer les mesures verticales effectuées après prise, à l'aide de capteurs dimensionnels numériques ou de comparateurs par l'intermédiaire de plots collés et les mesures linéiques horizontales, qui autorisent la mesure du retrait du mortier frais au jeune âge. La mesure du retrait peut se faire par l'intermédiaire de plots noyés dans le mortier et de capteurs LVDT, par des capteurs laser, ou plus récemment par analyse d'images (Figure 2.30, Figure 2.31, Figure 2.32 et Figure 2.33).

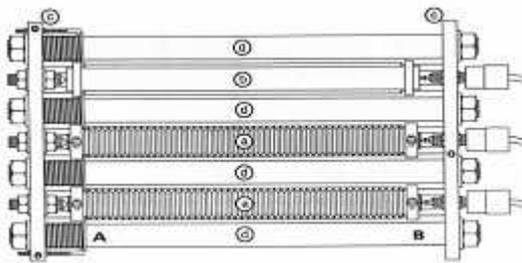


Figure 2.30 : appareil de mesure du retrait utilisé par Jensen [Jensen 95]



Figure 2.32 : appareil de mesure du retrait utilisé par Capener [Capener 05]

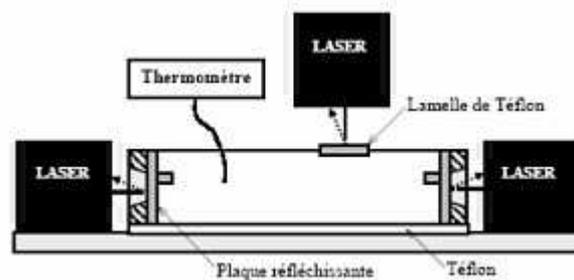


Figure 2.31 : appareil de mesure du retrait utilisé par Turcry [Turcry 04]

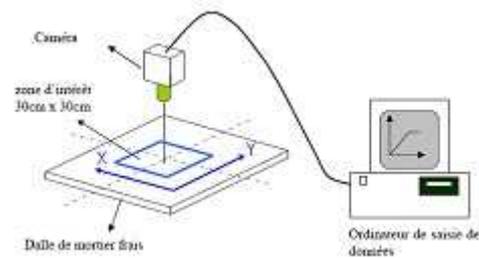


Figure 2.33 : appareil de mesure du retrait utilisé par Messan [06]

2.3.1.3.3. Paramètres influençant le retrait

De nombreuses études ont été effectuées sur les paramètres influençant le retrait endogène. Ces paramètres sont les suivants :

- le rapport E/C [Tazawa 95a] [Tazawa 95b] [Igarashi 00] [Baroghel-Boouny 01] [Zhan 03] [Mitani 03] [Holt 05]. Plus ce dernier est faible, plus le retrait endogène est élevé ;
- la composition du ciment [Tazawa 95a] [Tazawa 95b] [Baroghel-Boouny 01]. L'influence de la teneur en C_3A est variable selon les études ; il aurait tendance

à diminuer le retrait. La présence de granulats diminue le retrait endogène [Mitani 03] [Holt 05] ;

- les additions minérales comme la fumée de silice [Tazawa 95a] [Tazawa 95b] [Baroghel-Boouny 01]. Elles modifient le réseau poreux en le rendant plus fin, et augmentent ainsi le phénomène d'autodessiccation et de dépression capillaire et donc le retrait endogène ;
- la température [Mounanga 03]. Elle accélère les réactions d'hydratation et donc le retrait endogène ;
- les adjuvants comme les superplastifiants [Tazawa 95a] [Tazawa 95b]. Ils diminuent le retrait endogène par leur fonction retardatrice sur l'hydratation. Toutefois, Holt montre l'effet opposé [Holt 05].

A partir de la fin de prise du matériau, Mounanga relie le retrait endogène (contraction Le Chatelier) d'une pâte de ciment avec son degré d'hydratation (apparition de la portlandite) par une expression linéaire pour des rapports E/C compris entre 0,25 et 0,4 [Mounanga 03].

Concernant le retrait de dessiccation, il est influencé par l'humidité relative (Figure 2.34) [Détriché 83] [Bissonnette 99], la nature du support (Figure 2.35) [Détriché 83], le rapport E/C [Powers 35] [Buil 79] [Bissonnette 99] et la présence de granulats (Figure 2.36) [Détriché 83].

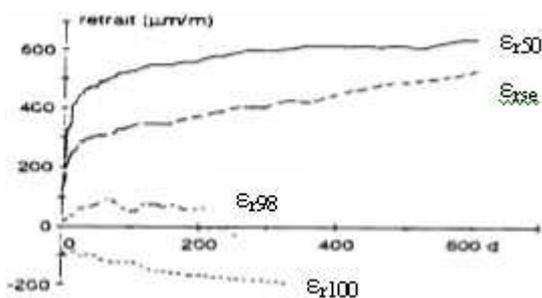


Figure 2.34 : évolution comparative des déformations différées en fonction des conditions d'ambiance : ε_{rse} = sans échange, ε_{rxx} = hygrométrie

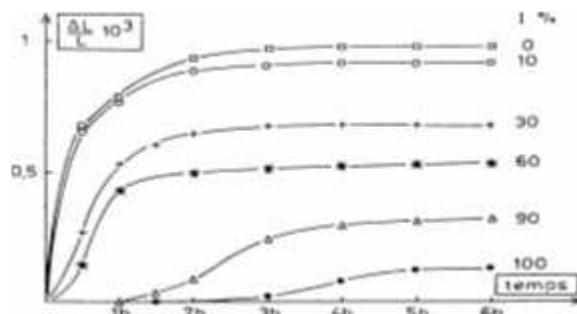


Figure 2.35 : retrait en fonction du taux de l'imprégnation en eau I (%) du support pour un mortier traditionnel

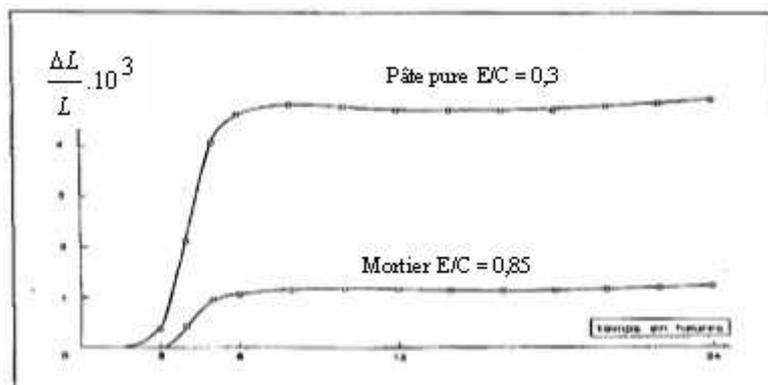


Figure 2.36 : allure des courbes de déformations [Détriché 83]

Globalement, Holt estime que le retrait endogène est influencé par les propriétés intrinsèques du matériau alors que le retrait de dessiccation est affecté par les facteurs environnementaux

[Holt 04]. Dans la phase plastique du mortier, Turcry a montré que le retrait endogène était nettement inférieur au retrait total d'un mortier ayant un rapport E/C = 0,34 (Figure 2.37) [Turcry 04]. Messan observe le même phénomène sur une couche mince de mortier de 1 cm d'épaisseur (Figure 2.38) [Messan 06].

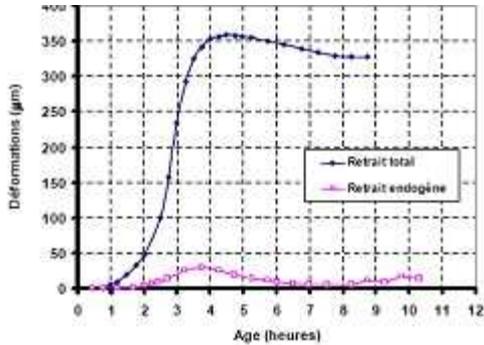


Figure 2.37 : retraits total et endogène en fonction du temps [Turcry 04]

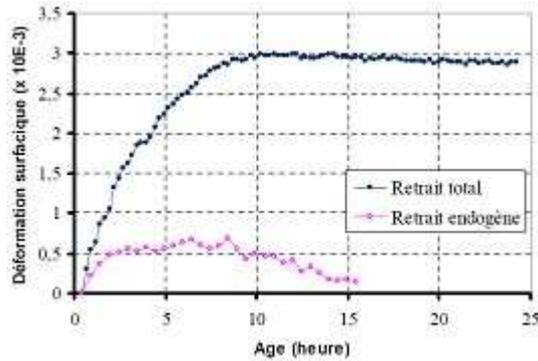


Figure 2.38 : retraits total et endogène en fonction du temps [Messan 06]

2.3.1.3.4. Influence du transfert hydrique sur une couche de mortier

Les mouvements d'eau dans le mortier [Gallias 82] [Détriché 83] [Dupin 85] [Dupain 95] Dès sa mise en place sur un support poreux, le mortier subit une diminution de sa quantité d'eau de gâchage. Cette dessiccation est évaluée à chaque instant par le rapport de la perte en eau subie par le matériau à sa quantité initiale d'eau de gâchage. Cette perte en eau ΔE se compose le plus généralement d'une partie ΔE_e due à l'évaporation et d'une partie ΔE_s due à la succion du support, en proportions variables. La quantité d'eau présente à chaque instant dans un volume élémentaire V de mortier entourant un point quelconque M du mortier peut donc s'écrire comme dans l'Équation 2.1.

$$E_{(x,t)} = \frac{E}{V} - [\Delta E_e(x,t) + \Delta E_s(x,t)]$$

Équation 2.1

où E est la quantité d'eau de gâchage supposée uniforme dans le matériau, les pertes en eau par évaporation et par succion étant fonction du temps mais aussi de la position du point considéré, repéré par exemple par sa distance x à la face libre. La dessiccation s'effectue en plusieurs phases. On constate généralement dans les premiers instants qui suivent la mise en place, l'apparition en surface de la couche de mortier d'un film d'eau de ressuée qui, pour un mortier en contact avec un support non poreux, s'évapore peu à peu ; on observe alors une phase dite d'inhibition caractérisée par une perte de poids sans variation de dimensions appréciables de l'échantillon, l'évaporation s'effectuant en effet à partir de la nappe d'eau libre superficielle. La durée d'inhibition dépend essentiellement du rapport pondéral (E/C), des conditions de cure, de la géométrie de l'élément ainsi que de l'évolution de la taille des capillaires du matériau, c'est à dire de la cinétique de prise. Au contact d'un support poreux, le ressuage est fortement limité par succion et se trouve alors lié aux capacités d'absorption du support. C'est progressivement au détriment de l'eau interstitielle (contenue dans les capillaires ou adsorbée) que s'effectue la dessiccation. Il y a progression d'un front d'évaporation et de succion. L'eau des capillaires est en dépression et par réaction, l'ossature

solide soumise à une véritable pression hydrostatique se contracte. Simultanément, la consistance du mélange augmente. Cette variation est d'autant plus rapide que la perte en eau accroît la concentration en ions dissous et favorise la cristallisation des hydrates. Le serrage mécanique de la structure du matériau et le développement de l'hydratation conduisent à une réduction du diamètre moyen des capillaires du mortier favorable à une amélioration de la capacité de rétention de l'eau interstitielle. Cette réduction, associée à l'imprégnation progressive des capillaires du support poreux fait que la vitesse de dessiccation diminue rapidement dans le temps. Le comportement mécanique du mortier au jeune âge est donc lié de façon intime au mode de dessiccation dont il est l'objet. Il en sera de même en phase de durcissement tant en ce qui concerne l'évolution des caractéristiques mécaniques que celle du retrait. On sait en effet qu'au sein d'une couche mince, la vitesse d'hydratation du liant dépend à chaque instant de l'eau disponible (différence entre l'eau totale présente dans le matériau et celle déjà engagée dans les hydrates). L'hydratation du liant et avec elle tout le comportement mécanique du mortier se trouvent alors liés à la dessiccation subie depuis la mise en œuvre.

Loi de remplissage des capillaires d'un matériau poreux sec [Dupin 85]

De par sa nature, un support poreux absorbe par capillarité une fraction importante de la phase liquide du mortier mis en recouvrement avant que la prise n'intervienne, contrairement à un matériau non poreux qui ne prélève par absorption qu'une très faible quantité d'eau du mortier. La succion du support poreux influe ensuite directement sur l'hydratation des constituants anhydres du ciment. On va donc, dans un premier temps, préciser les lois de remplissage des capillaires. Lors de la mise en place du mortier, celui-ci présente un squelette formé par les grains solides du liant et des granulats. Les espaces intergranulaires sont remplis d'eau. On a une première phase au cours de laquelle l'absorption d'une partie d'eau de gâchage ne s'accompagne pas de déformation. Le support s'imprègne d'abord avec la couche d'eau de ressuée. On propose généralement une modélisation simple par une structure de tubes capillaires cylindriques indépendants et saturés d'eau. Le rayon des « tubes équivalents » du mortier diminue par progression de l'hydratation au cours du temps. On utilise aussi pour le support un modèle constitué par des tubes cylindriques indépendants, perpendiculaires aux surfaces libres et de rayon constant. Bien qu'éloigné de la structure et de la texture réelles, ce modèle permet malgré tout d'expliquer les mouvements d'eau lorsque le mortier est placé au contact du support poreux dont les capillaires sont initialement vides. Enfin, on considère des éprouvettes placées dans des moules hermétiquement fermés afin d'éliminer le phénomène d'évaporation. L'évolution des mouvements d'eau est la suivante :

Côté support poreux :

Tant que les capillaires du mortier sont plus gros que ceux du support poreux en contact, ces derniers exercent des forces capillaires sur l'eau du mortier et s'imprègnent. On note que l'eau du mortier contient des ions en solution et des particules colloïdales en suspension. Ce sont les plus gros capillaires qui absorbent le plus d'eau et qui se remplissent le plus vite bien que la force capillaire soit plus faible.

Côté mortier :

La dépression de capillarité produit une contraction de l'ossature du mortier, contraction indépendante du tassement provoqué par la ressuée. Ce phénomène se traduit par un rapprochement de tous les grains solides. On a donc diminution des rayons des capillaires du mortier. L'eau de ressuée peut être considérée comme une nappe d'eau libre qui s'élimine par évaporation. Lorsque les capillaires commencent à se vider, il se forme des ménisques au

voisinage de la surface libre du mortier. Les forces capillaires exercées sont de sens opposé à celles exercées dans les capillaires du support poreux. Le mouvement d'eau dépend donc de la résultante des forces. Tant que le rayon moyen des capillaires du mortier est supérieur à celui des capillaires du support poreux, le mouvement d'eau s'effectue du mortier vers le support poreux. Sous l'action du serrage provoqué par la dépression de capillarité et de l'hydratation du liant, le rayon moyen des capillaires du mortier diminue jusqu'à devenir égal à celui des capillaires du support. A la limite, lorsque le rayon moyen des capillaires du mortier devient inférieur à celui des capillaires du support poreux, le sens de mouvement de l'eau s'inverse.

En conséquence, afin que le liant puisse s'hydrater correctement malgré la succion du matériau poreux, il faut que la rétention d'eau du mortier soit suffisante, c'est à dire que :

- la surface spécifique du liant soit la plus grande possible et compte tenu de la finesse de mouture du ciment, l'addition de chaux hydraulique est de ce point de vue bénéfique,
- la phase granulat contienne des grains de grosses dimensions (1 mm de diamètre et plus) afin d'interrompre ou d'allonger les cheminements capillaires entre le mortier et le matériau poreux,
- enfin, que le mortier utilisé possède un rapport E/C élevé car, l'excès d'eau de gâchage, rapidement absorbé par le matériau poreux, neutralise l'activité de nombreux capillaires de ce dernier. De même, un rapport C/S (quantité de ciment /quantité de sable) faible peut être bénéfique puisque dans ce cas, la quantité d'eau de gâchage est importante par rapport à la quantité d'eau nécessaire à l'hydratation.

Le support peut également être préalablement imprégné en eau pour éviter un départ d'eau trop rapide du mortier. Lorsque les rayons des pores du support sont de dimensions suffisamment grandes par rapport aux constituants cristallins qui vont se former à l'interface, on peut penser que la liaison entre un enduit et son support poreux sera surtout de type mécanique, la cristallisation étant possible à l'intérieur des capillaires du support. Au-delà d'un temps variable, selon la structure poreuse du support et la nature du mortier, l'absorption par le matériau poreux est fortement ralentie par la cristallisation des premiers produits hydratés.

Absorption et évaporation [Dupin 85] [Venuat 89]

La succion est un phénomène de courte durée. Les gros capillaires s'imprègnent en premier, ce qui provoque au fur et mesure une diminution du diamètre des capillaires. La diminution de la quantité d'eau de gâchage par succion du support détermine d'abord un serrage mécanique des particules de solides. Il y a accroissement de la concentration en ions dissous, ce qui accélère la cristallisation des hydrates alors que la cinétique des réactions d'hydratation est amplifiée par les mouvements d'eau. On peut alors observer, par diffractométrie des rayons X, une formation de cristaux d'ettringite beaucoup plus rapide dans la masse du mortier subissant l'absorption capillaire du support.

Grandet [Grandet 75] montre que l'absorption capillaire concerne seulement les pores du support de taille inférieure à celle du mortier. L'humidification préalable des briques en terre cuite a une grande influence sur l'extraction de l'eau d'un mortier (Figure 2.39) [Grandet 71b].

Lorsque le support est une brique, la succion de l'eau par cette dernière se fait en moins de 10 minutes et est plus rapide pour les briques en terre cuite (3 minutes seulement) [Brocken 98]. L'ajout d'un rétenteur d'eau au mortier ne semble pas ralentir l'extraction de l'eau. Cependant, la teneur en eau finale du mortier semble identique au mortier non adjuvanté [Brocken 98].

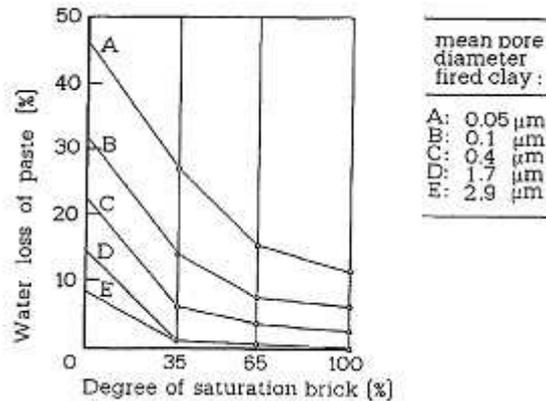


Figure 2.39 : perte d'eau d'une pâte de ciment en fonction du degré de saturation en eau de supports possédant des tailles principales de pores différentes [Grandet 71a]

2.3.1.3.5. Influence des adjuvants

Concernant le retrait à long terme, l'addition de superplastifiants augmente le retrait [Roncero 00]. Dans cette partie, nous allons regarder plus particulièrement les effets des éthers cellulosiques, des latex, des entraîneurs d'air et des agents hydrofuges sur le retrait total d'une matrice cimentaire.

Ether cellulosique

Les éthers cellulosiques peuvent augmenter le retrait plastique du matériau [Kayat 98]. Cette augmentation proviendrait d'une contraction plus importante de la phase aqueuse en présence d'éther cellulosique [Ohama 84]. Le passage de 0,5 % (par rapport à la masse sèche) à 0,27 % de MHPC dans un mortier engendre une augmentation de la fluidité du mortier et un changement de comportement au niveau du retrait plastique. La cinétique du retrait est modifiée. Messan [Messan 06] observe une phase plus lente pendant la prise du matériau suivie d'une phase accélérée de retrait et d'un plateau (Figure 2.40). Le retrait est plus élevé du fait de la diminution de la consistance du mortier, de la rétention de l'eau et de la plus grande évaporation.

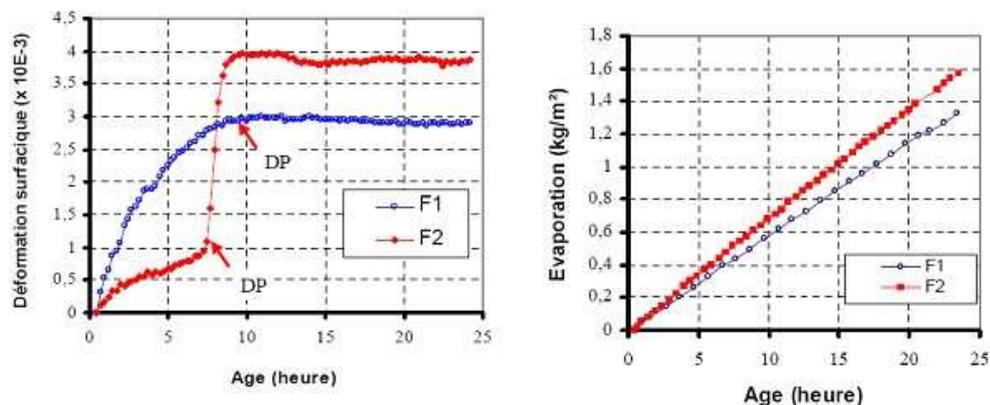


Figure 2.40 : retrait au jeune âge et évaporation pour des mortiers contenant 0,5 % de MHPC (F1) et 0,27 % de MHPC (F2) [Messan 06]

Latex

Ohama observe une réduction du retrait de dessiccation à 28 jours pour des mortiers adjuvantés d'une émulsion de latex styrène butadiène. Avec d'autres latex, le retrait de dessiccation peut être augmenté ou diminué selon le latex utilisé. Pour un mortier contenant du latex, cet auteur observe une diminution du retrait à 28 jours avec l'augmentation de la teneur en latex [Ohama 95] [Folic 98]. Dans des conditions de cure sèche, le retrait de dessiccation de mortiers adjuvantés latex devient quasiment constant au bout de 28 jours [Ohama 98]. La combinaison d'une cure humide et d'une cure sèche diminue encore le retrait de dessiccation à 28 jours des mortiers contenant du latex [Folic 98]. Au jeune âge, Pascal observe que le retrait est plus faible pour le mortier modifié styrène butadiène que pour le mortier non adjuvanté. Cependant, un agent anti-mousse a été ajouté au latex ainsi qu'un plus fort dosage en fluidifiant [Pascal 02]. Messan a étudié l'ajout de 10 % de latex EVA sur le retrait plastique au jeune âge d'un mortier contenant 0,5 % de MHPC. La cinétique du retrait est plus rapide et l'amplitude du retrait est augmentée d'environ 40 % par rapport à un mortier non adjuvanté au latex. Lorsque le taux de latex atteint 20 %, l'augmentation de retrait atteint 100 %. Messan attribue cette augmentation au caractère rhéofluidifiant du latex et à l'augmentation de l'angle de frottement intergranulaire qui diminue la pression capillaire responsable des déformations de retrait. Cet auteur observe aussi un plafonnement plus rapide du retrait et une plus faible évaporation qu'il attribue à la formation du film de polymère à la surface de la dalle étudiée [Messan 06].

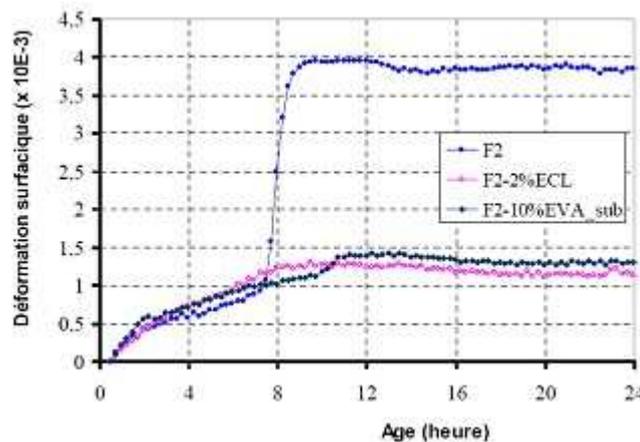


Figure 2.41 : retrait au jeune âge en fonction du temps de mortier contenant 0,27 % de MHPC (F2) et 0 ou 10 % de latex EVA (F2-10 % EVA) [Messan 06]

Avec 0,27 % de MHPC et 10 % de latex, l'ajout de latex diminue le retrait plastique de plus de la moitié de sa valeur (Figure 2.41). L'auteur attribue ce comportement au ralentissement de la cinétique de retrait dans la première phase qui permet au latex et au ciment de former une co-matrice. Ce comportement est aussi attribué au séchage plus rapide du matériau qui favorise la formation du film et donc un plafonnement plus rapide de la valeur du retrait. Enfin, la consistance joue un rôle dans la mesure du retrait plastique [Messan 06].

Agents entraîneurs d'air

Kronlöf observe que l'ajout d'un entraîneur d'air au mortier diminue le retrait plastique durant les dix premières heures [Kronlöf 95]. Cette réduction est attribuée à la diminution des pressions capillaires dans le mortier et au retard d'apparition de ces pressions par rapport à la prise du matériau.

Agents hydrofuge

Ces adjuvants sont susceptibles de modifier le retrait puisqu'ils influencent les tensions capillaires d'un mortier.

Action combinée

A consistance égale, l'ajout d'un MHEC et d'un entraîneur d'air à un mortier avec ou sans chaux diminue le retrait au jeune âge [Capener 05]. L'addition d'un latex styrène butacrylate (SBR) à ces mélanges augmente le retrait alors qu'un copolymère vinyle acétate, le diminue. Le mortier contenant de la chaux présente une plus forte augmentation de retrait avec l'ajout du latex styrène butacrylate. L'addition d'autres adjuvants modifie de manière moins significative le retrait. Par contre, à teneur en eau constante, le retrait diminue avec l'ajout du latex vinyle acétate. La nature du latex influence donc le comportement du mortier vis-à-vis du retrait [Capener 05].

Il existe encore deux points majeurs concernant les performances des mortiers qui nous intéressent :

- l'adhérence,
- la fissuration.

Nous allons tout d'abord décrire les pathologies les plus rencontrées sur chantier. Puis, nous traiterons indépendamment le phénomène d'adhérence et le phénomène de fissuration.

2.3.2. Pathologies des mortiers, cas pratique

2.3.2.1. Cas d'enduit de façade, enduit monocouche [Bajeux 03] [Martinet 03]

Dans cette partie, nous n'allons pas traiter des défauts d'aspects, comme le nuancement, les spectres de réapparition des joints de hourdage, les efflorescences ou encore les salissures dues aux micro-organismes. Un enduit monocouche est un enduit s'appliquant en deux temps, la seconde couche juste après une couche encore fraîche. La fissuration et la perte d'adhérence sont les deux principales pathologies observées. Elles coexistent dans la plupart des cas.

2.3.2.1.1. La fissuration

Elle peut se décomposer en plusieurs types de fissures :

- le faïençage, fissuration de surface en forme de toile d'araignée,
- les microfissures mesurant moins de 0,2 mm d'ouverture,
- les fissures mesurant entre 0,2 et 2 mm de largeur,
- les lézardes supérieures à 2 mm.

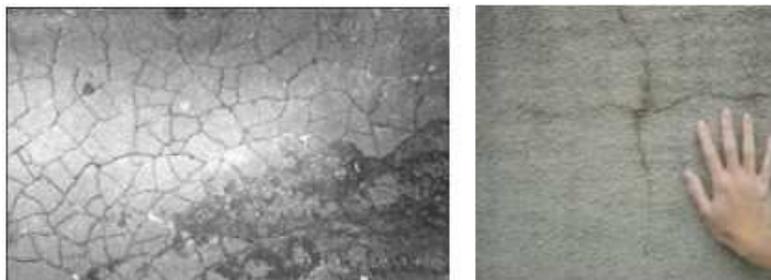


Figure 78 : faïençage (à gauche) et fissures (à droite)

La cause de la fissuration peut être liée au support, dans ce cas on parle de fissuration structurelle, le problème provient du gros œuvre et du terrain et du fluage du béton. A l'origine des fissurations, les mauvaises conditions d'applications sont essentielles :

- un rapport E/C trop élevé augmente le retrait du mortier qui peut générer des microfissures. La quantité d'eau de gâchage doit être contrôlée, la teneur en liant ne doit pas être trop faible. Si l'enduit est appliqué en plusieurs passes, ces teneurs doivent être sensiblement les mêmes,
- le module élastique du produit ne doit pas être trop élevé. Un temps de malaxage insuffisant augmente le module élastique ce qui modifie sa déformabilité et sa capacité à résister aux contraintes internes,
- l'épaisseur de l'enduit trop importante peut provoquer un phénomène de tassement favorisant la fissuration,
- les variations d'épaisseurs de l'enduit dues à l'irrégularité du support génèrent des concentrations de contraintes favorisant la fissuration,
- le degré de saturation en eau du support conditionne le retrait, une humidification insuffisante du support provoque une dessiccation de l'enduit trop importante du fait de la succion du support,
- la présence de polluants comme les sulfates des matériaux à base de plâtre n'entraîne pas obligatoirement la formation d'espèces expansives mais perturbe l'hydratation de l'enduit,
- les conditions de cure influent sur le retrait, l'hydratation et donc les caractéristiques mécaniques du mortier. Une application par temps chaud et vent sec sont donc préjudiciables. Dans ce cas, une réhumidification de l'enduit est nécessaire,
- les chocs thermiques du fait de variations de température atteignant 50°C peuvent provoquer des déformations brutales de dimension et générer ainsi de la fissuration si notamment l'adhérence et les caractéristiques mécaniques de l'enduit sont faibles.

2.3.2.1.2. La perte d'adhérence

Elle est conditionnée par les mêmes facteurs que ceux décrits ci-dessus, auxquels on peut ajouter les suivants :

- la rugosité du support est un facteur important dans l'adhérence du mortier. Par exemple, des parois en béton banché trop lisses rendent difficile l'accrochage de l'enduit. L'absence d'une couche d'accrochage (gobetis) ou de fixation (repiquage) du support peuvent nuire à l'adhérence,
- la présence de polluants comme l'huile de décoffrage ou la poussière peuvent empêcher l'établissement de l'adhésion par contact,
- le degré de saturation en eau du support, comme pour la fissuration, est important dans l'adhésion de l'enduit. Une humidification insuffisante de l'enduit provoque son grillage et au contraire, un support gorgé d'eau peut empêcher l'adhésion du mortier.

2.3.2.2. Cas de mortier colle pour revêtement de façade [Jouan 05]

Les pathologies observées sont dans le cas des enduits de façade, la perte d'adhérence par le décollement des matériaux de revêtement et la fissuration suivant les joints (Figures 79, 80) [Sa 05] [Chew 99]. Le décollement peut avoir lieu au niveau de l'interface mortier carreau,

mais aussi dans le support. Dans ce cas, on parle de délaminage [Chew 99]. Comme dans le cas des enduits, les déformations structurelles, les contraintes climatiques sont par exemple des facteurs favorisant le décollage de carrelages. Dans ce cas, les infiltrations d'eau apparaissent essentielles ; en effet, le délavage du mortier colle est néfaste à l'adhérence. Il faut donc une bonne qualité de joint entre les carreaux pour assurer une bonne pérennité du collage. Dans les conditions de mise en place, on peut ajouter que la pose ne doit pas s'effectuer par temps trop froid. D'un point de vue de la mise en oeuvre, le double encollage permet une meilleure adhérence du carrelage par exemple. Le temps d'utilisation du mortier colle est aussi important dans la création de l'adhérence. Si le « temps ouvert » est trop long, le mortier colle se rigidifie et forme une peau en sa surface empêchant l'adhésion. Les facteurs régissant le collage sont les mêmes que ceux des enduits pour façade. Cependant, l'adhérence doit être plus grande du fait de leur utilisation et les formulations des deux types de produits sont donc différentes, une étant faite pour l'esthétique et la protection du mur, l'autre pour coller des éléments. Le décollage peut donc provenir d'une déformation différentielle entre le support et le revêtement. L'adhérence initiale est bonne mais les contraintes sont anormalement élevées. La seconde raison provient des conditions de mise en oeuvre défavorables. Les contraintes sont faibles mais l'adhérence initiale est anormalement faible.



Figure 79 : décollage de carreaux [SA 05]

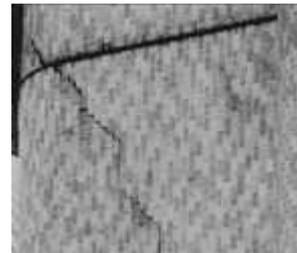


Figure 80 : fissuration au niveau des joints [Chew 99]

2.3.2.3. Cas des mortiers de réparation et de finition

Pareek [Pareek 93] [Courard 00] décrivent les pathologies de mortiers de réparation et de finition. Cet auteur donne les causes de ces pathologies pour différents types de mortier et la méthode pour améliorer l'adhérence (Tableau 8). Aux causes décrites dans les deux paragraphes précédents sont ajoutés la formation de bulles d'air à l'interface et le type de polymère utilisé. Comme solutions principales, l'auteur propose divers traitements de surface du support et l'utilisation de polymères adaptés. Il évoque aussi le rapport P/C et la bonne dispersion de l'agent polymère.

Tableau 2.5 : pathologies pour différents types de mortier et méthodes pour y remédier [Pareek 93]

Type de matériaux de réparation ou de finition	Type de support	Causes de la faible adhérence au support	Type d'endommagement	Technique pour améliorer l'adhérence
Mortier ordinaire	Ciment, béton ou mortier Armature	Grillage Formation de poches d'air à l'interface Retrait de dessiccation Contraintes à l'interface	Perte d'adhérence	Ajout d'une dispersion de polymère Application sur le support d'une pâte de ciment modifié polymère comme agent d'accroche
Mortier modifié polymère	Ciment, béton, mortier Armature	Mauvais choix du type de polymère ou de P/C	Fissuration	Traitement de surface du support, autres choix de polymère ou de P/C
Mortier polymère (résine)	Ciment, béton, mortier	Taux d'imprégnation en eau du support, retrait	Délaminage	Application d'un primaire d'accroche, utilisation d'un agent réducteur de retrait

2.3.3. Adhérence

2.3.3.1. Définitions, paramètres influents

2.3.3.1.1. Définitions

On peut définir l'adhérence comme la force qu'il faut fournir au système adhérent pour séparer deux constituants [Lamure 07]. Il faut distinguer l'adhérence de l'adhésion. En effet, l'adhésion est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui sont responsables de la formation et de la cohésion des interfaces entre deux corps [Darque-Cerreti 03]. Dans le domaine des mortiers appliqués sur un support, l'adhésion est liée à plusieurs facteurs :

- l'adhésivité qui est l'aptitude à créer des forces d'interactions entre le support et le mortier,
- l'état de surface et la nature du support (porosité, rugosité, absorptivité, état de propreté),
- la mouillabilité qui réside dans l'aptitude du mortier à créer un contact avec le support sur lequel il est appliqué.

L'adhésion peut être divisée en deux types :

- l'adhésion chimique qui est la capacité à créer des liaisons chimiques fortes ou « physiques » faibles,
- l'adhésion mécanique (ancrage mécanique) qui est la capacité du mortier à « pénétrer » dans le support au travers de la porosité ou de la rugosité par exemple.

2.3.3.1.2. Paramètres influents

Courard a étudié le cas d'un produit de réparation à base de liant hydraulique appliqué sur du béton [Courard 00]. L'adhérence dépend du support et du mortier. Pour le béton, la rugosité, la porosité, la cohésion superficielle et l'eau interstitielle sont les paramètres influant sur l'adhésion de la future couche. Pour le mortier de réparation, ces paramètres sont la nature et la concentration du liant, les modules de rigidité, et l'absorption capillaire (Tableau 2.6). Les conditions environnementales (température, humidité relative, cure etc.) sont également des facteurs influents. Cet auteur introduit la notion d'appétence, définie comme « ce qui pousse l'être à aller vers ce qu'il aime ». En transposant cette définition dans le cas du mortier, on peut définir ce terme par « ce qui pousse le mortier à créer le contact avec son support » (Figure 2.42). Pour Courard, l'appétence est fonction :

- des propriétés thermodynamiques du liquide et du solide qui caractérisent la mouillabilité du support,
- de la rugosité modifiant la mouillabilité du support par l'intermédiaire de l'angle de contact et de la surface spécifique,
- de l'absorption capillaire, dépendante de la porosité du béton mais aussi des propriétés thermodynamiques et de la viscosité de la nouvelle couche,
- de la composition chimique du mortier et du béton.

Tableau 2.6 : paramètres influant sur l'adhésion de la future couche de mortier [Courard 00]

Support :		
surface energy	superficial tension	γ_s
roughness	effective surface waviness	r_f
porosity	water absorption	A
capillarity	capillary absorption coefficient	A_{CA}
saturation level	water content	[e]
mechanical characteristics	superficial cohesion, E modulus	σ_s , E_s
interstitial water	chemical analysis	I
New layer :		
surface energy	superficial tension	γ_L
	interfacial tension	γ_{SL}
	contact angle	θ
	work of adhesion	W_A
binder hardening	effective binding factor	ϕ_b
	hardening	ζ_p
kinetics of contact	viscosity	η
	binder content	E/C
	time	t
thermal dilatations shrinkage	temperature	T
	thermal dilatation coefficient	α
	water content	E/C
porosity, capillarity	moisture	T, R.H.
	geometrical characteristics	x
	water absorption	A
	capillary absorption coefficient	A_{CA}
	water vapour diffusion coefficient	μ
mechanical characteristics	cohesion	σ_A
	E modulus	E_A
	stress release	R_A
Environnement :		
hygrothermal conditions of support and air	temperature relative moisture	T R.H.
curing conditions	temperature, moisture, protection	M
application human factors	pressure	P
		F_H

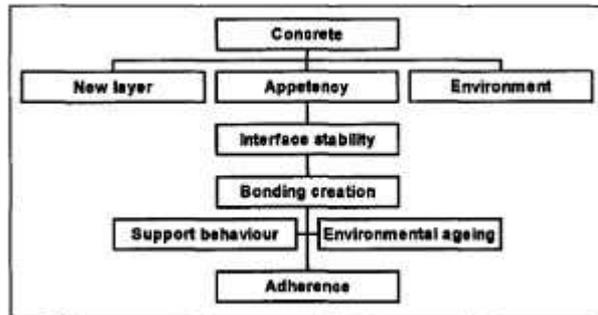


Figure 2.42 : paramètres influant l'adhérence [Courard 00]

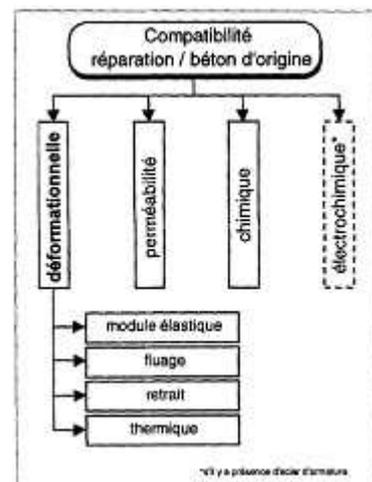


Figure 2.43 : compatibilité réparation / béton d'origine [Emmons 94]

Selon Courard, la mesure de la mouillabilité par mesure de l'angle de contact d'une pâte de ciment par rapport à un support et l'énergie de surface peuvent être reliées à l'adhérence mais ne suffisent pas à l'expliquer [Courard 02].

Plusieurs auteurs définissent quatre types de compatibilité entre une couche de réparation et un support béton (Figure 2.43) [Emmons 94] [Morgan 95] [Hassam 00] [Bissonnette 00] :

- compatibilité déformationnelle,
- compatibilité des perméabilités,
- compatibilité chimique,
- compatibilité électrochimique (présence d'armatures métalliques).

La compatibilité déformationnelle, au travers par exemple du module élastique et du retrait est très importante dans la création et la durabilité de l'adhésion.

Dans le cadre de notre étude, le support étudié est une brique en terre cuite, ses caractéristiques sont connues et fixées. Le seul paramètre du support que nous ferons varier sera son taux d'imprégnation en eau mais celui-ci sera connu et maîtrisé. La qualité de l'adhésion dépendra donc uniquement des caractéristiques de la couche de mortier et du taux

d'imprégnation en eau de la brique. Groot [Groot 88] donne un tableau des paramètres influents pour l'adhérence entre la brique et un mortier (Tableau 2.7).

Tableau 2.7 : paramètres influents sur l'adhérence entre la brique et un mortier [Groot 88]

		Properties influencing bond											
		Water flow	Water retention	Shrinkage	Bleeding	Volume changes on hydration	Degree of hydration	Porosity	Density of hydration products	Mechanical interlock- structure	Chemical bond	Workability	
Composition parameters	Mortar	Sand											
		Cement											
		Lime											
		Sand/cement ratio											
		Water/cement ratio											
		Water content											
		Air content											
		Additives air-entraining agents retarders fillers											
	Brick	Porosity											
		Humidity											
		Chemical reactivity											
		Roughness of surface											
		Macro-structure: Holes/form											
		Bond morphology											
		Bond strength											

Si elle est contrôlée, la succion peut améliorer l'adhésion entre le mortier et son support. Elle ne doit être ni trop forte pour éviter une faible hydratation du mortier ni trop faible afin d'éviter une zone interfaciale trop poreuse. Groot compare la capacité d'absorption de la brique par l'intermédiaire du taux initial d'absorption du support. Ce taux représente la masse d'eau absorbée en une minute par la face d'une brique immergée dans une hauteur d'eau de 3 mm. L'IRA (Initial Rate of Absorption) est exprimé en $\text{kg/m}^2/\text{min}$. La Figure 2.44 et la Figure 2.45 montrent bien cette relation entre absorption et adhérence [Groot 99] [Palmer 34] [PCA 94]. On remarque que l'adhérence n'augmente pas de façon linéaire en fonction de l'IRA. Il existe toujours un IRA optimal pour lequel l'adhérence est maximale. Sugo montre aussi l'influence de la nature du support et de l'IRA sur l'adhérence [Sugo 01]. Grandet corréle la microstructure de l'interface brique-pâte de ciment avec les valeurs d'adhérence. Il attribue l'adhérence de la pâte de ciment sur la brique à la pénétration d'ettringite sous forme aciculaire dans les pores de la brique. Il conclut que l'adhérence s'améliore avec l'augmentation de la taille de la classe dominante des pores de la brique (Figure 2.46) [Grandet 72]. Cet auteur observe aussi que la succion de la terre cuite induit un retard d'hydratation de la pâte de ciment se trouvant au contact de la brique. La résistance de cette

pâte au niveau de l'interface est donc moins bonne [Grandet 71a]. Pour des assemblages de maçonnerie, Isberner montre que l'adhérence entre le mortier et une brique augmente avec un plus grand rapport E/C. Cependant la résistance en compression diminue (Figure 2.47) [Isberner 69] [PCA 94]. La plus grande rétention de l'eau du mortier, surtout dans le cas de briques à forts taux IRA semble améliorer l'adhérence d'un mortier sur la brique par rapport à un mortier possédant une plus faible capacité de rétention d'eau [Ritchie 63] [PCA 94].

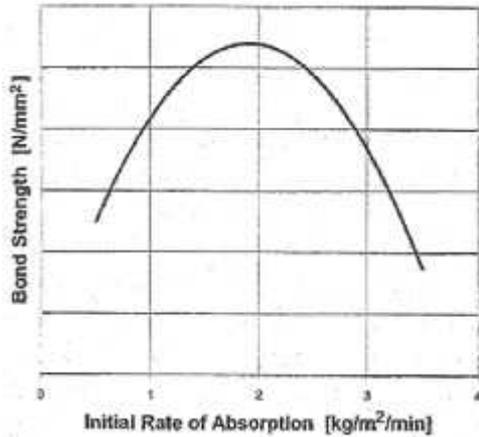


Figure 2.44 : adhérence en traction directe en fonction du taux IRA d'une brique [Groot 99]

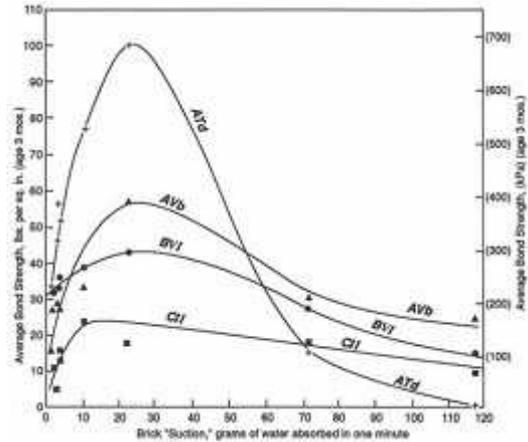


Figure 2.45 : adhérence en traction directe en fonction de l'absorptivité des briques [Palmer 34]

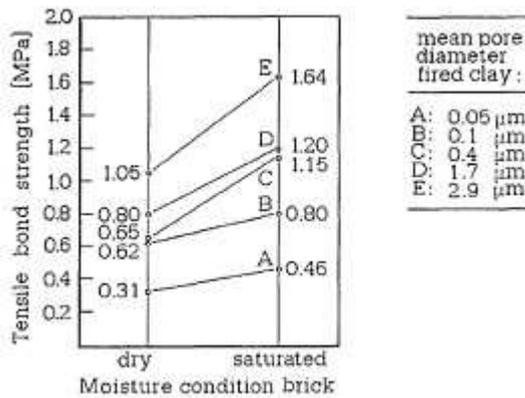


Figure 2.46 : adhérence d'un mortier sur une brique en traction directe en fonction du niveau de saturation de la brique [Grandet 72]

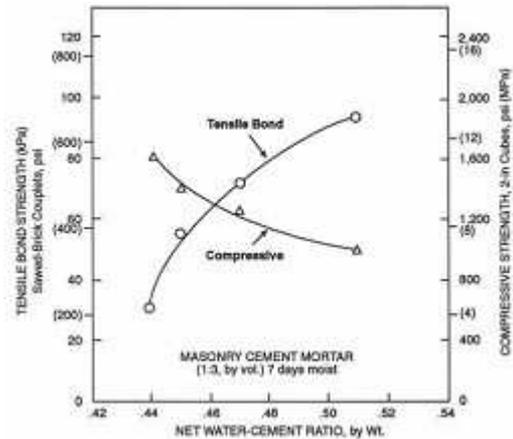


Figure 2.47 : adhérence en traction et résistance en compression de mortiers coulés sur des briques en fonction du rapport E/C [Isberner 69]

2.3.3.2. Moyens de mesure pour quantifier l'adhérence

2.3.3.2.1. Introduction

Les tests de quantification de l'adhérence sont des tests de rupture entre deux matériaux. Ces essais peuvent être effectués par traction, par flexion et/ou par cisaillement direct ou indirect (Figure 2.48) [Ohama 86].

Tableau 2.8 : normes pour les essais d'adhérence [Courard 04]

Norme	Objet	Matière et épaisseur du disque	Diamètre ou section des disques	Profondeur carottage ¹	Vitesse (/s)	Nombre d'essais	Prescriptions
CSA A23.2-6B	A ²	-	3,5 D max	min 30 mm	100 N/s	3	
G0008	C ³	-	-	-	-	-	≥ adhérence
G0007	C	-	-	-	-	-	≥ adhérence tjrs ≥ 1 MPa
NBN B14-210	A	indéformable	min 16 cm ² (mieux 50cm ²)	≥ épaisseur réparation	progressive	5	-
NBN B15-201	A,T ⁴	-	100 cm ²	complet	-	3/5	-
NBN B15-211	T	acier dur	surface de la carotte	min ≥ √S (mieux ≥ 2√S)	0,1 ± 0,05 MPa	-	-
BS1881-7	A	≥ 0,4 diamètre du disque	-	nécessaire	0,05 ± 0,03 MPa	6	-
prEN 1542	A	acier : 20 mm alu : 30 mm	50 mm	15 ± 5 mm	0,05 ± 0,01 MPa	-	-
prEN 1766	C	-	-	-	-	-	3/2,5 MPa
CUR 20	A	acier : 20 mm alu : 30 mm	50 ± 5 mm	15 ± 5 mm	0,05 ± 0,01 MPa	-	-

¹ si mesure d'adhérence, à compter à partir de l'interface

² A = adhérence du système de réparation

³ C = cohésion du support en béton

⁴ T = traction directe

2.3.3.2.3. Essais de flexion

Afin d'obtenir plus d'informations sur le décollement d'une couche de mortier, des essais de flexion trois points statiques et en fatigue ont été réalisés sur un ensemble mortier-support métallique. L'adhérence est apportée par une grille interposée entre le support et la couche de mortier (Figure 2.49) [Chausson 97] [Farhat 99]. L'inconvénient de cette méthode provient du fait que la couche étudiée n'est pas au contact d'un support poreux et ne subit pas la succion de ce dernier. Cependant, l'analyse et la compréhension des phénomènes de décollement sont facilitées par le choix de ce type de support.

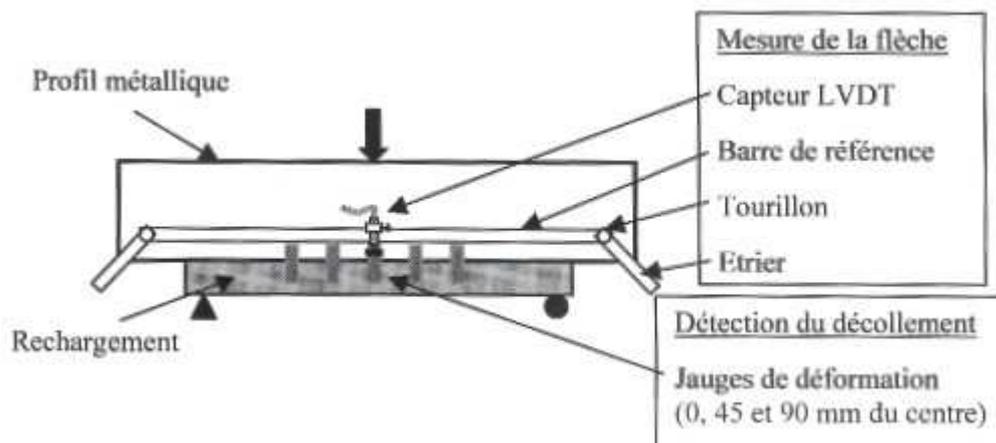


Figure 2.49 : essai d'adhérence en flexion 3 points [Chausson 97]

Sabatier [Sabatier 04] propose une étude en flexion trois points sur le décollement entre deux couches de béton avec l'ajout d'un défaut de collage. L'étude du décollement entre un enduit et un support est proposée par Peschard (Figure 2.50) [Peschard 02]. Cet essai permet de localiser le décollement à l'interface et de suivre sa propagation.

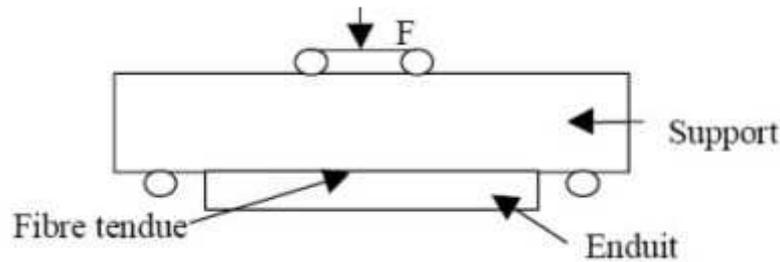


Figure 2.50 : essai d'adhérence en flexion 4 points [Peschard 02]

Anagnostopoulos [Anagnostopoulos 02] effectue un essai de flexion quatre points sur une éprouvette mixte brique-mortier représentée sur la Figure 2.51.

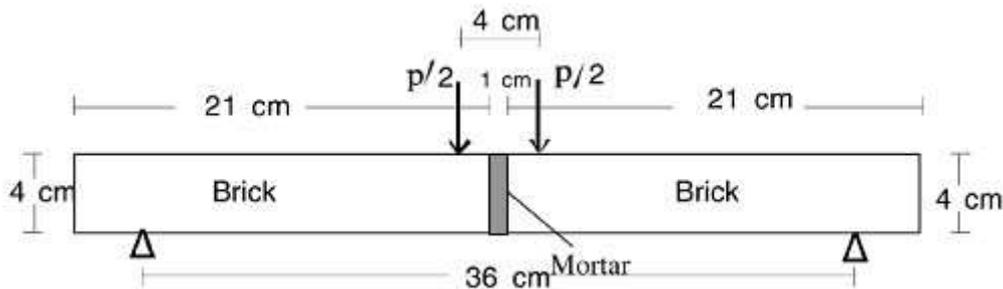


Figure 2.51 : essai d'adhérence en flexion 4 points [Anagnostopoulos 02]

2.3.3.2.4. Essais de cisaillement

Un des essais de cisaillement est l'essai de cisaillement par compression. Il est utilisé dans la norme BS6319 (partie 4) pour l'évaluation de l'adhérence des matériaux de réparation [Norme 84]. Le paramètre influant sur l'essai est l'angle d'inclinaison de l'interface (Figure 2.52) [Austin 99]. La rupture n'est pas forcément localisée à l'interface et la rugosité du support influence le mode de rupture. Une couche peu rugueuse engendre une rupture adhésive suivant l'interface alors qu'une couche rugueuse peut engendrer une rupture cohésive comme pour l'essai de traction directe. La différence des modules élastiques entre le support et la couche de réparation peut générer des concentrations de contraintes et perturber l'essai [Austin 99].

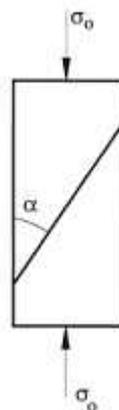


Figure 2.52 : essai d'adhérence en cisaillement par compression [Austin 99]

Un autre essai de cisaillement est décrit dans la norme NF EN 1324 [Norme 98]. C'est une méthode de cisaillement direct appliquée pour les colles à carrelage (Figure 2.48, « direct shear »).

2.3.3.2.5. Essai de fendage par coin : *Wedge Splitting Test* (WST)

Le principe de cet essai est représenté dans la Figure 2.53 [Harmuth 95a] [Harmuth 95b]. L'essai consiste à appliquer une force horizontale à l'aide d'un coin et de roulements à billes sur le composite support-mortier par exemple. Une entaille est réalisée sur la partie supérieure de l'interface pour initier la fissure au niveau de l'interface [Bertrand 04]. Cet essai permet de propager le décollement du support et de la nouvelle couche au niveau de l'interface [Harmuth 95b] [Bertrand 04]. Il permet de mesurer l'ouverture de la fissure et la force appliquée et de calculer l'énergie de fissuration entre un support et un enduit [Bertrand 04]. L'inconvénient est la préparation des éprouvettes du fait de leur forme (Figure 56) et de la nécessité d'une bonne rectitude.

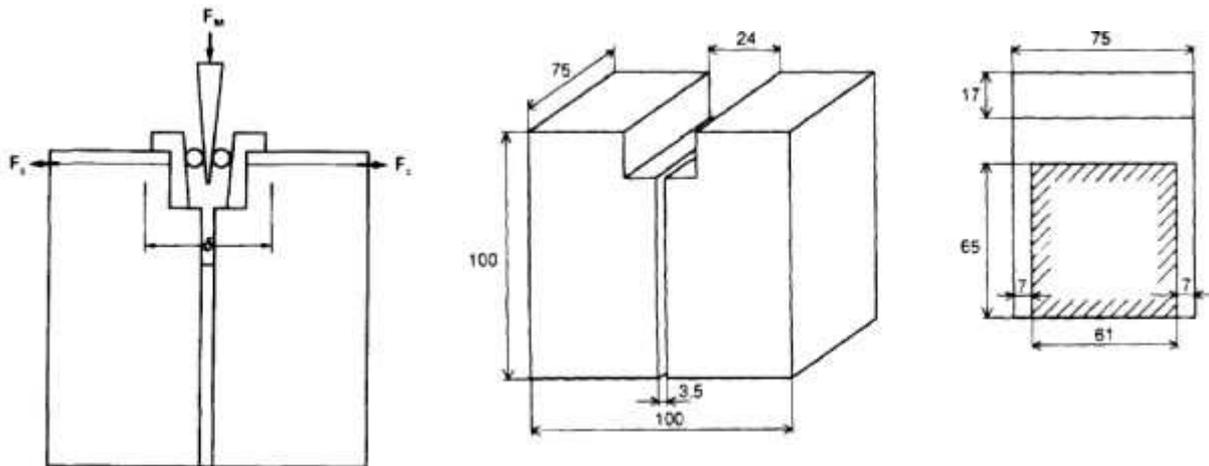


Figure 2.53 : essai WST, Wedge Splitting Test [Harmuth 95 b]

Li [Li 01] effectue des WST entre une ancienne couche de béton et une nouvelle (Figure 2.54) suivant la norme chinoise GB-8185.

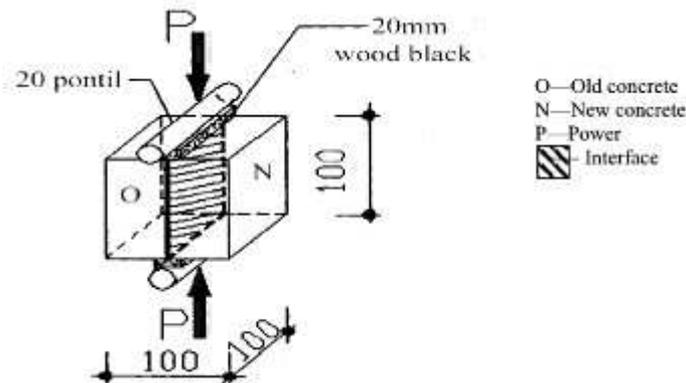


Figure 2.54 : Essai WST selon la norme chinoise GB-8185 [LI 01]

2.3.3.3. Influence des adjuvants

L'adhérence des bétons modifiés polymère sur un support est supérieure à celle des bétons ordinaires grâce à l'adhésion des polymères aux matériaux [Ramakrishnan 94] [Su 95].

Nous allons voir l'influence des éthers cellulosiques, latex, agent entraîneur d'air et agent hydrofuge sur l'adhérence d'un mortier appliqué sur un support.

2.3.3.3.1. Ethers celluliques

L'éther cellulosique augmente l'adhérence sur un support métallique. Cette adhérence est encore améliorée par la combinaison d'un éther cellulosique et de fumée de silice [Chung 04]. A l'aide de l'essai WST, Bertrand montre que l'ajout d'un éther de cellulose (MHEC) augmente l'adhérence au support (pierre de tuffeau, Figure 2.55). Cette adhérence dépend aussi de la cure du mortier. La meilleure adhérence à 28 jours est obtenue avec une cure à une HR de 100 % pendant 24 heures suivie d'une HR de 55 % jusqu'à 28 jours. La force maximale nécessaire pour initier la rupture est 10 fois supérieure avec le mortier contenant l'éther de cellulose [Bertrand 04b]. Les mouvements d'eau semblent jouer un rôle dans l'adhérence. L'amélioration de l'adhérence peut être attribuée à un meilleur contact entre le support et le mortier [Pourchez 07].

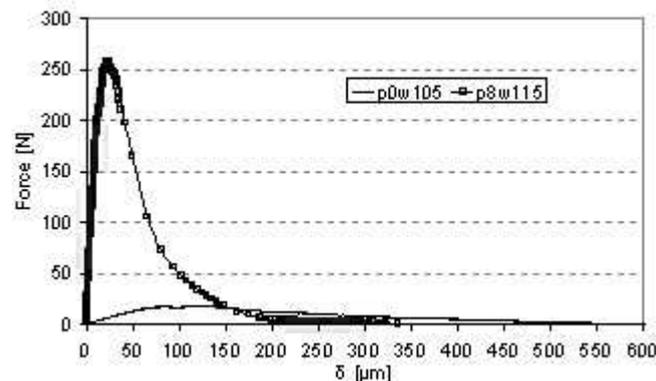


Figure 2.55 : résultat de l'essai d'adhérence WST d'un mortier appliqué sur une pierre de tuffeau pour un mortier sans éther de cellulose (p0w105) et avec (p8w115) [Bertrand 04b]

Sugo a mesuré l'adhérence en traction de mortiers coulés entre deux supports (différentes briques et un béton). Un des mortiers contient un méthyl cellulose. Dans ce cas, l'adhérence du mortier modifié éther de cellulose est plus faible que celle mesurée avec les mortiers non adjuvants [Sugo 01]. Une des hypothèses avancées par Sugo est que l'entraînement de l'air ou la rétention d'eau n'est peut-être pas favorable pour certains mélanges à la création d'une bonne adhérence. La cohésion de la pâte est à contrôler lorsque les adjuvants sont ajoutés. Une autre hypothèse peut venir d'une mouillabilité moins bonne lorsque l'éther de cellulose a été ajouté. Pour finir, la nature de l'éther cellulosique peut influencer l'adhérence du mortier sur un support.

2.3.3.3.2. Latex

Les latex augmentent l'adhérence au support [Pareek 86] [Nakayama 87] [Afridi 95] [Harmuth 95] [Ohama 95] [Ohama 98] [Ohama 99] [Puterman 99] [Anagnostopoulos 02] [Do 03] [Chung 04] [Almeida 05] [Almeida 07]. Des mesures effectuées en traction par Afridi montrent que l'ajout de latex EVA ou d'autres latex sous forme de poudre ou d'émulsion augmentent l'adhérence sur un support de mortier classique (Figure 59). L'étude de Colville confirme ces résultats [Colville 99]. L'augmentation du rapport P/C dans le mortier améliore l'adhérence (Figure 2.56) [Afridi 95].

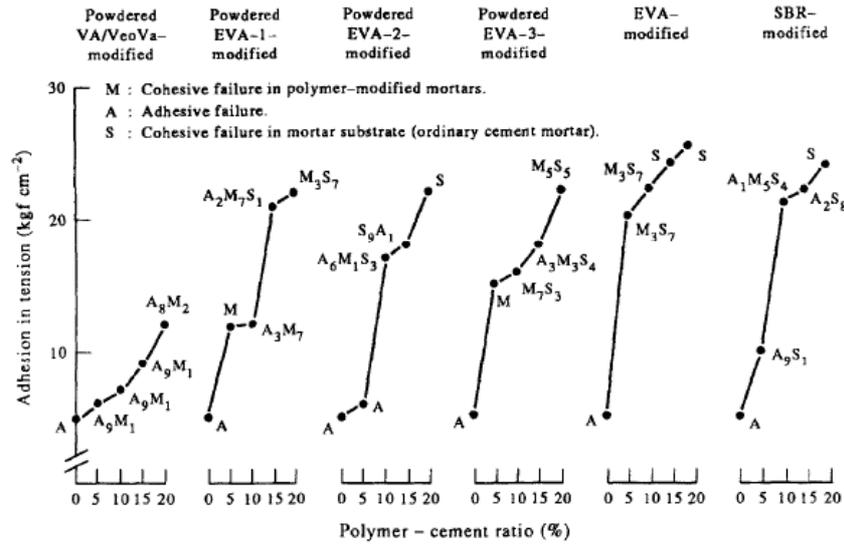


Figure 2.56 : adhérence en traction directe et profil de rupture pour différents mortiers adjuvantés latex [Afridi 95]

Cependant, les modes de rupture sont sensiblement différents selon le polymère employé, leur forme liquide ou en poudre ainsi que le rapport P/C (Figure 2.57) [Afridi 95]. Avec 20 % de latex EVA en émulsion et SBR, la rupture est purement cohésive dans le support en mortier. Avec les latex sous forme de poudre nommés EVA-1 et EVA-3, la rupture est cohésive dans le support mais aussi dans la couche de mortier. Par contre, avec EVA-2 et à partir de P/C égal à 15 %, la rupture est quasiment cohésive dans le support, contrairement aux faibles taux où la rupture est adhésive.

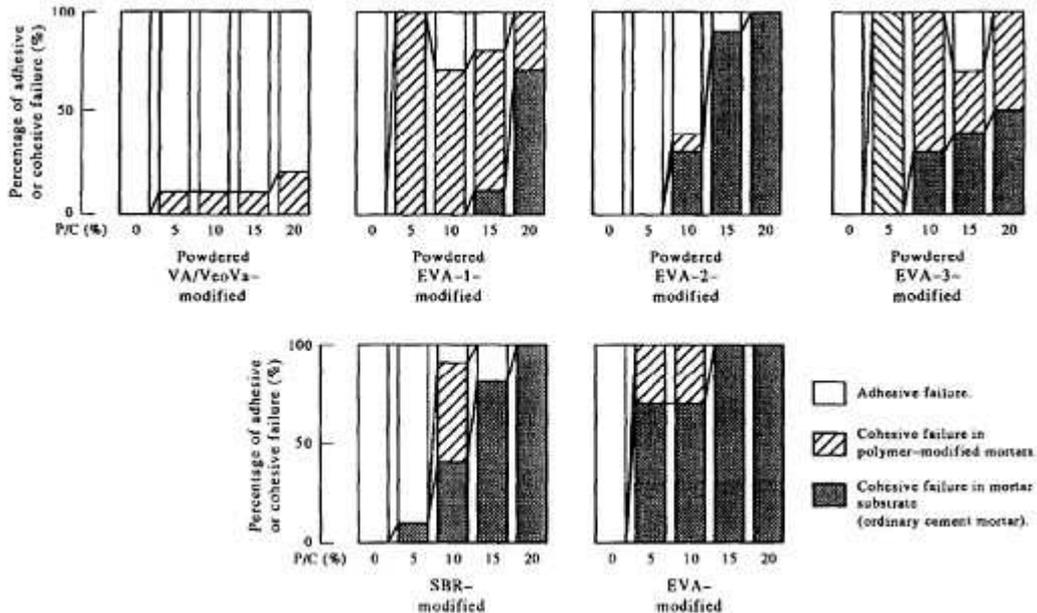


Figure 2.57 : profil de rupture lors d'arrachement par traction directe de mortier modifié latex appliqué sur un support mortier [Afridi 95]

Ohama effectue des mesures en traction directe et en cisaillement par compression. Les résultats obtenus en mesurant l'adhérence diffèrent. Alors qu'avec l'essai en traction directe, l'adhérence est améliorée avec l'augmentation du rapport P/C, ce n'est plus le cas avec l'essai de cisaillement en compression. En effet, à partir du rapport P/C égal à 5 ou 10 %, selon le latex utilisé, les valeurs d'adhérence chutent (Figure 61) [Ohama 98].

Ceci peut provenir des modes de rupture qui sont moins cohésifs dans le support avec l'essai de cisaillement par compression (Figure 2.58). Nakayama [Nakayama 87] observe une meilleure adhérence sur un support métallique de pâtes de ciment modifiées-latex (dont deux latex EVA) par rapport à une pâte de ciment classique. Harmuth [Harmuth 95a] compare l'adhérence mesurée par un essai WST, de béton modifié latex vinylacétate éthylène par rapport à un béton ordinaire appliqué sur un support en béton. La méthode d'essai est le WST. Les teneurs en air sont maintenues constantes à l'aide d'un superplastifiant et d'un entraîneur d'air pour le béton ordinaire ou d'un agent anti-mousse pour les hautes teneurs en latex du béton adjuvanté latex. L'auteur constate une augmentation de l'adhérence et de la force pour initier le décollement lorsque le taux de latex augmente. Dans une étude sur le collage de carrelage, Zhang [Zhang 07] montre que la porosité du carreau influe sur l'adhérence en traction directe de ce dernier. Un carreau non poreux est moins adhérent sur son support qu'un carreau poreux. L'augmentation du taux de latex améliore l'adhérence dans les deux cas. Les conditions de cure influent sur l'adhérence (Figure 2.59). Cette dernière dépend aussi de la température à laquelle sont effectués les essais ainsi que de la température de transition vitreuse du latex (température pour laquelle le polymère s'assouplit).

Le latex EVA que nous allons utiliser dans notre étude est stabilisé par un polyvinyl alcool (PVOH). Avec l'utilisation d'un PVOH liquide, Mansur montre que l'adhérence en traction est améliorée pour le collage de carrelage en porcelaine [Mansur 07].

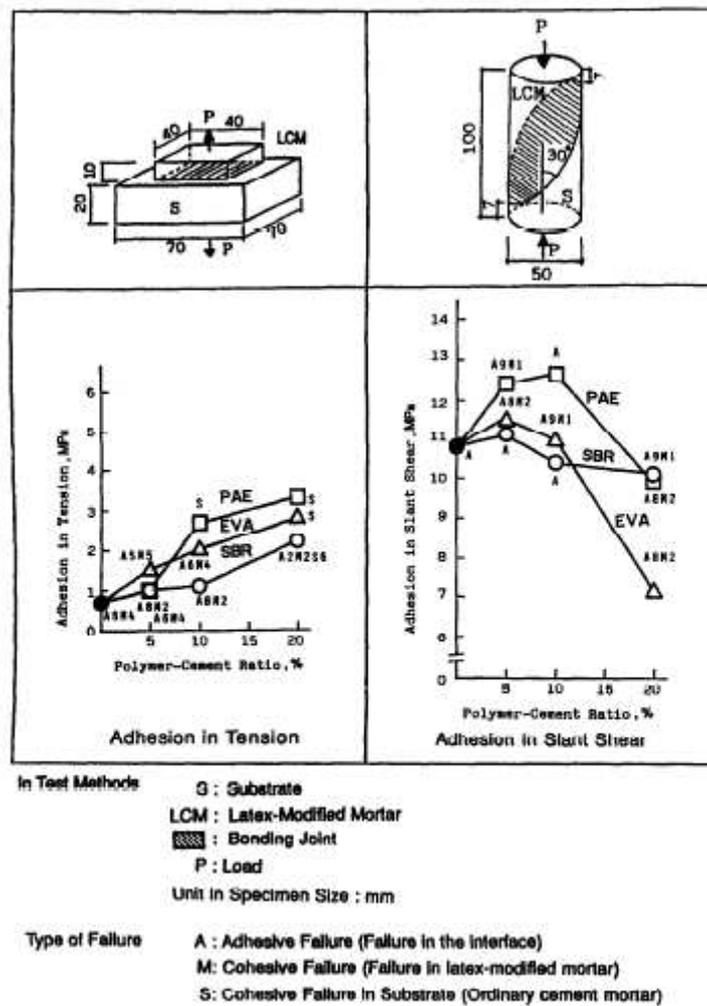


Figure 2.58 : essais en traction directe et cisaillement par compression, résultats pour différentes teneurs en polymères [Ohama 98]

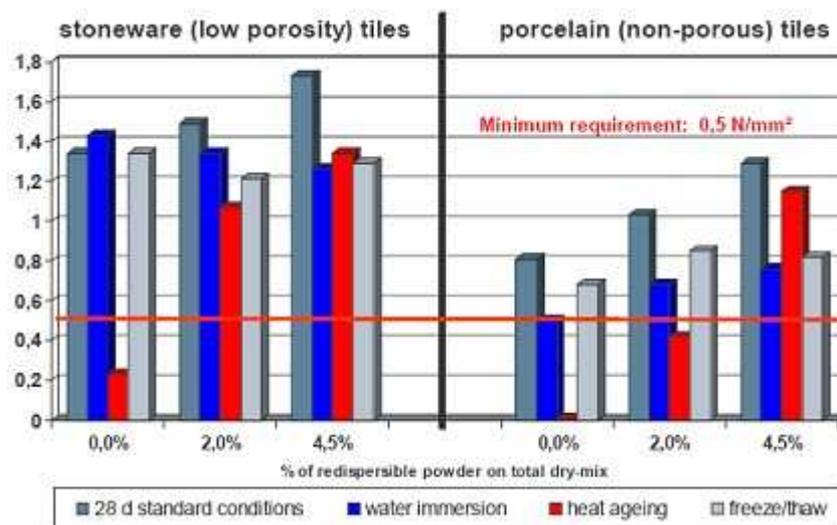


Figure 2.59 : pull-off test de mortier adjuvanté latex pour différents taux, différentes conditions de cure et deux supports différents [Zhang 07]

L'utilisation de latex peut engendrer une quantité importante d'air entraîné dans le mortier. L'utilisation d'agent anti-mousse peut être alors une solution mais ces agents peuvent diminuer l'adhérence au support [Kim 97].

2.3.3.3.3. *Entraîneur d'air, agent hydrofuge, influence de plusieurs adjuvants*

Dans le cas d'une brique, les mortiers adjuvantés entraîneur d'air possèdent une plus faible rétention de l'eau ce qui a pour conséquence un enrichissement en ciment au niveau de l'interface brique-mortier. L'hydratation du mortier étant moindre, cela peut avoir une influence sur l'adhérence entre le mortier et la brique [Brocken 00] [Sugo 96].

Ribar montre que lorsque la teneur en air augmente, l'adhérence diminue (Figure 2.60) [Ribar 82] [PCA 94]. Cependant, dans ce cas, les mortiers ne contiennent pas d'entraîneur d'air mais ont une teneur en air qui augmente.

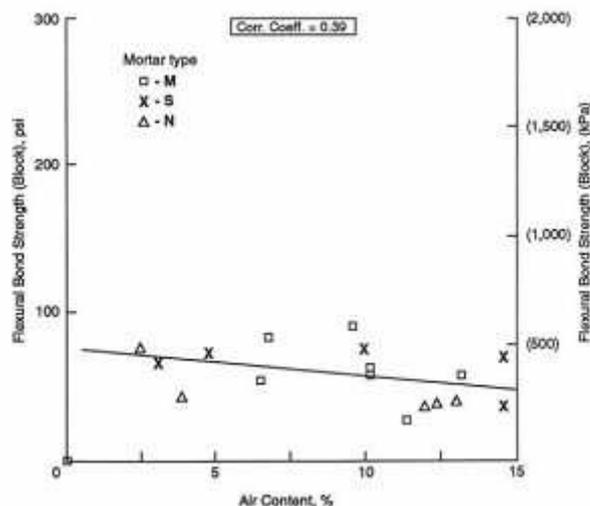


Figure 2.60 : adhérence en flexion d'un ensemble brique mortier pour différentes proportions d'air entraîné [Ribar 82]

D'excellentes adhérences ont été obtenues avec l'utilisation d'agents entraîneur d'air. Outre la quantité de l'entraîneur d'air introduit, Robinson [Robinson 88] conclut que le type d'entraîneur d'air et la structure du réseau de bulles influent sur l'adhérence [PCA 94]. Kampf observe une augmentation de l'adhérence lorsque la teneur en air entraîné augmente et lorsque des briques avec un fort taux IRA sont utilisées. Il observe le comportement opposé avec des briques à faible IRA. Il conclut que pour des forts taux IRA, la maniabilité et la rétention de l'eau du mortier gouvernent le développement de l'adhérence. Par contre, pour des briques à faibles taux IRA, la cohésion ou la résistance en traction du mortier sont les facteurs les plus influents sur le développement de l'adhérence [Kampf 63] [PCA 94].

Comme nous l'avons vu auparavant, Courard relie la mouillabilité à l'adhérence. Cet auteur montre que la mouillabilité d'une pâte de ciment est modifiée par l'ajout d'adjuvants tels que les agents hydrofuges. Cette mouillabilité varie aussi en fonction des supports [Courard 02]. La mouillabilité paraît donc être une des conditions d'une bonne adhésion d'un mortier sur un support. Dans un essai de mesure d'adhérence en flexion, Nordmeyer [Nordmeyer 07] observe une légère augmentation de la valeur d'adhérence entre un support et un mortier avec l'ajout d'agent hydrofuge.

L'utilisation d'un superplastifiant avec un latex EVA ne modifie pas les valeurs d'adhérence en traction d'un mortier sur une brique par rapport à l'utilisation du latex EVA seul [Colville 99]. L'addition d'un latex EVA et d'un MHEC dans un mortier augmente l'adhérence en traction par rapport à un mortier ne contenant que du MHEC (Figure 2.61) [Jenni 05]. L'adhérence augmente avec l'augmentation de la teneur en polymères, même pour des carreaux peu poreux, n'absorbant que très peu d'eau (Figure 2.62) [Bonin 05].

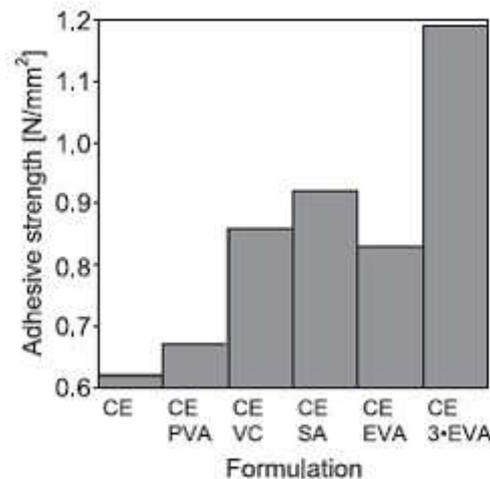


Figure 2.61 : adhérence par traction directe d'un carreau collé sur un support en mortier par un mortier contenant au moins un éther de cellulose (CE) et différents latex [Jenni 05]

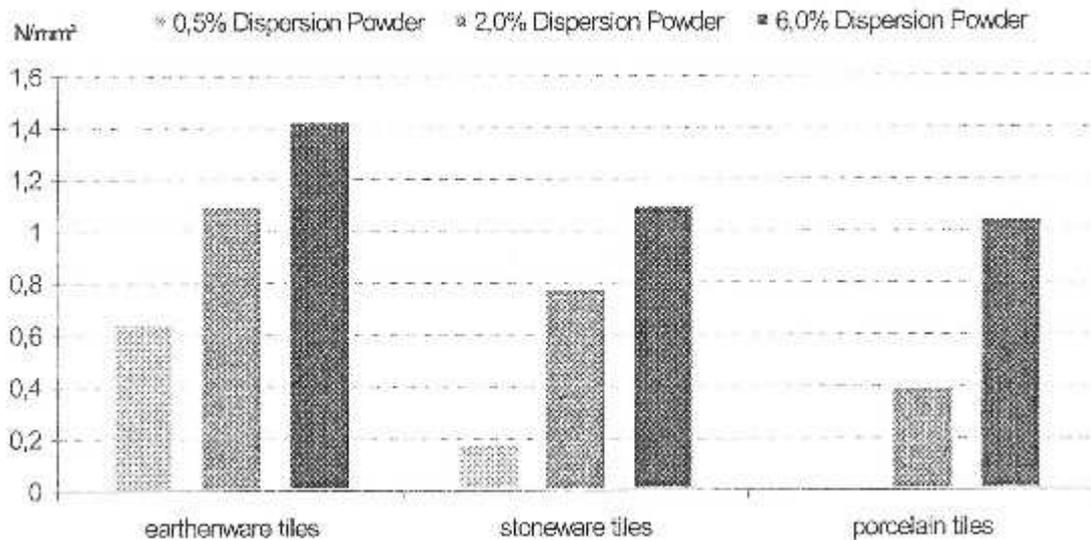


Figure 2.62 : adhérence par traction directe de différents carreaux d'un mortier avec un support pour différentes proportions de polymères [Bonin 05]

2.3.3.3.4. Actions des polymères sur l'adhérence : phénomènes mis en jeu

La principale raison de l'amélioration de l'adhérence provient de la formation d'un film de polymère à l'interface mortier-support. Avec des supports poreux, les latex peuvent s'insérer dans le réseau poreux et ainsi former une adhésion mécanique avec le support (Figure 2.63 et Figure 2.64). Avec des supports peu poreux, c'est la liaison entre le film et le support qui peut augmenter l'adhérence. L'amélioration de la cohésion de la matrice cimentaire, l'augmentation de la déformabilité, la modification de la porosité sont d'autres facteurs susceptible d'améliorer l'adhérence. L'augmentation de l'adhérence peut être également attribuée à l'amélioration du contact entre le mortier et le support avec l'ajout d'agent hydrofuge ou d'éther cellulosique par l'augmentation de la mouillabilité du mortier ou de la rétention en eau. La possibilité d'utiliser des mortiers avec un fort rapport E/C peut aussi contribuer à cette amélioration. Il est possible aussi que la formation de produits d'hydratation différents par leur nature, par leur morphologie et par leur proportion au niveau de l'interface mortier-support participe à la création d'une plus forte adhérence.

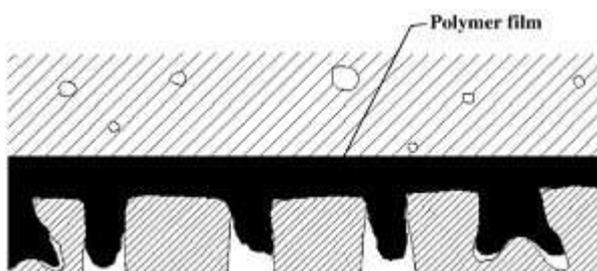


Figure 2.63 : principe du collage entre le mortier contenant du latex et un support poreux [Do 03]

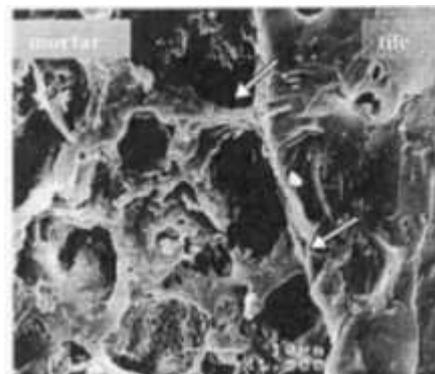


Figure 2.64 : observation au MEB de latex (flèche blanche) en contact avec du mortier [Bonin 05]

Sakai propose un modèle pour expliquer l'adhérence d'un béton modifié latex (Figure 2.65) [Sakai 95]. La formation du film au niveau de l'interface et au sein de la matrice cimentaire explique la meilleure adhérence due au latex.

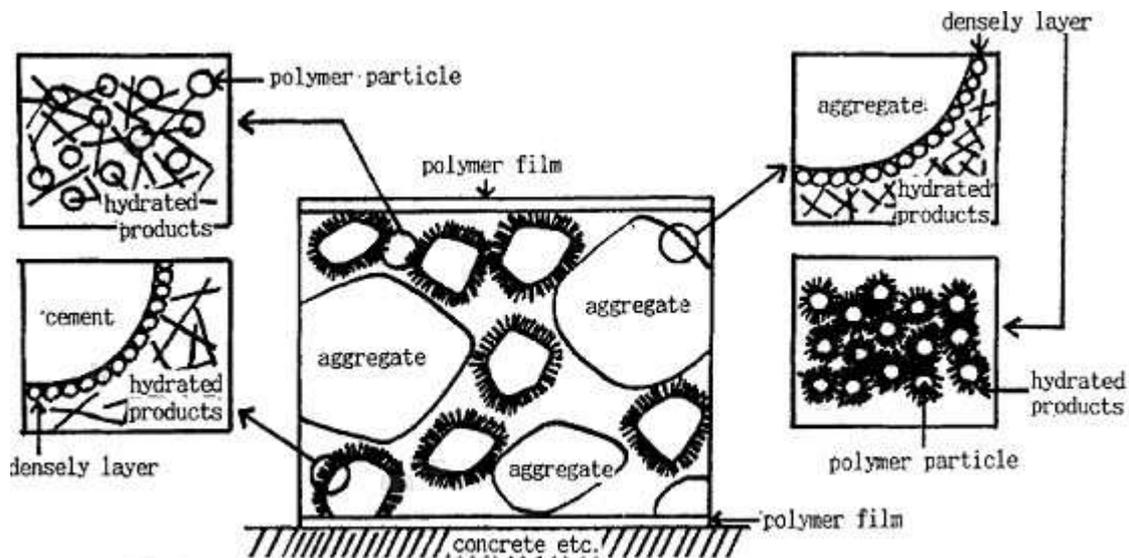


Figure 2.65 : modèle de création de l'adhérence d'un mortier contenant un latex [Sakai 95]

Jenni [Jenni 05] a mesuré l'adhérence de carreaux collés sur un support qu'il a reliée à la formation des films d'éther cellulosique et de latex ainsi qu'à la quantité d'eau libre contenue dans un mortier. Dès que l'eau est en contact avec les constituants du mélange sec, l'hydratation du ciment commence, les films d'éther cellulosique se forment à l'interface des vides d'air. Puis, le mortier est appliqué et les carreaux sont collés, les films d'éther cellulosique se forment essentiellement à la surface du mortier, les films de latex commencent à se former grâce au départ de l'eau par évaporation et succion du support, la quantité d'eau est ainsi amoindrie, c'est la période dormante pour l'hydratation du ciment. Cette étape dure 3 heures environ. Jusqu'à deux jours, la formation des films d'éther cellulosique et de latex continue, le ciment s'est hydraté dans sa plus grande partie, il n'y a plus d'eau disponible, l'adhérence augmente parallèlement à la formation des films de polymères. Par la suite Jenni plonge les mortiers à nouveau dans l'eau. Il suit l'évolution des différents paramètres qui permettent de montrer l'influence de la cure de tels mortiers. La cure apparaît comme un paramètre important dans la formation des films de polymères.

L'adhérence de mortiers modifiés-latex est donc influencée par les conditions de cure. Une cure directement humide ne semble pas être bénéfique à l'adhérence mesurée en traction [Colville 99]. La formation du film de latex paraît donc essentielle dans la valeur finale de l'adhérence (Figure 2.61).

Almeida [Almeida 07] a étudié l'adhérence de carrelage collé sur un support par traction directe. Les mortiers utilisés sont composés en quantités variables d'un latex, de fumées de silice et d'un superplastifiant. Cet auteur observe qu'avec l'addition de latex et de fumées de silice, la taille moyenne du pic principal de la distribution porosimétrique est diminuée. Outre la formation du film de latex, l'auteur attribue l'amélioration de l'adhérence à cet affinement de la porosité.

2.3.3.4. Fissuration

2.3.3.4.1. Généralités

Lorsqu'un mortier est appliqué sur un support, la couche de mortier est soumise au retrait. La succion et la dessiccation sont des facteurs responsables du retrait [Détriché 83] [Bissonnette 00] [Weimann 03] [Do 03]. Pour une couche mince de 1 cm environ, ces deux facteurs en sont les causes premières. Or, ce retrait est gêné par l'adhérence au support, créant ainsi des contraintes dans la couche de mortier. Lorsque le retrait empêché est trop important, les contraintes internes deviennent plus grandes que la résistance en traction du mortier et génèrent de la fissuration. La capacité de déformation du mortier est aussi à prendre en compte. Cette fissuration peut surgir au moment de la phase plastique du mortier ou dans les jours suivant la prise et le durcissement de ce dernier. La température, les conditions de cure, la vitesse du vent, la nature du ciment et des ajouts minéraux, le rapport E/C influencent ce phénomène de fissuration [Branch 02] [Pigeon 03] [Holt 04] [Messan 06].

2.3.3.4.2. Moyens de mesures, quelques résultats

L'essai à l'anneau ou ring test

L'essai à l'anneau est peut-être l'essai le plus utilisé pour caractériser la susceptibilité à la fissuration due au retrait plastique (Figure 2.66). Le mortier est coulé autour d'un anneau métallique. La forme de l'éprouvette imposée par cet essai et la faible déformabilité du métal génèrent du retrait empêché et donc la fissuration de la couche de mortier. L'évaluation de la performance du mortier est évaluée par l'échéance d'apparition de la fissuration, le nombre de fissures, leur ouverture et leur taille. On peut évaluer les déformations par noyage de jauges de déformation ou collage sur l'extérieur de l'anneau central. L'épaisseur et la rugosité des anneaux peuvent aussi varier, ainsi que l'épaisseur de la couche de mortier. La géométrie de l'anneau conditionne d'ailleurs la fissuration [Kolver 93] [Sellevold 94] [Shah 98] [Weiss 01] [Bentur 03] [Monge 05]. Ce genre d'essai est « passif » ; la déformation de l'anneau n'est pas compensée.

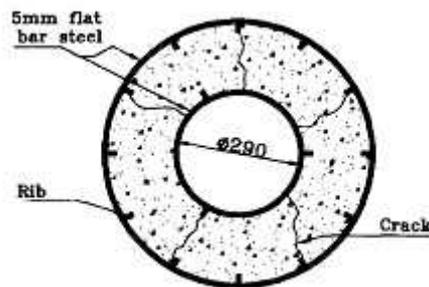


Figure 2.66 : essai à l'anneau [Sellevold 94]

Un essai « actif » a été réalisé par Messan [Messan 06]. Le noyau central est en élastomère quasi-incompressible. L'essai consiste à appliquer une force de compression sur le noyau central afin de conserver sa géométrie initiale et maintenir constantes les conditions d'empêchement.

Essai sur plaque

C'est un essai utilisé pour évaluer les performances d'une dalle de mortier contenant des fibres polymères coulée sur une plaque en métal (Figure 2.67) [Yokoyama 94] [Bentur 03]. La fissuration est évaluée par la mesure de la taille des fissures, l'échéance de l'apparition des fissures, leur nombre etc.

Essais unidirectionnels

Un essai de ce type est effectué à l'aide d'un appareil permettant de mesurer l'effort nécessaire pour empêcher le retrait de s'effectuer sur une éprouvette de 50 cm de longueur, bloquée à ses extrémités (Figure 2.68) [Lejeune91].

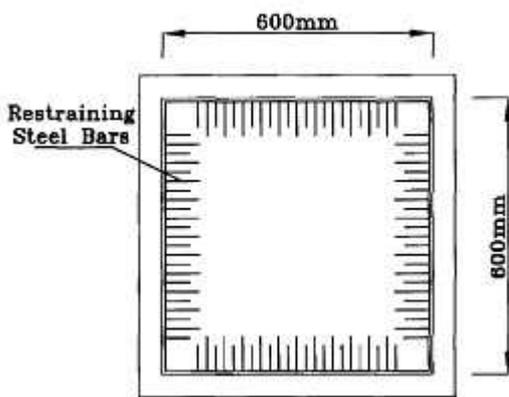


Figure 2.67 : essai sur plaque [Yokoyama 94]

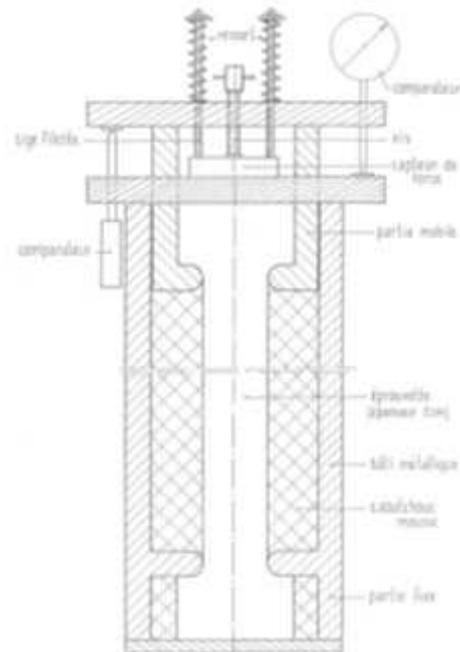


Figure 2.68 : essai unidirectionnel [Lejeune 91]

La tendance à la fissuration pour des couches minces est particulièrement élevée durant les premiers jours du mortier où les variations dimensionnelles et les variations des caractéristiques mécaniques sont les plus importantes. La couche de mortier doit acquérir une résistance initiale suffisante pour s'opposer à la microfissuration au jeune âge mais cette résistance doit être modérée pour que des microfissures puissent se former et relâcher les contraintes générées par le retrait. La présence de granulats ou de bulles d'air favorise la microfissuration. La mesure du retrait libre ne permet pas d'évaluer le risque à la fissuration d'une couche de mortier. Plus la cinétique du retrait est élevée, moins la mesure du retrait est corrélable à la fissuration et l'adhérence au support est essentielle dans le phénomène de fissuration [Lejeune 91]. Un essai comparable à celui proposé par Lejeune est utilisé par Rosario Veiga [Rosario Veiga 98a]. Cet auteur montre que les mortiers contenant de la chaux sont plus déformables et résistent mieux à la fissuration que les mortiers sans chaux. Les quantités de ciment, d'eau ou la nature du sable ne semblent pas significatives en ce qui concerne la fissuration. L'utilisation de polymère augmente la résistance à la fissuration et les mortiers industriels résistent mieux à la fissuration [Rosario Veiga 98b]. La forme des éprouvettes des deux essais précédents est la même que l'essai recommandé par le comité RILEM [RILEM 97]. Seule la disposition de l'éprouvette diffère, dans l'étude de Rosario

Vega, elle est verticale alors que dans la recommandation RILEM, elle est horizontale. La mesure peut ainsi débuter juste après la mise en place du mortier. Des jauges de déformation sont placées sur le moule pour déterminer les contraintes que subit l'éprouvette. Un système de circulation d'eau et des matériaux isolants sont utilisés pour contrôler la température et son uniformité au sein de l'éprouvette.

Il existe d'autres systèmes de mesure verticaux ou horizontaux où un côté de l'éprouvette est libre et où la déformation est compensée manuellement ou électroniquement (essais dits « actifs »). Une différence entre la mesure libre et la mesure bloquée apporte plus de renseignements lorsque la fissuration apparaît (Figure 2.69) [Bentur 03].

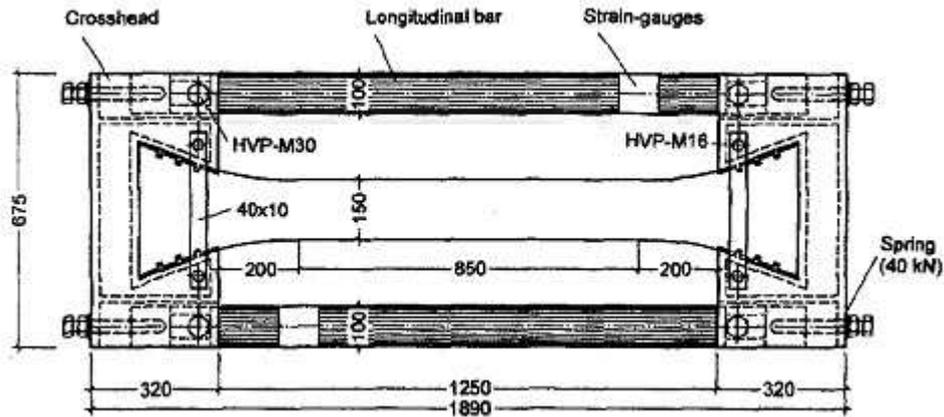


Figure 2.69 : essai horizontal « actif » [Bentur 03]

Des essais qualitatifs longitudinaux sont aussi effectués comme celui de Banthia (Figure 2.70) [Banthia 93] [Bentur 03]. L'éprouvette est fixée par ses extrémités après démoulage et la fissuration est suivie par un microscope parcourant la surface de l'éprouvette.

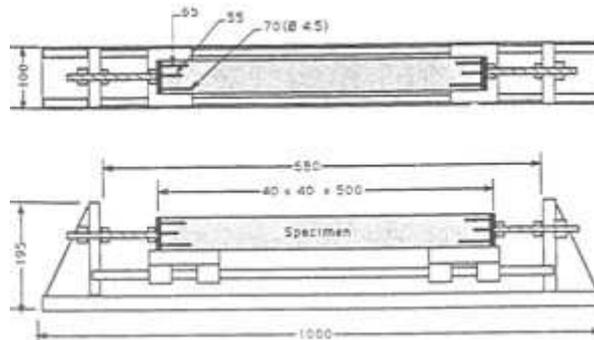


Figure 2.70 : essai longitudinal [Banthia 93]

Retrait empêché par le support

Ce même essai peut être également réalisé en coulant une couche de béton frais sur un support béton plus ancien dont la rugosité est contrôlée. L'ensemble est soumis à une température de 38°C et à 5 % HR (Figure 2.71) [Banthia 96].

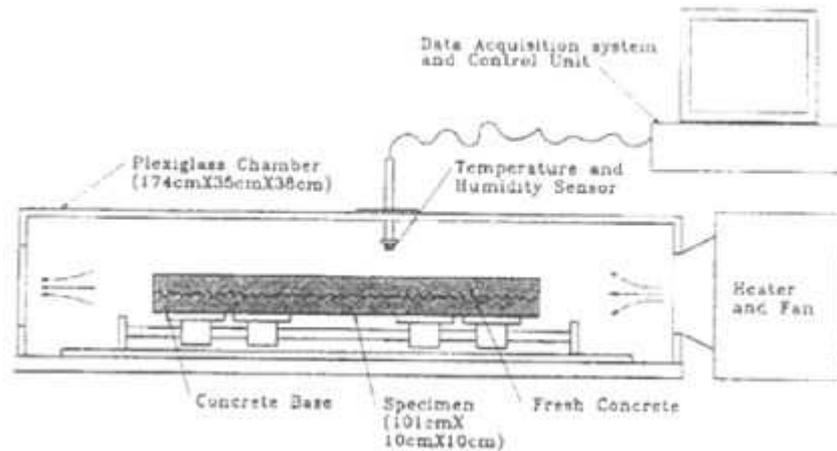


Figure 2.71 : essai longitudinal sur support rugueux [Banthia 96]

Tamin [Tamin 86] utilise une grille perforée placée en fond de moule pour reproduire l'adhérence due à un support. Des mesures de retrait instantané à la désolidarisation du mortier de son support donnent accès au retrait empêché en couche supérieure au temps souhaité. Des mesures simultanées de la résistance en traction et du module d'élasticité permettent de conclure que la relaxation de contraintes est visible au niveau de ces mesures. Cela confirme le rôle des microfissures vues auparavant. Le retrait empêché à l'interface sur un support non absorbant dépend de l'épaisseur de la couche de mortier. Une comparaison entre la mesure du retrait empêché et la déformation mesurée par flexion du mortier aux mêmes échéances permettent de déterminer la période critique de fissuration. Avec le même principe, Ouzit [Ouzit 90] a mesuré l'influence de support absorbant comme la brique et le béton cellulaire sur la fissuration. Pour cela, une feuille de papier absorbant est insérée pour pouvoir désolidariser le mortier du support. La stabilisation du retrait empêché et de la déformation sont plus rapides avec un support absorbant. L'auteur conclut que la couche de mortier est plus sensible à la fissuration lorsqu'il est appliqué sur un support absorbant.

2.3.3.4.3. Influence des adjuvants

Ether cellulosique

Müller [Müller 06] conclut que le développement de la résistance du ciment est retardé par l'ajout des éthers cellulosiques et que plus le degré DS est faible, plus le retard est important. Bien que le retrait soit plus élevé avec l'ajout d'éther cellulosique, la cohésion du matériau est plus grande. Cette plus grande cohésion est d'ailleurs confirmée par des observations au microscope électronique environnemental. Par observation des éprouvettes et mesures ultrasoniques, il observe que la fissuration à l'état durci est ainsi réduite par l'ajout d'éther cellulosique. Messan [Messan 06] observe sur une dalle de $50 \times 50 \times 1$ cm de mortier que l'augmentation de la teneur en MHPC engendre une fissuration plus rapide de la dalle (0,95 heures contre 4,7 heures). Selon l'auteur, cette différence provient de la différence de cinétique du retrait entre les deux formulations de mortier. Cette cinétique dépend de l'angle de frottement inter-granulaire et ce dernier conditionne la fissurabilité du matériau [Messan 06] [Konrad 97]. De plus, Messan observe que la largeur des fissures et la surface de fissuration de la dalle sont identiques pour les deux teneurs en MHPC. Cependant, avec la formulation contenant moins de MHPC, les fissures sont traversantes. La consistance du mortier à l'état frais joue donc un rôle dans la fissuration.

Latex

Messan compare un mortier contenant un MHPC à un mortier modifié avec l'ajout de 10 % de latex EVA par rapport à la masse de ciment [Messan 06]. Cet ajout engendre une réduction de

la largeur des fissures et donc de la surface de fissuration, bien que le mortier fissure plus vite (1,2 heures contre 4,7 heures), ce mortier ayant un retrait au jeune âge plus important. Les fissures ne sont plus traversantes comme avec le mortier contenant seulement du MHPC. L'auteur attribue ce comportement à la formation du film de polymère à la surface de la dalle qui s'oppose à l'ouverture des fissures [Messan 06]. Dans les premières heures du mortier, cet auteur a mesuré les contraintes internes à l'aide d'un essai à l'anneau « actif » (paragraphe 2.3.3.4.2). L'ajout de latex à hauteur de 10 % en masse par rapport au ciment diminue la contrainte interne par rapport à un mortier ne contenant qu'un MHPC. L'auteur attribue ceci à une diminution de la valeur du retrait, de la résistance mécanique et donc du seuil de plasticité des mortiers adjuvantés latex. Une différence dans l'évolution de la rigidité peut aussi expliquer ce comportement. Do [Do 03] observe que pour des latex SBR, plus le rapport P/C est élevé, plus la résistance à la fissuration est grande. L'auteur conclut aussi que cette résistance dépend de la nature du latex et du rapport entre la quantité de ciment et la quantité de sable. Monge [Monge 05] réalise des essais à l'anneau sur des mortiers contenant ou non un latex EVA. Il constate que la fissuration de la couche de mortier est retardée du fait d'un changement du comportement viscoélastique du mortier avec l'allongement du temps de prise en présence de latex (dû au retard d'hydratation).

Entraîneurs d'air, agents hydrofuges et influence de plusieurs adjuvants

Comme nous l'avons vu, la microfissuration relaxe les contraintes internes dans une couche de mortier. La microfissuration est facilitée par la présence de bulles d'air. On peut donc penser qu'à quantité contrôlée, l'utilisation d'entraîneur d'air peut réduire la fissuration si la résistance en traction du matériau reste raisonnable. Cependant, Dias [Dias 03] observe que les mortiers adjuvantés par des retardateurs de prise ou des entraîneurs d'air fissurent plus vite, mais leur effet est moins dominant que la teneur en ciment (rapport E/C) ou les facteurs environnementaux (soleil et vent). Les agents hydrofuges quant à eux, permettent de réduire les tensions superficielles. Ainsi, ces agents pourraient permettre de réduire le retrait et donc la susceptibilité à la fissuration d'un mortier.

2.4. Synthèse de l'influence des adjuvants étudiés

Le Tableau 2.9 récapitule l'influence des éthers cellulosiques, des latex, du latex EVA, de l'entraîneur d'air et de l'agent hydrofuge sur différentes propriétés dont l'hydratation, la porosité, le retrait, l'adhérence et la fissuration. Ce tableau souligne également les propriétés générales et les particularités induites par l'ajout de ces adjuvants à un mortier.

Tableau 2.9 : récapitulatif de l'influence des adjuvants (*maniabilité constante ou E/C constant), EC : éther cellulosique, EVA : éthyl vinyl acétate, EA : entraîneur d'air, HY : agent hydrofuge

	Propriétés générales	Hydratation Porosité	Particularités	Retrait	Adhérence	Fissuration
EC p.14 p.45	<u>Augmentation</u> : rétention en eau, viscosité, temps ouvert, temps de prise, perméabilité à la vapeur d'eau, ductilité. <u>Diminution</u> : Ressuage, ségrégation, perméabilité à l'eau, résistances mécaniques (dépendant du type d'études*), module d'Young.	Retard hydratation (dépendant du taux, du type d'EC et de DS). Micro-réseaux poreux spécifiques. MHPC Plus grand volume poreux. Nouvelles classes de tailles de pore.	Film à l'interface air-eau Augmentation de l'homogénéité et de la cohésion Affinité avec les particules de ciment	<u>Augmentation</u> Retrait plastique. Evaporation. Contraction de la phase aqueuse.	Amélioration Dépend des additions minérales, de la cure, de la nature des EC et de leur taux.	Diminution à l'état durci. Augmentation de la cinétique de fissuration. Modification de la nature des fissures. Dépendant du type et du taux d'EC
Latex p. 20 p. 46	<u>Augmentation</u> : Maniabilité, rétention d'eau, air entraîné, cinétique d'évaporation, temps de prise, ténacité, résistances en flexion et traction, déformabilité, résistance à l'abrasion, résistance chimique <u>Diminution</u> : Incombustibilité	Hydratation ralentie, dépendante de la cure. Porosité plus fine.	Formation de complexes avec le ciment, formation d'une comatrice latex-ciment, formation du film à l'interface mortier support et au front d'évaporation (dépendante de la cure) Augmentation de la cohésion	<u>Retrait long terme</u> : Dépend du type de latex, de la cure, du type d'études*. <u>Jeune âge</u> : Diminution avec un agent anti-mousse.	Amélioration avec l'augmentation de P/C. Dépend de la nature et de la forme du latex, de Tg, de la cure du type d'essai, de la porosité et du support.	Améliorations de la résistance à la fissuration et au pontage des fissures lorsque P/C augmente. Dépend de la nature du latex et du type de cure.
Latex EVA p. 28 p. 46	<u>Augmentation</u> : Idem aux autres latex, période de consolidation <u>Diminution</u> : Idem aux autres latex, résistances en compression.	Retard d'hydratation (selon les études) Augmentation du degré d'hydratation jusqu'à 7 % en masse. Modification morphologique de l'ettringite, Diminution de la quantité de portlandite. Augmentation de celle des CSH. Affinité avec C ₃ S. Porosité capillaire plus large (dépendant du taux de latex).	Idem aux autres latex. Influence du système de stabilisation lui-même sur l'affinité avec le ciment et sur l'ensemble des propriétés.	Fonction du taux de MHPC Dépend du type d'études*	Idem aux autres latex. Dépend aussi des autres adjuvants et de son système de stabilisation.	Réduction des largeurs et de la profondeur des fissures. Fissuration plus rapide ou ralentie (dépendant de l'étude). Diminution des contraintes internes.
EA p. 31 p. 46	<u>Amélioration</u> : Résistance au gel dégel, mise en place.	Plus de germes d'ettringite	Stabilisation d'un réseau de micro-bulles. Modification des tensions superficielles.	Diminution du retrait plastique	Dépendant du type et du réseau de bulles stabilisées.	Amélioration de la résistance à la fissuration par relaxation des contraintes si la résistance en traction reste raisonnable.
HY p. 32 p. 47	<u>Augmentation</u> : impermeabilité. <u>Diminution</u> : densité apparente.	Retard d'hydratation. Précipités insolubles bouchant les pores. Modification des C-S-H.	Modification des tensions superficielles.	Influent car ils influent sur les tensions capillaires.	Influent par la modification de la mouillabilité.	Influent par son influence sur le retrait.

3. Matériaux et méthodes de caractérisation

3.1. Composition du mortier

3.1.1. Généralités

La formulation du mortier de base, proposée par le CEReM, est commune à différentes études, elle comporte:

- du ciment Portland CEM I 52.5 R CE CP2 respectant la norme EN 197-1 [Norme 01a] fourni par la société Lafarge avec un dosage de 30 % de la masse sèche, dont les compositions chimique et phasique sont données dans le Tableau 3.1,
- du sable (quartz, α) fourni par la société Sifracco, 0.15/0.35 mm avec un dosage de 65 % de la masse sèche,
- du filler calcaire (99.3% CaCO_3) OMYA BL 200. C'est un produit obtenu par broyage fin ou par pulvérisation de certaines roches calcaires. Il agit principalement grâce à une granulométrie appropriée et à ses propriétés physiques (accroissement de la maniabilité, diminution de perméabilité et de capillarité...). Généralement, il est inerte mais peut parfois présenter des propriétés légèrement hydrauliques ou pouzzolaniques. Sa teneur s'élève à 50 % de la masse sèche,
- d'un éther cellulosique : un MHPC à hauteur de 0,27 % de la masse sèche,
- de l'eau : le volume d'eau a été ajusté en fonction de la maniabilité souhaitée pour la mise en place du matériau (contrôlée au maniabilimètre). Il a été retenu pour cette composition un rapport E/C = 0,9.

Tableau 3.1 : compositions chimique et phasique du ciment obtenues respectivement par spectrométrie d'absorption atomique et formules de Bogue

Composition chimique (% massique.)		Composition phasique (% massique.)	
SiO_2	20,32	C_3S	59,1
Al_2O_3	4,49	C_2S	13,8
Fe_2O_3	2,29	C_3A	8,0
MgO	2,50	C_4AF	7,0
CaO	62,82		
Na_2O	0,21		
K_2O	0,69		
MnO	0,04		

Cette formulation a été modifiée afin d'obtenir différentes compositions de mortiers par l'ajout :

- d'un latex EVA commercial nommé LA, fourni par la société Elotex et stabilisé par un PVOH avec deux différentes teneurs, 2,5 et 5 % de la masse sèche en substitution par rapport au sable et au filler,
- d'un entraîneur d'air, appelé EA, fourni par la société Shin Etsu. Il se compose d'une longue chaîne olephine sulphonate et est introduit à hauteur de 0,01 % de la masse sèche en addition du ciment, du sable, et du filler,
- d'un agent hydrofuge, fourni par la société Degussa à base de stéarate de magnésium avec une teneur de 0,2% massique en addition du mélange sec. Il possède un effet

secondaire de plastifiant.

Le latex EVA a été étudié par Goto dans le cadre des études CEReM [Goto 06]. La taille principale de ses particules est de 700 nm, sa température de transition vitreuse est égale à 19 °C.

Le MHPC de la formulation originale a été utilisé pour effectuer la validation des essais. Deux éthers celluloses le remplacent par la suite, un MHEC Tylose 1500 fourni par la société Shin Etsu et un MHPC appelés respectivement ECA et ECB. Ils possèdent la même masse moléculaire ($M_w = 650,000$ Da) mais la proportion en groupement méthoxyle (OCH_3) diffère (25 % pour ECA et 29 % pour ECB). ECA possède une proportion en groupement hydroxyéthyle $(CH_2)_2OH$ de 3,3 % et ECB une proportion en groupement hydroxypropyle $(CH_2)_3OH$ de 7 %. Ces deux éthers celluloses (EC) ont été étudiés par Pourchez dans le cadre des études CEReM [Pourchez 06] et ont le même impact sur la viscosité de la pâte fraîche. La capacité de rétention par rapport à la succion de ces deux EC sont également les mêmes (Tableau 2.4, EC C3 et A1). Ils sont introduits dans le mortier avec différentes proportions, 0,09, 0,18 et 0,27 % de la masse sèche, en addition au sable, au ciment et au filler.

La distribution du diamètre des particules de poudre des deux éthers celluloses a été déterminée par granulométrie laser. L'ensemble des résultats ainsi que la méthode de granulométrie laser sont donnés dans le chapitre 6. Le diamètre médian des particules d'ECA est supérieur à celui d'ECB (environ 115 μm contre 70 μm , cf. annexe). La surface spécifique d'ECB est quasiment trois fois supérieure à celle d'ECA (Figure 3.1). La capacité d'interagir avec l'eau apparaît donc plus importante pour ECB que pour ECA.

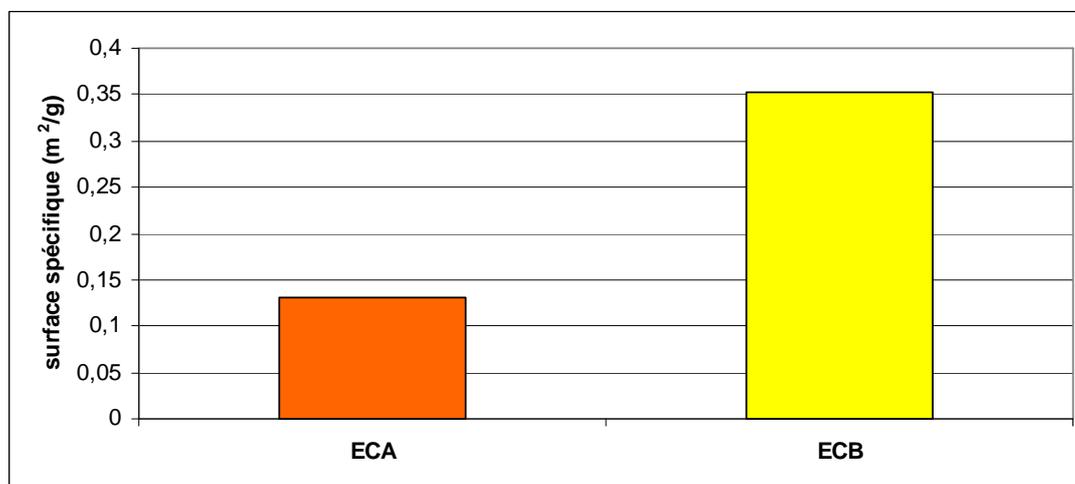


Figure 3.1 : surface spécifique des particules d'EC obtenue par granulométrie laser

3.1.2. Elaboration du mortier

Les temps et les vitesses de mélange sont rigoureusement identiques d'un essai à l'autre. La procédure expérimentale est décrite dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 : méthode de mélange du mortier

Types de mélange	Temps
mélange dans un sac plastique	30 s
mélange à sec, vitesse lente	1'
malaxage avec eau, vitesse lente	1'
malaxage à la truelle	30 s
malaxage avec eau, vitesse rapide	1'

3.1.3. Formulations

3.1.3.1. Présentation des formulations étudiées

La dénomination des différentes formulations étudiées sont regroupées dans le Tableau 3.3. Dans ce tableau, les formulations sont explicitées dans chaque colonne. Par exemple, ECA0.27LA5EA signifie que le mortier contient 0,27 % de ECA en addition par rapport à la masse sèche totale de poudre, 5 % de latex en substitution d'une partie du sable et du filler calcaire, 0,01 % d'entraîneur d'air et 0.2 % d'hydrofuge de masse ajoutés au mélange sec. Les termes A et S correspondent respectivement à addition et substitution. Ces différentes formulations ont servi au moins dans une des manipulations décrites dans la partie 3.3.

Tableau 3.3 : proportion des adjuvants dans les différentes formulations envisagées (A : addition, S : substitution par rapport au sable et au filler. ECX correspond à ECA ou ECB)

Formulation référence		Composition et % massique													
		ECA0.09	ECX0.18	ECX0.18LA2.5	ECA0.18LA2.5EA	ECX0.18LA5	ECA0.18LA5EA	ECX0.18LA5HY	ECA0.18EA	ECX0.27	ECX0.27LA2.5	ECX0.27LA2.5EA	ECX0.27LA2.5EAHY	ECX0.27LA5	ECA0.27LA5EA
ECA ou ECB	0,09	A													
	0,18		A A	A A	A	A A	A	A	A						
	0,27									A A	A A	A A	A A	A A	A
Latex LA	2,5			S S	S						S S	S S	S		
	5					S	S	S						S	S
Entraîneur d'air EA	0,01				A		A		A			A	A		A
Hydrofuge de masse HY	0,2							A					A		

Les quantités de latex ajoutées dans le mortier ne sont pas négligeables comparées à celles des autres adjuvants. De plus, la poudre de latex contient également du filler calcaire. Le latex a donc été ajouté en substitution du sable et du filler afin de maintenir un volume de pâte constant.

3.1.3.2. Consistance visuelle des formulations

Trois niveaux de consistance ont pu être observés lors des gâchages (Tableau 3.4) :

- liquide,
- molle,
- plastique.

Tableau 3.4 : niveaux de consistance observés lors de la préparation des mortiers

Taux d'EC (%)	Consistance	Augmentation de la consistance avec
0,09	Liquide	-
0,18	Molle	5 % de latex
0,27	Plastique	5 % de latex

3.2. Supports

Les supports poreux utilisés sont des briques foraines cuites et creuses de dimensions $20 \times 40 \times 5$ cm. La porosité totale obtenue par mesure de la porosité accessible à l'eau (paragraphe suivant) est d'environ 23 %, leur masse volumique apparente est de l'ordre de $2000 \text{ kg} / \text{m}^3$. Deux degrés d'imprégnation en eau sont utilisés : 0 et 50 %, ce qui correspond à un volume d'eau absorbée égal à la moitié du volume poreux. Le premier degré est considéré comme atteint en séchant les briques dans une étuve à $105 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 24 heures. Le niveau d'imprégnation 50 % est obtenu en faisant absorber de l'eau à la brique par capillarité. Des mesures d'absorption d'eau ont permis de déterminer le temps d'absorption nécessaire pour obtenir ce degré d'imprégnation (paragraphe 3.3.1.3). Des supports en béton de même taille ont été aussi confectionnés afin de voir l'influence d'un support différent de la brique (porosité et distribution porosimétrique) sur l'adhérence et ainsi de valider la procédure d'essais. Le béton possède un rapport E/C égal à 0,58, une masse volumique apparente d'environ $2300 \text{ kg} / \text{m}^3$, une quantité d'air occlus de 2,8 % et un affaissement au cône d'Abrams de 10 cm. Des supports $10 \times 10 \times 1$ cm pour les briques et $10 \times 10 \times 50$ cm pour le béton ont été réalisés pour les essais de mesure d'adhérence. De même, des dalles de mortier préfabriquées (dalles « CEN ») ont été utilisées afin de valider l'essai de flexion quatre points. Les distributions porosimétriques de ces trois types de support seront données dans le paragraphe 3.3.1.5.2

3.3. Essais

3.3.1. Essais de caractérisation

3.3.1.1. Résistances en flexion et en compression

Les essais de flexion et de compression ont été réalisés à 28 jours, sur des éprouvettes de mortier mesurant $4 \times 4 \times 16$ cm suivant la norme EN 1015-11 [Norme 99] (Figure 3.2). Après confection et avant les essais, les éprouvettes sont conservées pendant 28 jours à $20 \text{ }^\circ\text{C}$

et 65 % HR.



Figure 3.2 : presse pour les essais de flexion et de compression sur éprouvettes 4×4×16 cm

3.3.1.2. Module de déformation dynamique E_{dyn}

Le module dynamique est mesuré sur des éprouvettes $4 \times 4 \times 16$ cm en faisant traverser l'échantillon par un train d'ondes ultrasonores. On mesure le temps nécessaire à l'onde pour se propager au travers du matériau. Connaissant sa longueur, on en déduit la vitesse du train d'onde traversant l'éprouvette. Le module de déformation dynamique E_{dyn} est donné par l'Équation 3.1.

$$E_{dyn} = V^2 \rho \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)}$$

Équation 3.1

Où

V : vitesse du train d'ondes (m/s),

ρ : masse volumique apparente de l'éprouvette (kg/m^3),

ν : le coefficient de poisson pris égal à 0,2.

Les mesures débutent 24 heures après et durant 15 jours.

3.3.1.3. Absorptivité des briques

Des disques de brique de 1 cm d'épaisseur et de 5 cm de diamètre sont préparés et conservés pendant 24 heures dans une étuve à 105 °C. L'absorption en eau par capillarité est alors mesurée en fonction du temps par pesée. La Figure 3.3 représente les résultats de cet essai.

Les huit échantillons destinés à ces mesures ayant été choisis de façon tout à fait aléatoire, la faible dispersion observée permet de vérifier l'homogénéité des briques (Figure 3.3). Ces mesures permettront également par la suite de déterminer le temps nécessaire pour atteindre le taux d'imprégnation de 50%.

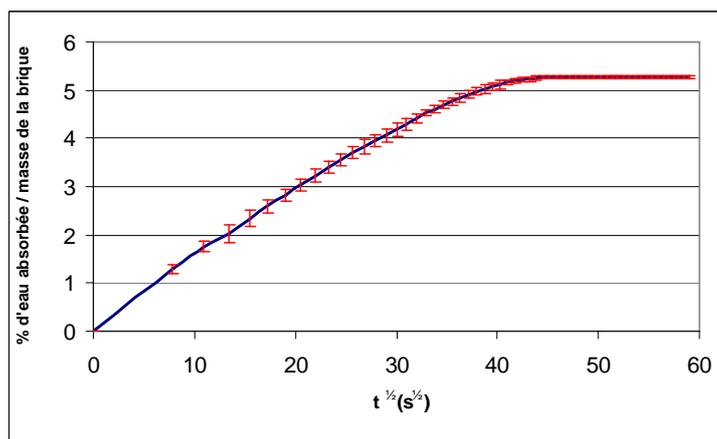


Figure 3.3 : absorptivité des briques

3.3.1.4. Essais d'arrachement direct sur brique

Les essais d'arrachement par traction directe sont réalisés sur trois briques décrites dans le paragraphe 0. Ces essais ont été réalisés par le CSTB. Les briques ont été conditionnées plusieurs semaines à 20 °C et 65 % HR. Puis des pastilles circulaires de traction (diamètre 55 mm) ont été collées à la surface des briques avec une colle epoxy. Les essais ont été réalisés 24 h après le collage des pastilles.

Les trois briques sont notées 1, 2 et 3. Quatre essais par brique ont été réalisés : deux essais dans l'axe du tesson, notés A, et deux essais au milieu du tesson, notés B. La disposition des essais est précisée dans la Figure 3.4.

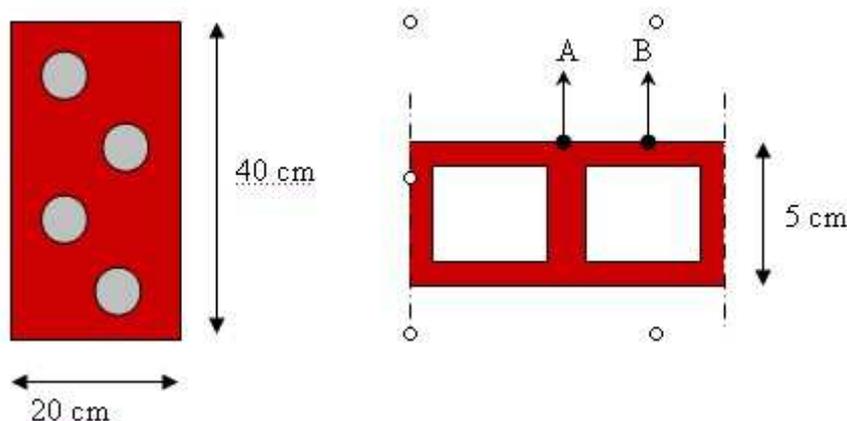


Figure 3.4 : localisation des points d'arrachement, à gauche : 1/2 coupe transversale de la brique

Les essais d'arrachement ont été réalisés avec un dynamomètre équipé d'un capteur de 16 kN. Les résultats sont rassemblés dans le tableau ci-dessous ; les valeurs des contraintes d'arrachement σ_a sont données en MPa dans le Tableau 3.5

Tableau 3.5 : résultats des essais de traction directe par arrachement

	σ_a (MPa)
Type A (six essais)	$2,2 \pm 0,2$
Type B (six essais)	$1,9 \pm 0,4$
Moyenne	$2,1 \pm 0,4$

3.3.1.5. Porosité

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, les mortiers possèdent un réseau poreux spécifique. Plusieurs types de pores peuvent être définis et sont représentés sur la Figure 3.5 :

- les pores ouverts (b,c,d,e),
- les pores fermés (f),
- les pores borgnes, ouverts à une seule extrémité (b et e),
- les pores en intercommunications (c et d).

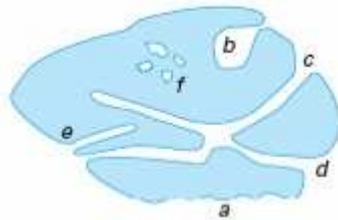


Figure 3.5 : grain de matière

Les méthodes de mesure de la répartition porosimétrique permettent de mesurer les dimensions des pores ouverts accessibles par un fluide ou un gaz qui pénètre les espaces vides du matériau étudié. Cette accessibilité dépend de la taille des « molécules pénétrantes » du fluide ou du gaz par rapport à la dimension du pore. De plus, des erreurs de mesure apparaissent avec les pores borgnes de type « b » et les pores interconnectés « d » (Figure 3.5). En effet, la part attribuée dans la répartition porosimétrique pour la dimension de la gorge du pore de type « b » est surestimée avec les méthodes de fluides ou de gaz pénétrant. Nous avons utilisé deux méthodes pour quantifier la porosité de nos différents mortiers, la porosité accessible à l'eau nous donnant le porosité totale du matériau et la porosité par intrusion de mercure nous permettant d'accéder à la répartition porosimétrique.

3.3.1.5.1. Porosité accessible à l'eau

Définitions

A tout corps poreux correspond un volume apparent $V (m^3)$. Il correspond à la somme des volumes de matière solide, des pores ouverts et des pores fermés. Les pores ouverts correspondent aux pores accessibles par l'eau alors que les pores fermés ne sont pas pénétrés par l'eau. On définit alors trois types de porosité, la porosité accessible à l'eau ou porosité ouverte, la porosité fermée et la porosité totale. La porosité ouverte, notée $\varepsilon (\%)$, correspond au rapport du volume total des pores ouverts dans un corps poreux à son volume apparent. Ainsi, la porosité fermée est le rapport du volume total des pores fermés dans un corps poreux à son volume apparent. La porosité totale correspond à la somme de la porosité ouverte et de la porosité fermée.

Principe de l'essai

L'essai consiste à déterminer par pesée les éléments suivants : la masse d'un corps d'épreuve sec, sa masse lorsqu'il est saturé en eau et son volume apparent par pesée hydrostatique.

Expression de la porosité accessible à l'eau

Notations :

- m_{air} (kg) : masse dans l'air de l'éprouvette saturée
- m_{eau} (kg) : masse dans l'eau de l'éprouvette saturée
- m_{sec} (kg) : masse de l'éprouvette séchée à 105 °C
- V (m³) : volume apparent
- ε (%) : Porosité accessible à l'eau

Des éprouvettes 4 × 4 × 16 cm sont coulées et conservées pendant 28 jours à 20°C et 65 % HR. Ces dernières sont disposées dans un dessiccateur et sont saturées sous vide avec de l'eau. Par la suite, m_{air} est déterminée par simple pesée et m_{eau} est mesurée par pesée hydrostatique. Au bout de ce temps, les éprouvettes sont placées dans l'étuve à 105 °C pendant 24 heures. m_{sec} est alors déterminée par simple pesée. La porosité accessible à l'eau est donnée par l'Équation 3.2

$$\varepsilon (\%) = \frac{m_{air} - m_{sec}}{V} = \frac{m_{air} - m_{sec}}{m_{air} - m_{eau}} \times 100$$

Équation 3.2

3.3.1.5.2. Porosimétrie mercure

La porosimétrie mercure permet la mesure des rayons de pores de 0,003 µm à 360 µm. Le fonctionnement de tous les porosimètres à mercure repose sur le principe physique qu'un liquide non mouillant ne va pénétrer dans les pores ouverts que si une forte pression est appliquée. C'est une méthode fondée sur la loi de Laplace liant la pression d'injection du mercure au diamètre du pore. En considérant les pores de forme cylindrique, le diamètre des pores est relié à la pression par la loi de Washburn (Équation 3.3)

$$p = - \frac{4 \cdot \gamma \cdot \cos \theta}{D}$$

Équation 3.3

où

p est la pression d'injection du mercure (MPa),

γ est la tension superficielle du mercure (N/m, à 20 °C, $\gamma = 0,480$ N/m),

θ est l'angle de contact du mercure avec la surface du matériau (140° pour les matrices cimentaires et se situant entre 125 et 152° pour l'ensemble des matériaux),

D est le diamètre des pores (m).

On accède ainsi à la taille des pores et à une répartition porosimétrique de ces derniers. On détermine des intervalles de pression qui correspondent à des intervalles de diamètres de capillaires remplis. On peut alors obtenir la courbe cumulative de la porosité en fonction du diamètre des capillaires, un histogramme donnant la répartition porosimétrique, la surface spécifique interne de l'échantillon et le diamètre moyen des capillaires.

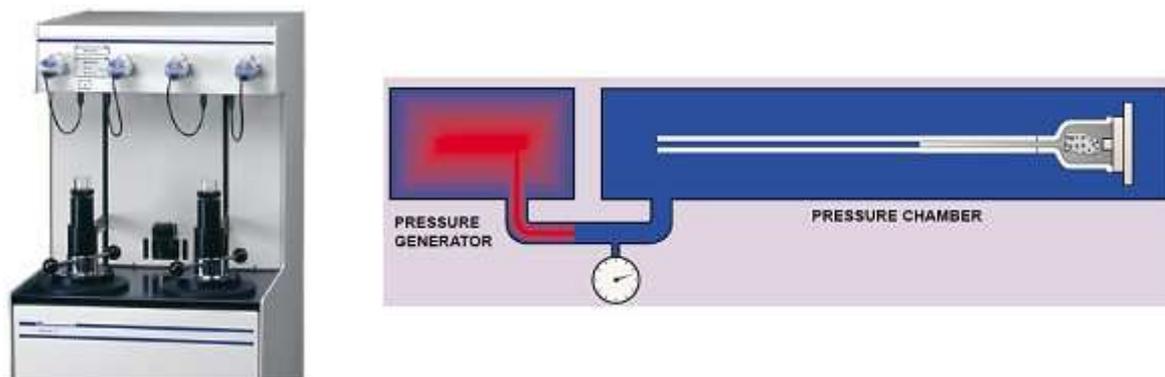


Figure 3.6 : porosimètre mercure (à gauche) et pénétromètre (à droite) [Porosimètre 07]

L'appareil utilisé est un porosimètre Micromeritics Autopore 9500 series IV (Figure 3.6). Les analyses ont été gracieusement réalisées par la société Wacker. La dimension des échantillons étudiés est de l'ordre du cm^3 . Deux essais pour chaque formulation de mortiers appliqués sur les briques 0 et 50 % ont été effectués.

Résultats pour les supports

Le Tableau 3.6 regroupe l'ensemble des caractéristiques données par l'essai de porosité par intrusion de mercure. Ces résultats proviennent de l'analyse de la Figure 3.7. L'ensemble des courbes est donné dans la partie 6 (Annexe).

Tableau 3.6 : résultats de la porosité mercure de différents supports

	Dalle CEN	Béton E/C = 0,58	Brique
Diamètre médian des pores (nm)	156,2	350,5	1367,9
Diamètre moyen des pores (nm)	64,8	78,3	384,6
Porosité (%)	8,4	13,1	22,9

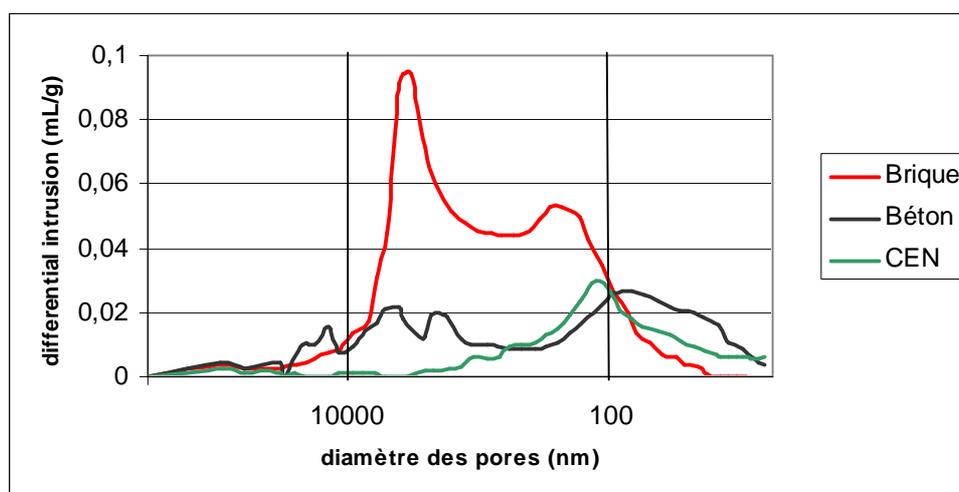


Figure 3.7 : distribution porosimétrique des supports : brique, béton et dalle CEN

La Figure 3.7 permet de comparer la distribution porosimétrique du béton, de la dalle CEN et de la brique.

3.3.1.6. Analyse thermique

3.3.1.6.1. Introduction

Le principe de l'analyse thermique gravimétrique consiste à suivre l'évolution de la masse d'un échantillon de matériau porté à une température suffisamment élevée pour provoquer sa déshydratation complète. En pratique, la température maximale imposée est comprise entre 950°C et 1100°C. On parvient ainsi à doser, moyennant quelques hypothèses, les quantités d'eau évaporable, d'eau non-évaporable, de portlandite et de calcite présentes dans l'échantillon et à en déduire le degré d'hydratation du ciment. L'analyse thermique recouvre la méthode de perte au feu, qui donne accès uniquement aux quantités globales d'eau évaporable et d'eau non évaporable, et la thermogravimétrie ainsi que l'analyse thermique différentielle qui permettent de quantifier la contribution de chaque espèce (C-S-H/C-A-H, portlandite et calcite).

Au jeune âge, on distingue généralement, selon la classification proposée par Powers [Powers 46] et aujourd'hui assez largement adoptée, trois types d'eau dans la pâte de ciment :

- l'eau chimiquement liée ou eau de constitution ; elle est constituée de l'eau hydroxylique, faisant partie de la structure des hydrates et de l'eau contenue dans les nanopores du gel,
- l'eau physiquement liée ou eau adsorbée, c'est l'eau adsorbée en couche moléculaire sur la surface solide des pores, sous l'action des forces de Van der Waals et des liaisons hydrogènes,
- l'eau de capillarité ou eau libre, contenue dans les espaces intergranulaires (la porosité capillaire).

Les quantités des deux derniers types d'eau dépendent fortement de l'humidité relative régnant dans le réseau poreux en particulier l'eau adsorbée dans l'unité structurale de C-S-H dont un modèle est représenté dans la Figure 3.8.

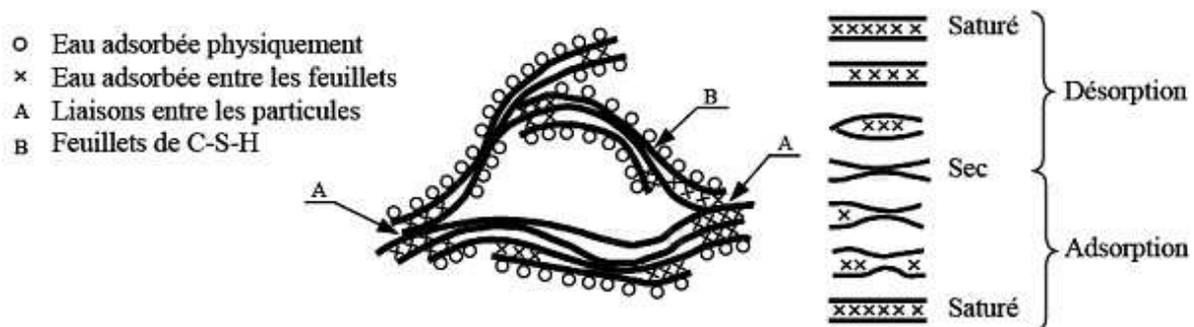


Figure 3.8 : schéma illustrant la répartition de l'eau dans la structure des C-S-H (modèles de Feldman et Sereda [Feldman 68])

La transposition au niveau expérimental de cette répartition reste complexe. Powers [Powers 46] a mis au point des méthodes de caractérisation empiriques utilisant les notions d'eau « évaporable » et d'eau « non évaporable ». « L'eau évaporable » est l'eau située dans les pores

capillaires et l'eau adsorbée sur les particules solides qui est la moins liée. Elle est le premier composant à s'évaporer sous l'effet du chauffage car n'ayant pas encore réagi avec le ciment, elle n'a créé que peu ou pas du tout de liaison physique ou chimique avec la matrice solide. Plusieurs procédures de séchage normalisé (O-drying, P-drying, D-drying) existent pour la quantifier. Notons tout de même que le séchage à 105°C affecte la stabilité des hydrates [Baroghel-Bouny 94]. « *L'eau non évaporable* » est l'eau de constitution des hydrates, présente dans les groupements hydroxyles comme le Si-OH ou le Ca-OH. C'est l'eau qui a réagi avec le ciment anhydre pour donner des C-S-H et des C-A-H. En y ajoutant l'eau consommée par la formation des cristaux de portlandite, on obtient la totalité de l'eau consommée par les réactions d'hydratation. Elle est définie comme l'eau qui reste dans le matériau après la mise en équilibre à la tension de vapeur de la glace portée à -79°C. Une autre méthode consiste à sécher l'échantillon entre 105°C et 1050°C et à mesurer la perte de masse de ce dernier. Les différentes techniques utilisées pour déterminer la quantité d'eau non évaporable ont souvent conduit à des valeurs divergentes.

3.3.1.6.2. Analyse Thermogravimétrique (ATG)

L'ATG est la mesure de la variation de la masse d'un échantillon lorsqu'il est exposé à un régime de montée en température. On peut également trouver cette mesure sous le nom de « Thermogravimétrie » (TG). L'ATG est une méthode pour quantifier l'hydratation. La perte de masse est suivie par une mesure continue à l'aide d'une balance. L'échantillon à analyser est placé dans un four (Figure 3.9), il est alors soumis à une montée en température.



Figure 3.9 : four ATG (système de pesée en partie haute et four en partie basse)

Cas des mortiers sans latex

Dans le cas des mortiers, l'ATG permet de quantifier les produits d'hydratation du ciment. Soumis à de hautes températures, ces produits se décomposent en libérant de l'eau, sous forme de vapeur, et du dioxyde de carbone. Le suivi et la mesure de ces différentes pertes de masse permettent de quantifier, moyennant quelques hypothèses (notamment sur les intervalles de température de décomposition des différents composés), la part d'eau ayant réagi avec le ciment (eau non-évaporable), la teneur en portlandite du matériau et le niveau de carbonatation. C'est sur ce principe que se fonde l'analyse thermogravimétrique (ATG) de l'hydratation du ciment.

Lors d'une ATG, la décomposition des produits de l'hydratation du ciment se manifeste par des paliers décroissants sur la courbe de perte de masse (Figure 3.10). La représentation de la perte de masse sous la forme de sa dérivée par rapport au temps (DTG, Figure 3.10), montre

la correspondance entre les pics de DTG et les pertes de masse.

La Figure 3.10 présente le résultat typique d'un essai d'ATG sur un matériau à matrice cimentaire du mortier classique. On distingue trois phases majeures de décomposition de l'échantillon au cours de l'essai :

- le départ de l'eau des pores et la décomposition des hydrates, entre 20 et 400 °C,
- la déshydroxylation de Ca(OH)_2 , entre 400 et 600 °C,
- et la décarbonatation de CaCO_3 , entre 600 et 800 °C.

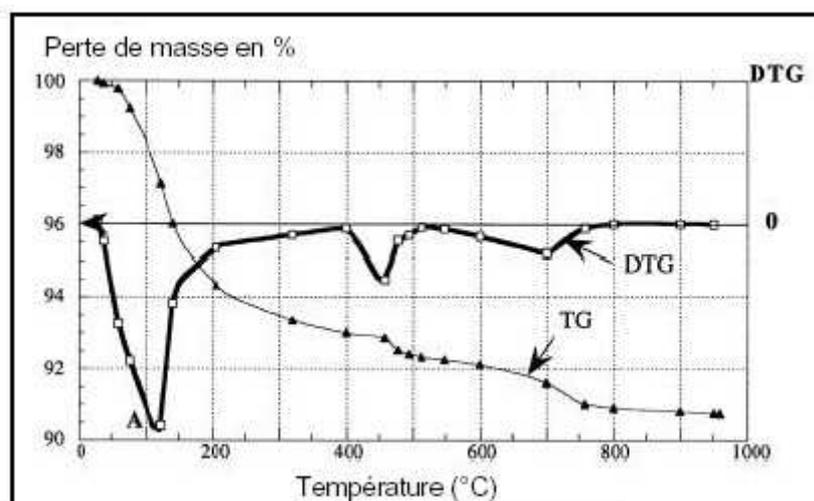


Figure 3.10 : perte de masse et courbe dérivée de cette perte pour un échantillon de mortier au cours d'un essai d'ATG [Loukili 99].

Départ de l'eau des pores et décomposition des hydrates (20 °C – 400 °C)

Le premier pic concerne l'évaporation de l'eau présente dans toute la porosité du matériau (l'eau libre, l'eau capillaire et l'eau adsorbée plus ou moins liée aux particules solides) et le départ de l'eau chimiquement liée aux hydrates.

La présence de différentes classes de tailles de pores induit des départs d'eau à différentes températures. De même, les températures de décomposition sont très variables d'un hydrate à l'autre [Xu 92]. Ainsi, le pic enregistré entre 20 et 400°C est, en fait, la résultante du chevauchement de plusieurs pics de départ d'eau, la contribution individuelle de ces derniers étant difficilement quantifiable.

La différenciation de ces deux types d'eau (eau des pores et eau chimiquement liée) est la première étape vers la détermination du degré d'hydratation du ciment. C'est également l'aspect le plus délicat de l'analyse des résultats d'ATG. Deux méthodes peuvent être appliquées : on peut choisir de définir conventionnellement une température frontière, généralement 105 ou 145 °C, séparant les deux types d'eau ou effectuer un séchage préalable à température modérée de l'échantillon afin d'éliminer l'eau libre.

Déshydroxylation de Ca(OH)_2 (400°C – 600°C)

Bien que le processus de déshydratation de Ca(OH)_2 soit dépendant des conditions d'essais (notamment la vitesse de montée en température), la majorité des chercheurs s'accorde pour dire qu'il se déroule généralement entre 400 et 600 °C selon le bilan réactionnel suivant :



La perte de masse engendrée par cette décomposition correspond à un départ d'eau chimiquement liée et intervient donc dans le calcul du degré d'hydratation du ciment.

Décarbonatation de CaCO_3 (600 °C – 800 °C)

La décomposition de la calcite est la dernière perte de masse significative observable lors d'un essai d'ATG sur pâte de ciment pure. Elle correspond à la réaction suivante :



La perte de masse correspond au départ du CO_2 .

Quantité de portlandite :

La teneur massique en portlandite présente dans le mortier se calcule à partir de l'Équation 3.4 [7].

$$m_{\text{Ca(OH)}_2} = \frac{\left[\left| \Delta m_{400^\circ\text{C} \rightarrow 600^\circ\text{C}}(t) \right| + m_{d,400^\circ\text{C} \rightarrow 600^\circ\text{C}}(t) \right]}{m_c} \cdot \frac{M_{\text{Ca(OH)}_2}}{M_{\text{H}_2\text{O}}}$$

Équation 3.4

$\Delta m_{400^\circ\text{C} \rightarrow 600^\circ\text{C}}(t)$: perte de masse de l'échantillon entre 400 et 600 °C [kg]

$m_{d,400^\circ\text{C} \rightarrow 600^\circ\text{C}}(t)$: dérive de l'appareil entre 400 et 600 °C [kg]

m_c : masse de ciment anhydre [kg]

$M_{\text{Ca(OH)}_2}$: masse molaire de la portlandite [kg mol^{-1}]

$M_{\text{H}_2\text{O}}$: masse molaire de l'eau [kg mol^{-1}]

Les teneurs en calcite sont calculées avec le même principe, avec les températures correspondantes à sa décomposition.

Comparaison des comportements thermiques de pâtes de ciment ordinaires et de pâtes de ciment contenant des latex

L'analyse thermogravimétrique des mortiers contenant des latex pose quelques problèmes du fait de la décomposition du latex. Les résultats suivants permettent de mieux appréhender les modifications apportées par le latex et de proposer une méthode expérimentale utilisable pour la comparaison des différentes formulations étudiées.

Silva [Silva 02] a réalisé des essais de TG et DTA (Differential Thermal Analysis, méthodes permettant de différencier les réactions exothermiques et endothermiques), ainsi que des analyses IR (excitation Infra Rouge) et des observations au MEB sur des pâtes de ciment contenant ou non du latex EVA (3.3.1.6., page 80).

Sur la pâte témoin, l'auteur trouve trois pics principaux représentatifs de trois réactions principales :

- relargage de l'eau libre à 110 °C,

- déshydroxylation de Ca(OH)_2 entre 420 et 500 °C,
- décomposition de la phase carbonatée entre 550 et 850°C.

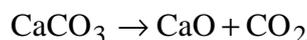
Avec l'ajout de latex EVA (5 et 10 %), l'auteur observe des changements dans la position et la forme des pics avec :

- élargissement du palier exothermique entre 200 et 400 °C,
- diminution du pic endothermique et de la perte de masse due à la déshydroxylation de Ca(OH)_2 ,
- apparitions d'un pic endothermique à 550°C et d'un palier exothermique entre 630 et 660°C,
- déplacement de la décomposition des phases carbonatées de la gamme de température 680-760 °C à la gamme 580-850 °C,
- augmentation de la taille du pic se situant entre 730 et 790 °C,
- augmentation de la perte de masse pour les hautes températures.

Le latex EVA contient des groupements vinylacetate qui peuvent s'hydrolyser dans un milieu alcalin donnant des groupes $(\text{CH}_3\text{COO})^-$. Ces derniers se combinent avec les ions Ca^{2+} provenant de la dissolution des grains de ciment anhydre et donnent de l'acétate de calcium $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ et de l'eau. Entre 200 et 400 °C, l'acétate de calcium se décompose en acétone et carbonate de calcium selon la réaction suivante :



A 550°C le carbonate de calcium formé se décompose alors que cette phase ne se décompose normalement qu'après 600°C. Ceci peut s'expliquer par l'instabilité de la phase formée. La réaction est la suivante :



Entre 200 et 400°C, d'après Taylor [Taylor 87], il peut y avoir réaction entre l'alcool polyvinylique et les ions OH^- provenant de l'hydrolyse de Ca(OH)_2 et de la déshydratation des C-S-H, pour donner des ions carboxylates et au final des phases carbonatées.

Les mesures effectuées par Silva confirment le fait que l'ajout de latex diminue la teneur en Ca(OH)_2 et augmente la teneur en CaCO_3 . L'auteur a également mesuré la quantité de portlandite de 0 à 24 heures, la quantité de CaCO_3 , ainsi que la quantité de CO_2 dégagé lors des TG. Toutes ces quantités augmentent avec la quantité de latex EVA.

D'autres auteurs [Sickfeld 87] [Kriegel 03] trouvent des plages de températures légèrement différentes. Entre 250 et 350°C, l'acide acétique est formé lors de la décomposition de l'acétate de vinyle. L'acide acétique réagit avec la portlandite ou CaCO_3 pour donner l'acétate de calcium. Entre 450 et 550°C, le squelette du latex est détruit et oxydé en CO_2 . Après 600°C, l'acétate de calcium se décompose en CaO et en acétone (qui avec le dioxygène sera oxydée en CO_2).

Conclusion

Afin d'éviter les réactions dues aux produits de décomposition du latex et par conséquent d'éliminer le CO_2 , nous avons effectué les mesures d'ATG sous flux de diazote.

3.3.1.7. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le principe du MEB est donné dans la partie 6. Le microscope utilisé est un JEOL JSM-6380LV. Le spectromètre à dispersion d'énergie associé est un détecteur Rontec XFlash 3001. Pour des observations précises, les échantillons sont polis, puis métallisés au carbone. Pour les analyses et les semi-quantifications du carbone, la métallisation est prohibée. En utilisant le MEB dans son mode basse pression (« Low Vacuum » en anglais), l'énergie des électrons incidents est plus faible qu'avec le mode normal (« High Vacuum ») ; il est alors parfois difficile de récolter assez de rayonnement réémis pour effectuer l'analyse EDS (Energy Dispersive Spectrometer, partie 6).

3.3.2. Essais développés

3.3.2.1. Procédures expérimentales

3.3.2.1.1. Retrait au jeune âge

Après avoir préparé le mortier, ce dernier est coulé dans un moule métallique recouvert d'une couche de PTFE (Téflon) pour éviter les frottements. Ces moules mesurent $3 \times 15 \times 40$ cm. Les déformations dimensionnelles de la couche de mortier sont mesurées par l'intermédiaire de deux capteurs de déplacement numérique ou LVDT (Linear Variable Differential Transducer) collés sur des tiges métalliques qui sont elles-mêmes ancrées à mi-hauteur de la couche de mortier (Figure 3.11).

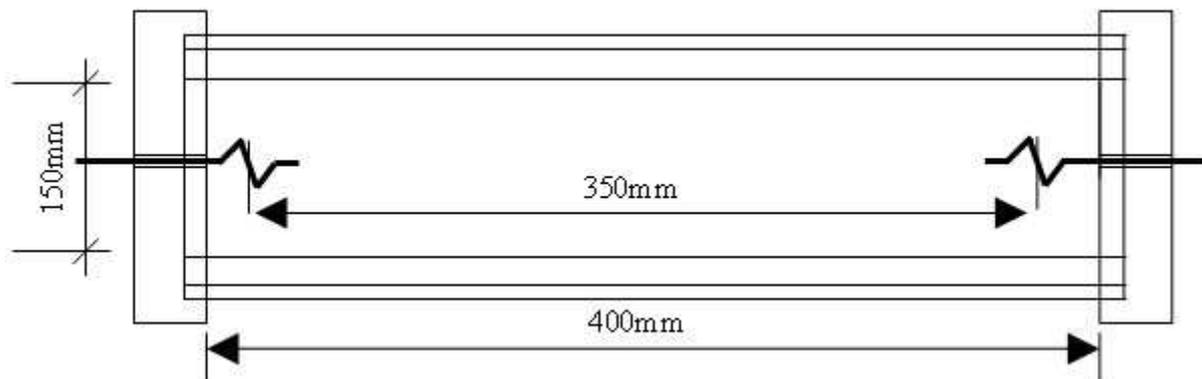


Figure 3.11 : moule utilisé pour l'essai de mesure du retrait au jeune âge [Détriché 83]

Les essais sont réalisées dans une pièce tempérée à 20°C et 65 % HR et les mesures sont enregistrées durant environ 23 heures. Trois sortes de mesures sont réalisées Figure 3.12 :

- le « retrait libre » $\varepsilon_f(t)$,
- le « retrait non adhérent » $\varepsilon_{na}(t)$,
- le « retrait adhérent » $\varepsilon_a(t)$

Retrait libre $\varepsilon_f(t)$

La mesure du retrait est réalisée sur un support en PTFE (Teflon, Figure 3.12) afin d'éviter les frottements.

Retrait non adhérent $\varepsilon_{na}(t)$

Cette mesure consiste à interposer une feuille de papier Joseph (papier filtre) entre une brique

et la couche de mortier. Cette procédure autorise les échanges d'eau entre la couche de mortier et le support poreux mais empêche dans le même temps l'adhésion entre le mortier et la brique (Figure 3.12).

Retrait adhérent $\varepsilon_a(t)$

Cette mesure est réalisée en coulant le mortier directement sur la brique, les échanges d'eau sont autorisés, ainsi que l'adhésion (Figure 3.12).

Taux de retrait empêché $\varepsilon_r(t)$

Les retraits non adhérents et adhérents permettent de calculer le « retrait empêché » $\varepsilon_r(t)$ avec l'Équation 3.5.

$$\varepsilon_r(t) = \varepsilon_{na}(t) - \varepsilon_a(t)$$

Équation 3.5

Afin de pouvoir comparer les valeurs de « retrait empêché », on introduit le « taux de retrait empêché » donné par l'Équation 3.6.

$$R_S(t) = \frac{\varepsilon_r(t)}{\varepsilon_{na}(t)}$$

Équation 3.6

En théorie, ce taux peut varier de 0 (retrait empêché nul) à 1 (retrait totalement empêché). En pratique, ces deux valeurs ne sont évidemment jamais atteintes.



Figure 3.12 : appareil de mesure du retrait au jeune âge en configuration « libre » (a), sur briques (b) et éprouvette après démoulage d'un essai sur brique sans et avec papier Joseph interposé entre la brique et le mortier (c)

3.3.2.1.2. *Retrait après 23 heures*

Ces mesures sont réalisées dans une salle tempérée à 20 °C et 65 % HR sur les éprouvettes de mortier provenant des essais de retrait non adhérents, 24 heures après le coulage du mortier. Après démoulage, des plots de retrait sont collés aux extrémités des éprouvettes, la mesure du retrait est effectuée durant 28 jours à l'aide d'un rétractomètre (Figure 3.13). Du papier aluminium adhésif est collé sur la face arrière et sur les côtés des éprouvettes afin de reproduire les conditions d'évaporation d'un mortier appliqué directement sur une brique.



Figure 3.13 : collage de plots sur les éprouvettes 1×15×40 cm (à gauche), mesure avec un rétractomètre du retrait après 24 heures pour les éprouvettes provenant des essais libres ou non adhérents.

3.3.2.1.3. Adhérence : essais de flexion 4 points, énergie de décollement

Pour déterminer la qualité d'adhérence entre un mortier et un support quelconque, on souhaite mesurer l'énergie de décollement de la couche de mortier par rapport au support. L'essai proposé est un essai de flexion 4 points, à rupture contrôlée sur une éprouvette mixte, visant à propager le décollement le long de l'interface mortier / support poreux. La procédure de cet essai est décrite pour un essai de flexion trois points dans la recommandation RILEM TL50-FmC [RILEM 85]. La seule différence avec notre essai est la manière avec laquelle la force est appliquée. Cet essai permettra de répondre au problème de l'essai d'arrachement par traction ou pull-out test qui n'autorise pas toujours le décollement à l'interface mortier support et dont les dispersions des résultats peuvent être élevées. La flexion 4 points a été choisie par rapport à la flexion 3 points pour limiter les effets de cisaillement dans la zone de décollement.

Préparation des éprouvettes

Cas du support brique

On prépare des échantillons de brique de section 10 × 10 cm et d'environ 1 cm d'épaisseur. Ces derniers sont réalisés en utilisant des scies diamantées et une rectifieuse qui permet d'obtenir des éprouvettes planes, rectilignes, à faces parallèles. Un soin important est apporté pour obtenir des éprouvettes d'une rectitude aussi parfaite que possible.

Les échantillons de brique sont disposés dans un moule (Figure 3.14). La mise en place d'une lamelle de PVC de 3 cm de largeur et de 0,5 mm d'épaisseur (Figure 3.14) sur le support poreux (brique ou béton) permet de créer une entaille entre le mortier et le support. Cette réservation permettra d'initialiser la fissure au niveau de l'interface lors de l'essai de flexion.



Figure 3.14 : moule pour briquettes 1×10×10 cm , réservations en PVC collées sur les briquettes (à gauche)

Après démoulage et à l'âge de 28 jours, l'éprouvette brique / mortier est collée entre deux demi éprouvettes de 10 × 10 × 24 cm, de manière à reconstituer une éprouvette 10 × 10 × 50 cm (Figure 3.15).

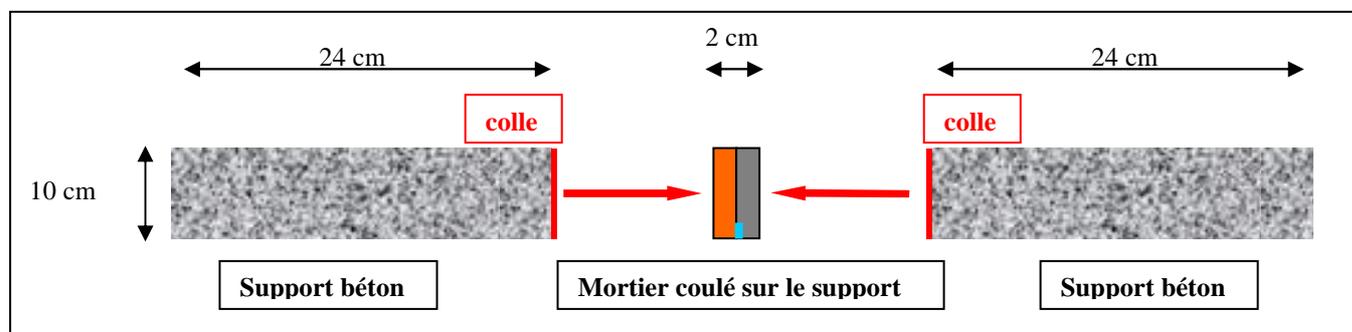


Figure 3.15 : principe de conception de l'éprouvette mixte mortier / brique mesurant 10×10×50 cm

Cas du support béton

On utilise des demi-éprouvettes de béton 10 × 10 × 24 cm conservées à 20 °C et 65 % HR. A l'aide du moule, on procède de la même façon qu'avec les briques. On reconstitue l'éprouvette avec le demi tronçon restant.

Cas des dalles CEN

La dalle CEN a une épaisseur de 2 cm. Comme pour la brique, on prépare des éprouvettes de 10 × 10 cm. L'éprouvette 10 × 10 × 50 cm est reconstituée de la même manière que pour la brique.

Matériel d'essai

Pour exercer l'effort de flexion sur l'éprouvette, une presse hydraulique à déplacement imposé, d'une capacité de 50 KN, est utilisée (Figure 3.16). Celle-ci est pilotée par un système programmable avec acquisition de données. La charge appliquée sur l'éprouvette par deux demi-cylindres permet de répartir l'effort sur toute la largeur de l'éprouvette.



Figure 3.16 : presse 50 KN, essai de flexion 4 points

Résultats théoriques

Pour pouvoir caractériser l'interface mortier / support poreux, il a donc été mis au point un essai de flexion quatre points à déplacement contrôlé sur une éprouvette mixte. Cet essai permet de déterminer l'énergie nécessaire au décollement. On note G^* , l'énergie de décollement que l'on obtient par cet essai (Figure 3.17).

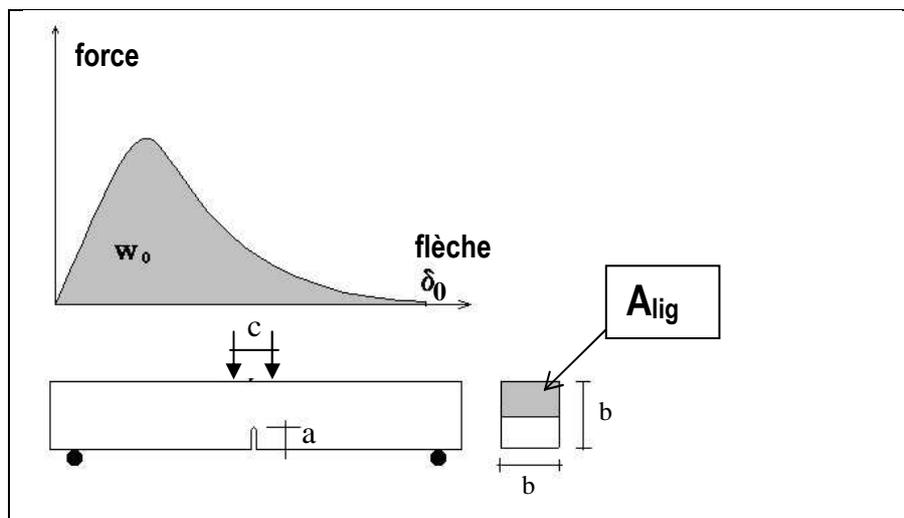


Figure 3.17 : résultat de l'essai de flexion 4 points, description des paramètres
($a = 3 \text{ cm}$, $b = 10 \text{ cm}$, $c = 10 \text{ cm}$)

Cette énergie se calcule avec l'Équation 3.7.

$$G^* = \frac{W_0}{A_{lig}}$$

Équation 3.7

Avec :

- W_0 (N.m ou J) : aire sous la courbe force / flèche délimitée par δ_0 ,
- A_{lig} (m^2) : surface projetée du ligament ($A_{lig} = b(b-a)$).

3.3.2.1.4. Susceptibilité à la fissuration : essais de « longueur décollée »

Le but est de caractériser l'état de contraintes dans la couche de mortier au contact du support, si possible à l'interface, sous l'effet du retrait empêché aux extrémités. Pour cela, l'essai dit de « longueur décollée » est proposé. Il consiste à créer une zone non adhérente au centre d'une couche de mortier. Pour cela, une feuille de papier Joseph est placée sur le support poreux sur la moitié de sa surface et au milieu de celle-ci (Figure 3.18).



Figure 3.18 : essai de « longueur décollée »

Le mortier est coulé puis protégé de la ventilation de la salle à 20°C et 65 % HR. Une tige est placée en surface du mortier, à 1 cm de la limite entre la zone décollée et la zone adhérente afin de localiser la fissuration (Figure 3.19). 24 heures après, une jauge de déformation est collée pour suivre les déformations de la couche de mortier et déterminer l'échéance de fissuration.

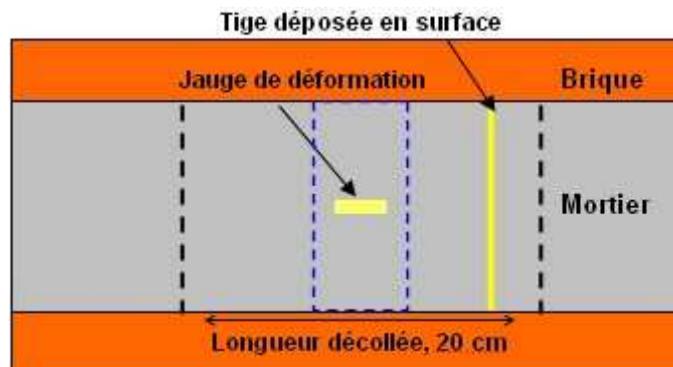


Figure 3.19 : principe de l'essai de « longueur décollée »

D'autres moyens de mesure ont été testés, en particulier en utilisant des capteurs LVDT placés au milieu de l'éprouvette. Le suivi par jauge extensométrique s'est avéré le moyen le plus sensible et le plus reproductible.

La Figure 3.20 présente l'allure de la courbe obtenue avec l'essai de longueur décollée. A l'instant de la fissuration, on obtient une déformation instantanée ε_i qui peut être considérée comme représentative de l'énergie de déformation accumulée dans la couche de mortier due à l'empêchement du retrait.

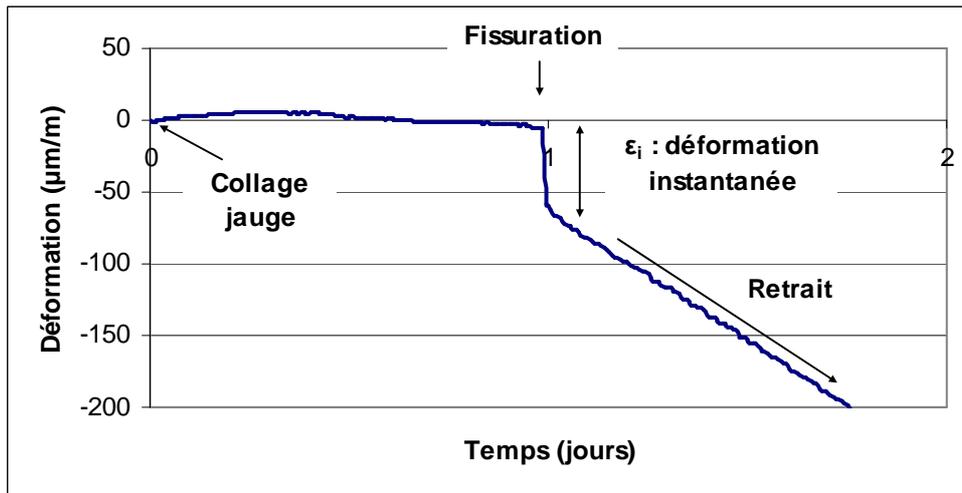


Figure 3.20 : allure des courbes obtenues avec l'essai « longueur décollée »

3.3.2.1.5. Validation de l'essai

Nous avons cherché à vérifier si la mesure effectuée sur la face supérieure était similaire à la déformation au niveau de l'interface. Pour cela, nous avons carotté la brique de manière à pouvoir coller une jauge en face inférieure de la couche de mortier, en enlevant le papier joseph intermédiaire (Figure 3.21).

Les résultats de ces essais sont reportés sur la Figure 3.22. Ils permettent de voir que pour la formulation de base du mortier CEReM et pour une brique 0 %, le mortier fissure aux alentours de 40 heures. Les déformations mesurées sur la face inférieure (« inf » sur la Figure 3.22) et celles mesurées sur la face supérieure (« sup » dans la Figure 3.22) sont similaires. Pour deux essais d'une même gâchée, la fissuration apparaît au même instant.



Jauge collée sur la face supérieure du mortier



Jauge collée sur la face inférieure du mortier grâce au carottage de la brique



Jauge collée sur la face inférieure du mortier grâce au carottage de la brique

Figure 3.21 : procédure expérimentale de mesures des déformations sur la face inférieure du mortier (au contact du papier Joseph) et sur sa face supérieure

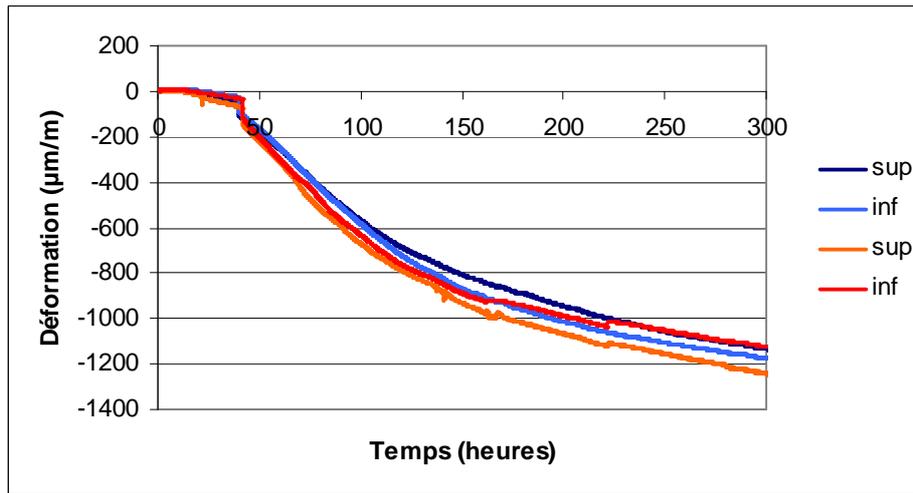


Figure 3.22 : résultats de l'essai de « longueur décollée » pour les jauges collées sur la face supérieure (sup) et sur la face inférieure (inf) de la couche de mortier

3.3.2.1.6. Essai associé à l'essai de « longueur décollée : mesure du module de déformation E_f par flexion trois points

Dans la zone décollée, on prélève une tranche de mortier de 4×15 cm (Figure 3.20, zone dans le cadre bleu discontinu) à trois intervalles de temps différents, 3, 7 et 15 jours. On obtient ainsi une éprouvette de mortier de $1 \times 4 \times 15$ cm. Des essais de flexion 3 points sont réalisés à déplacement contrôlé avec une presse présentée dans la Figure 3.23 (a). La mesure du déplacement peut être réalisée avec un capteur fixé sur la traverse de la presse ; afin d'éviter la prise en compte de la déformation de la traverse, nous avons placé un capteur numérique directement sous l'échantillon (Figure 3.23, (b)). On obtient une courbe qui relie la force à la flèche. On peut ainsi obtenir la force à la rupture F , le module E_f et l'énergie de rupture G_r .



(a)



(b)

Figure 3.23 : (a) presse pour essai de flexion trois points sur des tranches de $1 \times 4 \times 15$ cm prélevées dans la zone de longueur décollée; (b) capteur numérique pour la mesure de la flèche

3.3.2.2. Analyse de la reproductibilité des mesures, quantification de la variabilité des résultats, validation des essais.

Deux sortes de variabilités ont été étudiées. Une première incertitude appelée « variabilité au premier rang » est déterminée en étudiant les résultats obtenus pour plusieurs essais lors d'une même gâchée. Une seconde incertitude appelée « variabilité au second rang » est obtenue en étudiant les résultats obtenus entre différentes gâchées.

3.3.2.2.1. Retrait au jeune âge, variabilité au second rang

La variabilité au premier rang n'a pas été déterminée car, dans le cas du retrait et pour une même gâchée, seules deux mesures sont réalisées.

Une étude préliminaire a été réalisée sur deux mortiers différents, un premier contenant 0,27 % d'ECA et un deuxième contenant 0,27 % d'ECB sur des mesures de retrait libre. Les résultats sont reportés sur la Figure 3.24, les courbes tracées en fonction du temps sont le résultat de la moyenne de six coulages, avec à chaque fois deux mesures par coulage. Les barres d'erreur montrent une dispersion par rapport à la moyenne de l'ordre de 15 %.

La technique expérimentale utilisée permet clairement de distinguer l'effet de deux éthers celluloses différents sur le retrait d'une couche de 1 cm de mortier entre 0 et 23 heures. La nature de l'éther cellulosique influence donc le retrait du mortier ce qui sera analysé en détail dans le chapitre 4.

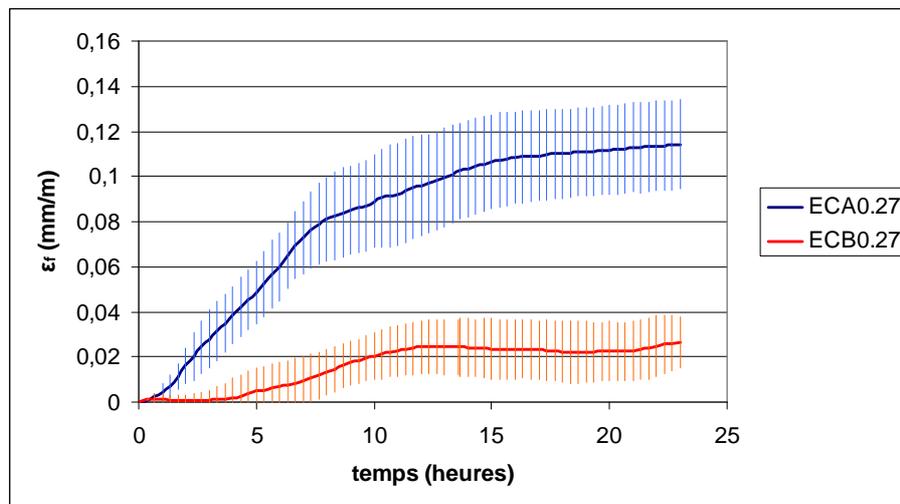


Figure 3.24 : retrait libre entre 0 et 24 heures en fonction du temps pour les deux types d'éthers celluloses

3.3.2.2.2. Retrait après 23 heures, variabilité au second rang

Une étude préliminaire avec les formulations contenant 0,27 % de ECA ou ECB a été effectuée. Trois différentes gâchées sont réalisés pour chaque éther cellulosique, deux éprouvettes étant réalisées pour chaque essai. Les courbes obtenues montrent que la dispersion par rapport à la moyenne est faible, de l'ordre de 5 % (Figure 3.25).

Par ailleurs, on peut observer que les retraits après 24 heures de mortiers contenant 0,27 % de ECA ou ECB sont identiques, la nature de ces éthers celluloses n'influence pas le retrait après 24 heures. La technique de mesure du retrait après 24 heures est donc validée.

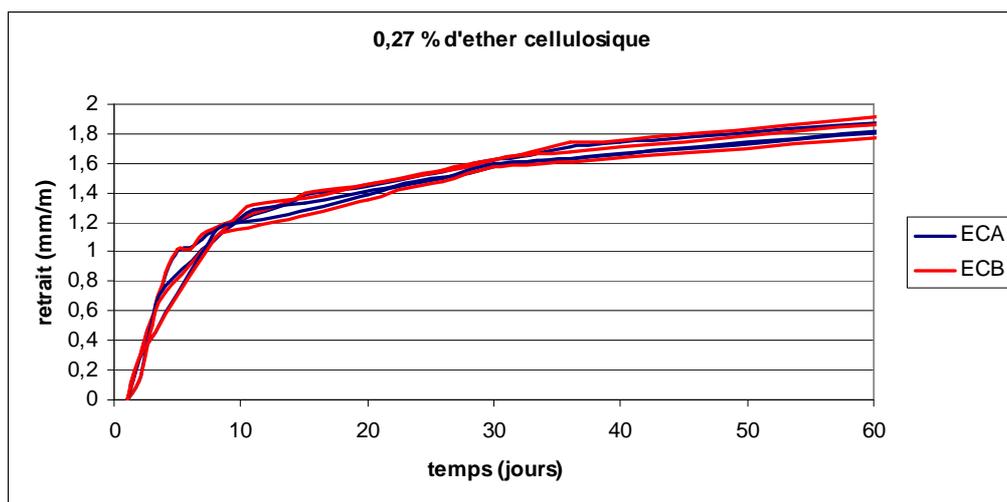


Figure 3.25 : retrait de 1 à 28 jours des éprouvettes 1×15×40 cm pour les mortiers contenant 0,27 % en masse d'ECA ou ECB

3.3.2.2.3. Adhérence

Variabilité au premier rang

Des essais d'adhérence en flexion 4 points ont été réalisés avec la formulation CEReM. Les essais sont réalisés à partir d'une même gâchée. Les résultats sont donnés dans le Tableau 3.7. Pour la brique 0 % et le béton, le décollement est localisé strictement à l'interface alors que pour la dalle CEN, le décollement se produit dans une fine couche de mortier d'épaisseur régulière, le long de l'interface.

Tableau 3.7 : récapitulatif des essais d'adhérence entre le mortier CEReM et différents supports

Supports	G* (N/m)	Dispersion / moyenne (%)	Localisation du décollement	Figures
Dalle CEN	7,6	8	Fine couche de mortier	Figure 3.26
Brique 0 %	6,4	7	interface	Figure 3.27
Béton	5,1	8	interface	Figure 3.28 et Figure 3.29

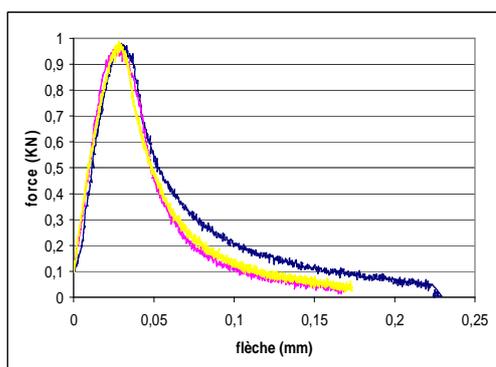


Figure 3.26 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points du mortier CEReM coulé sur la dalle CEN

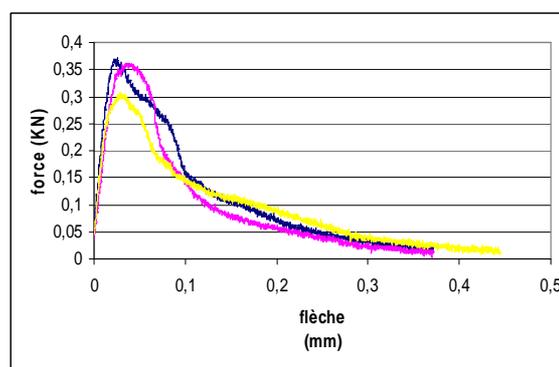


Figure 3.27 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points du mortier CEReM coulé sur brique 0 %

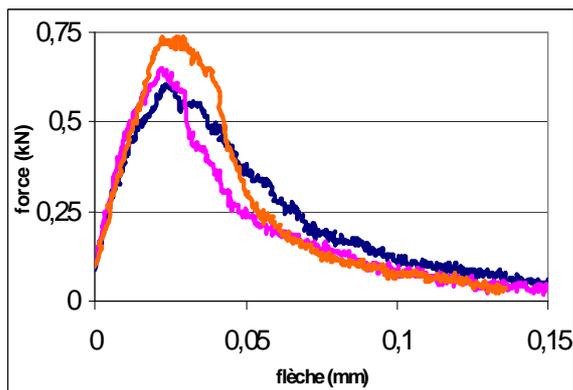


Figure 3.28 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points du mortier CEReM coulé sur les supports béton



Figure 3.29 : demi-épreuves béton, béton / mortier ; décollement suivant strictement l'interface

Variabilité au second rang

Cas des briques 0% avec du ciment de Martres

Pour 4 gâchées différentes, trois essais ont été réalisés pour chacune d'elles, permettant ainsi de quantifier une variabilité entre gâchée. L'énergie nécessaire au décollement de la couche de mortier appliqué sur la brique 0 % est de 9,6 N/m (Figure 3.30). La dispersion des énergie de décollement G^* par rapport à la moyenne des quatre gâchées est de 12 %. Cet ensemble d'essais montre la bonne répétabilité des résultats entre différentes préparations de mortier. Les éprouvettes ne sont probablement pas homogènes mais l'hétérogénéité existante n'engendre pas de variabilité importante entre les différentes mesures.

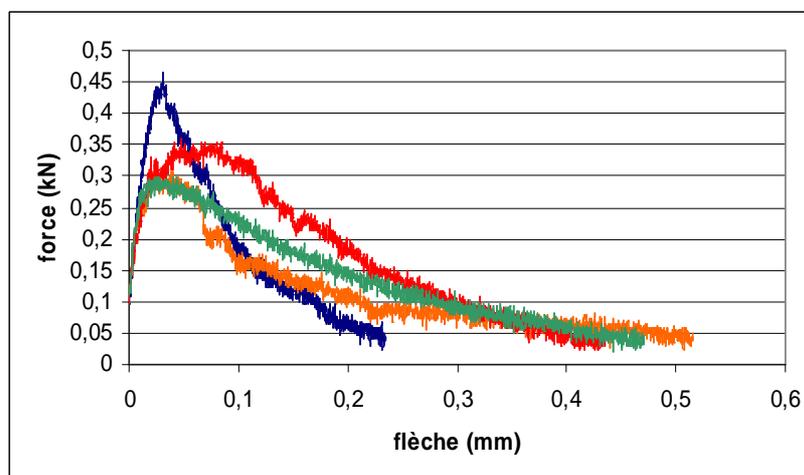


Figure 3.30 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points du mortier CEReM coulé sur briques 0 %

Validation de l'essai de flexion 4 points sur des produits commerciaux

Pour valider l'essai de flexion 4 points, il était nécessaire de le tester sur des formulations complexes de mortiers industriels pouvant donner de fortes adhérences, en particulier sur des mortiers colles. Deux produits ont été choisis, un enduit ainsi qu'un mortier colle classé C2 selon les normes EN 12004 et EN 12004/A1 [Norme 01b] [Norme 02].

Cas d'un enduit de façade

L'énergie de décollement de la couche de mortier sur la brique 0 % est d'environ 4 N/m

tandis que celle sur la brique 50 % est de l'ordre de 3 N/m (Figure 3.31). On remarque également que l'adhérence n'est pas améliorée si le mortier est appliqué sur un support humide.

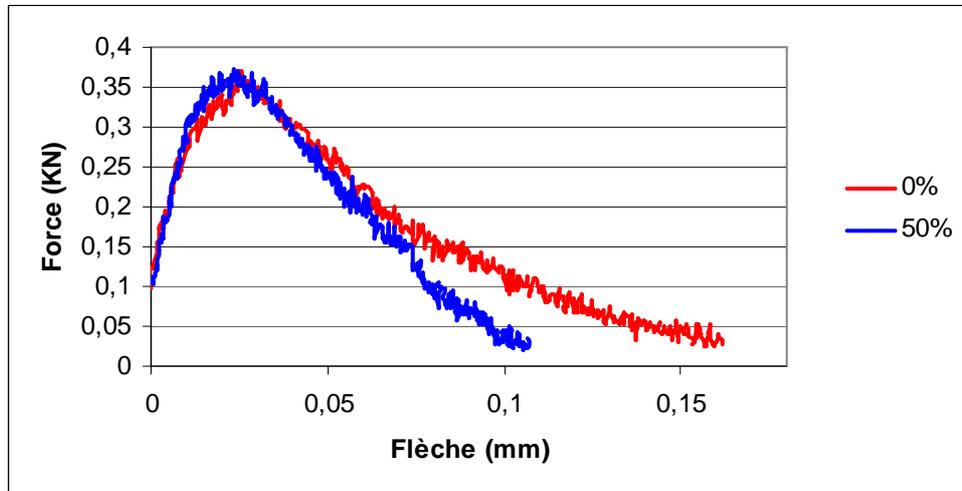


Figure 3.31 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points d'un enduit commercial sur briques 0 et 50 %

Cas d'un mortier colle hautes performances de classe C2

L'essai a permis de quantifier l'énergie de décollement pour un mortier colle hautes performances sur une brique sèche, une brique humide et un support en béton. Ces énergies sont respectivement de l'ordre de 35, 15 et 20 N/m pour la brique 0%, la brique 50 % et le béton. La brique humide ne permet pas d'obtenir la meilleure adhérence.

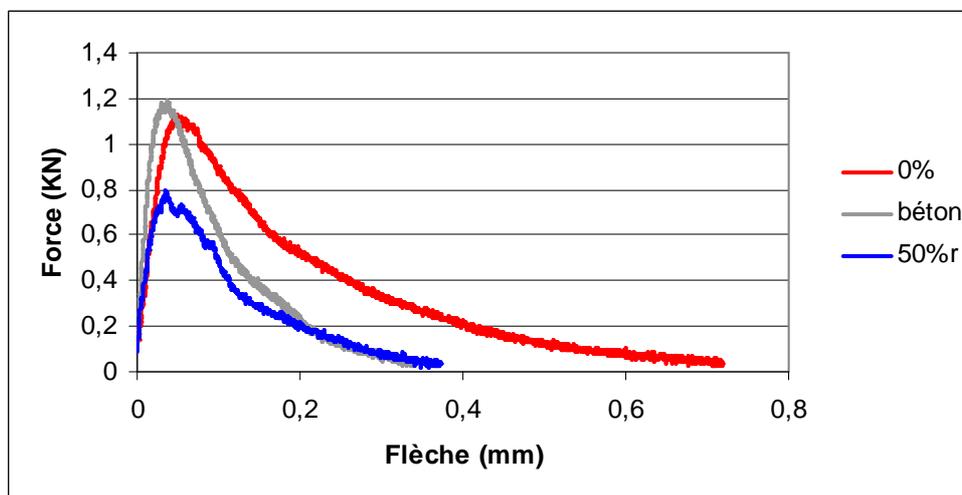


Figure 3.32: courbes résultats de l'essai flexion 4 points d'un mortier colle commercial sur briques 0, 50 % et sur béton

Synthèse des tests de validation et de reproductibilité

La Figure 3.33 regroupe l'ensemble des résultats de reproductibilité et de validation de l'essai de flexion 4 points pour les essais ayant donné un décollement strictement à l'interface mortier-support.

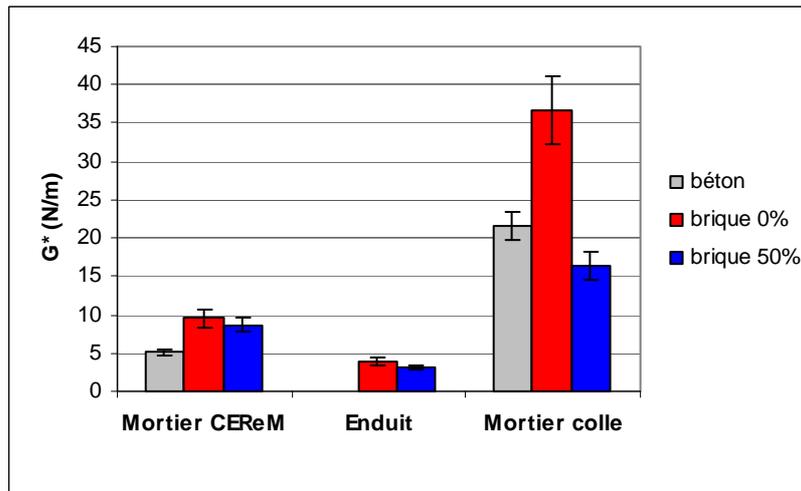


Figure 3.33 : ensemble des valeurs de G^* (N/m) pour différentes formulations et plusieurs supports

L'ensemble de ces résultats montre que l'essai de flexion 4 points est reproductible pour différents supports, entre différentes gâchées et fonctionne avec des produits hautement adjuvés comme les mortiers colles.

4. Résultats et analyse

4.1. Résultats généraux

4.1.1. A l'état frais, masse volumique apparente

La Figure 4.1 regroupe l'ensemble des masses volumiques apparentes (*mva*) mesurées à l'état frais pour différentes formulations de mortier. **L'ajout de latex diminue significativement la *mva*** du fait de l'entraînement de l'air induit par le latex (chapitre 2, paragraphe 2.2.3.2.3.). **Cette diminution est accentuée par l'association d'EA** qui stabilise un plus grand volume d'air entraîné par *le latex*.

L'augmentation du taux d'éther cellulosique de 0,18 % à 0,27 % engendre une diminution de la *mva*. L'association avec du latex ou les autres agents ne modifie pas ce comportement (par exemple, pour les formulations contenant 5 % de latex ECA0.18LA5 et ECA0.27LA5, Figure 4.1).

Globalement, la nature des EC ne modifie pas significativement les *mva*. Cependant, selon le taux d'EC, la présence de plus ou moins de latex associé ou non à EA, il peut y avoir de légères variations de la *mva* (Figure 4.1). Ces phénomènes sont sûrement induits par des interactions différentes des éthers cellulosiques avec l'eau lorsqu'ils sont associés à d'autres agents surfactants qui modifient également les tensions superficielles de l'eau et donc l'effet rétenteur de l'éther cellulosique.

L'addition de HY n'influence pas significativement la *mva*. Toutefois, lorsqu'il est ajouté en présence d'EA à la formulation ECA0.27LA2.5EA, la *mva* diminue légèrement. Il en est de même pour la formulation ECA0.27LA5 (Figure 4.1).

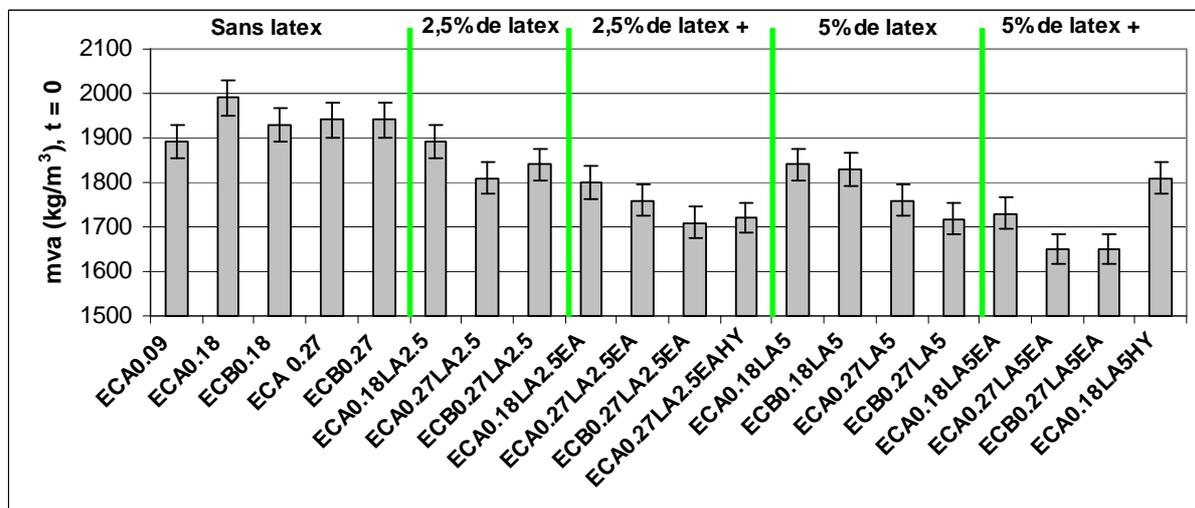


Figure 4.1 : masse volumique apparente à l'état frais pour différentes formulations

4.1.2. Propriétés à l'état durci

4.1.2.1. Masse volumique apparente à 28 jours

La Figure 4.2 présente les *mva* à 28 jours de différentes formulations. Les variations de *mva* mesurées à 28 jours suivent les variations de *mva* mesurées au moment du gâchage. En effet, **l'ajout du latex diminue significativement la *mva* à 28 jours**. Ce comportement est accentué par l'ajout d'EA.

Dans le chapitre 3 (paragraphe 3.1.1.), nous avons vu que pour un même taux d'EC, la capacité de rétention en eau d'ECA et d'ECB vis-à-vis de la succion ainsi que la consistance qu'ils engendrent sont similaires. La *mva* à 28 jours des formulations ECA0.27 et ECB0.27 n'est pas modifiée par la nature des EC. Il en est de même pour les mortiers ECA0.18LA5 et ECB0.18LA5, ECA0.27LA5 et ECB0.27LA5 ou encore ECA0.27LA5EA et ECB0.27LA5EA (Figure 4.2).

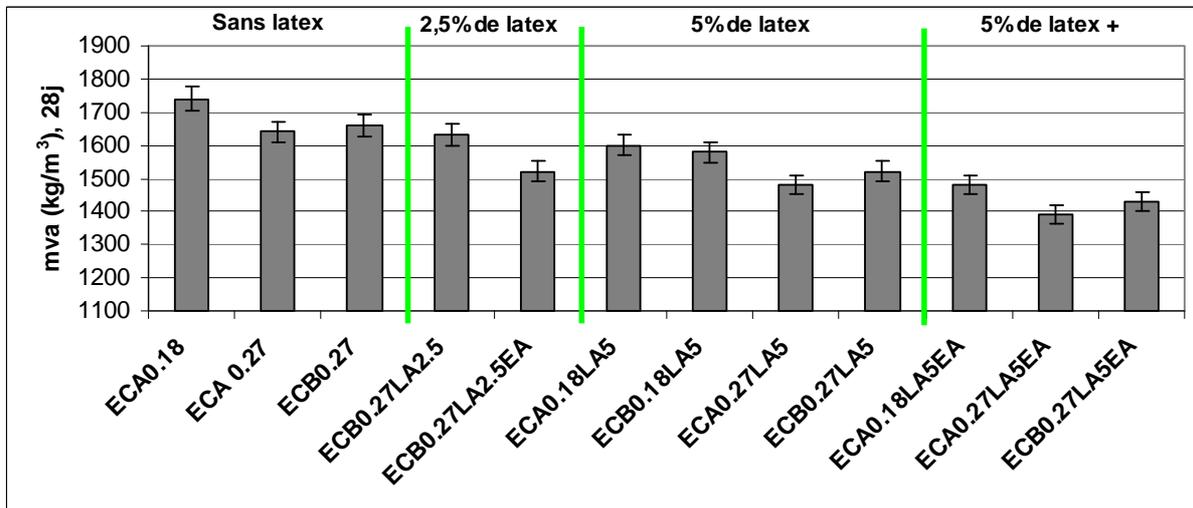


Figure 4.2 : masse volumique apparente (*mva*) à 28 jours, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm

Par contre, lorsque le taux d'EC augmente, la *mva* à 28 jours diminue parallèlement (formulations ECA0.18 et ECA0.27 ou ECA0.18LA5 et ECA0.27LA5 par exemple). La plus grande rétention d'eau induite par un plus fort taux d'EC génère sûrement une plus grande porosité.

4.1.2.2. Porosité accessible à l'eau, à 28 jours

La Figure 4.3 regroupe l'ensemble des porosités accessibles à l'eau (chapitre 3, paragraphe 3.2.1.5.1.) pour différentes formulations de mortiers. La plus grande porosité évoquée dans le paragraphe 4.1.2.1 pour les formulations contenant 0,27 % d'ECA est vérifiée pour les exemples cités mais n'est pas confirmée dans le cas des formulations contenant 2,5 % de latex ou 5 % de latex associé à EA. L'inaccessibilité des pores par l'eau peut expliquer cette contradiction. **Globalement, la porosité accessible à l'eau diminue lorsque la *mva* à l'état frais croît** (Figure 4.4). Avec la *mva* à 28 jours, cette tendance est toujours observable mais la dispersion est plus importante (Figure 4.5). Tous les mortiers n'évoluent probablement pas de la même manière, du fait par exemple d'une carbonatation plus ou moins importante au bout de 28 jours. Cette différence de profondeur carbonatée est susceptible de modifier le lien entre la porosité accessible à l'eau et la *mva* à 28 jours.

Sans latex, l'addition de 0,27 % d'ECB engendre une porosité accessible à l'eau plus faible que les autres formulations (Figure 4.3).

Avec 2,5 % de latex, la porosité diminue avec l'augmentation du taux d'EC mais n'est pas modifiée par la nature de ce dernier. En associant EA ou HY, la porosité augmente. La nature et le taux d'éther cellulosique n'influent pas sur les valeurs de porosité accessible à l'eau (Figure 4.3).

A l'exception de la formulation contenant 5 % de latex et HY qui possède une *mva* beaucoup plus élevée que les autres formulations (Figure 4.1), la porosité mesurée avec des taux et des types d'EC différents associés ou non à EA est quasiment similaire pour les formulations contenant 5 % de latex (Figure 4.3).

Il n'y a pas le même effet de l'ajout d'EA sur les mortiers contenant 2,5 % de latex et sur ceux en contenant 5 %. Dans le premier cas, EA augmente la stabilisation de l'air entraîné alors que dans le second cas, son ajout a un effet plus limité sur l'augmentation de la porosité accessible à l'eau (Figure 4.3). Cette différence peut provenir du film de latex formé et de sa résistance. Il peut boucher des pores ; si le film est plus fin ou discontinu, sous l'effet de la dépression exercée au moment de la mesure, certains pores peuvent devenir accessibles à l'eau (paragraphe 2.2.5.5. et 3.2.1.5.2.).

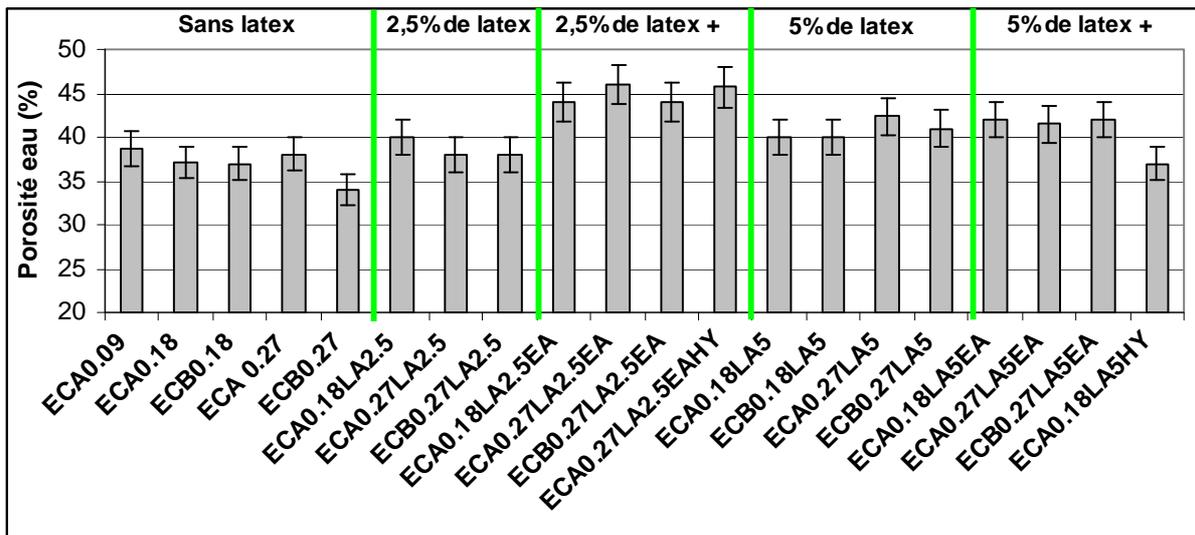


Figure 4.3 : porosité accessible à l'eau pour différents mélanges, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm

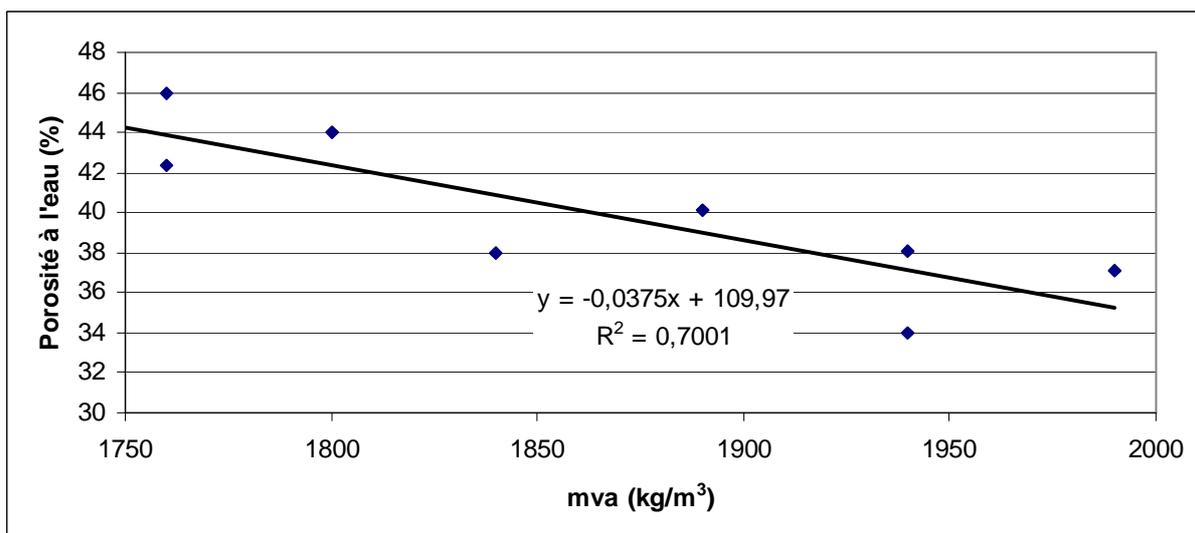


Figure 4.4 : relation entre la porosité accessible à l'eau à 28 jours et la *mva* à l'état frais

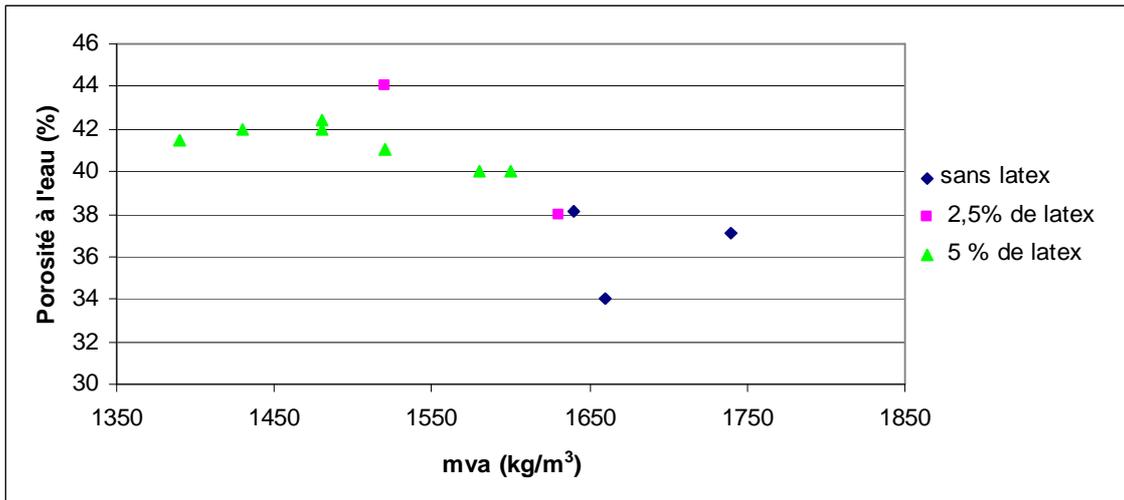


Figure 4.5 : relation entre la porosité accessible à l'eau et la *mva* à 28 jours

Des essais ont été réalisés sur une durée de 15 jours afin de mesurer les pertes de masse de différents mortiers, l'objectif étant d'effectuer des mesures quasiment en parallèle pour un grand nombre de formulations (14 au total). Les pertes de masse relatives sont calculées en prenant la masse des éprouvettes au premier jour comme référence. Les résultats sont présentés ci-après.

4.1.2.3. Masse volumique apparente à 15 jours

La Figure 4.6 regroupe l'ensemble des *mva* à 15 jours des 14 formulations testées. En la comparant avec la Figure 4.2, on peut dire que les *mva* mesurées sont similaires ; cela confirme les résultats décrits précédemment.

La formulation ECA0.18LA5 possède une *mva* plus élevée que celles des autres mortiers comportant 5 % de latex, ce qui est significatif d'une diminution de la porosité (Figure 4.3).

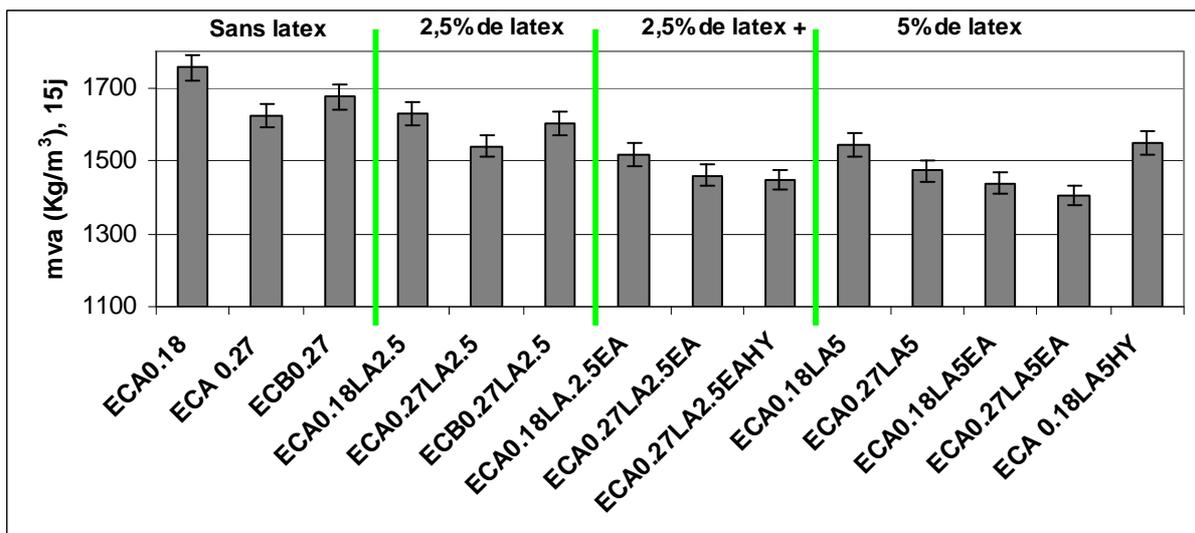


Figure 4.6 : *mva* à 15 jours pour différentes formulations sur éprouvettes 4 × 4 × 16 cm

4.1.2.4. Pertes de masse jusqu'à 15 jours

La Figure 4.7 et la Figure 4.8 décrivent les pertes de masse mesurées pour 14 formulations pendant 15 jours, avec comme référence la masse obtenue au premier jour.

Sans latex (Figure 4.7), l'augmentation du taux d'ECA engendre une perte de masse plus importante. Entre la formulation ECA0.18 et ECA0.27, cette augmentation est de l'ordre de 25 % à deux jours. De plus, la nature de l'éther cellulosique influe sur la perte de masse. En effet, l'échange de ECA par ECB dans la formulation contenant seulement 0,27 % d'éther cellulosique engendre une diminution de perte de masse de l'ordre de 50 %. Ces écarts entre formulations diminuent dans le temps.

Avec 2,5 % et 5 % de latex (Figure 4.8), on peut observer le même comportement dans les variations de perte de masse. Il y a cependant moins d'écart entre les formulations contenant les deux types d'EC (ECA0.27LA2.5 et ECB0.27LA2.5) à partir du septième jour. Les pertes de masse demeurent plus importantes avec 0,27 % d'ECA par rapport à 0,27 % d'ECB.

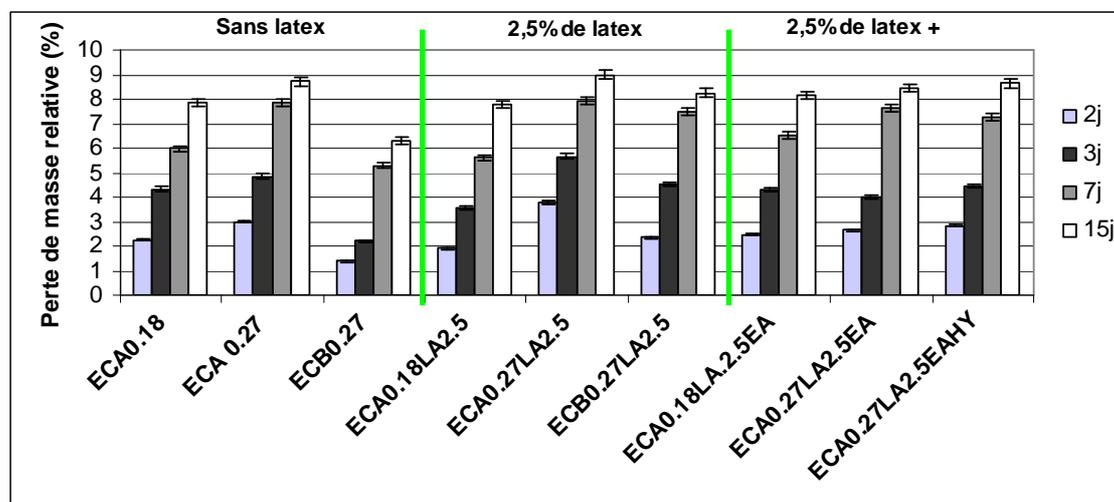


Figure 4.7 : perte de masse relative pour différentes formulations, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm

La Figure 4.9 lie la perte de masse relative à la *mva* pour différents mortiers. **Lorsque la perte de masse diminue, la *mva* a tendance à augmenter.** La Figure 4.10 lie la porosité accessible à l'eau à la perte de masse. **Trois familles de formulations apparaissent**, la première ne contenant pas de latex, la seconde contenant 2,5 % de latex et la troisième contenant 5 % de latex. Dans chaque famille, lorsque la perte de masse relative augmente, la porosité accessible à l'eau augmente. C'est avec la famille contenant 5 % de latex que l'on peut obtenir la plus grande perte de masse alors que les porosités correspondantes ne sont pas les plus élevées. Les variations de masse ne suffisent pas à expliquer la porosité totale accessible à l'eau des mortiers étudiés. **Le film de latex et la taille des pores doivent intervenir dans cette perte de masse.** En effet, le latex est capable d'obturer les pores et de modifier la distribution porosimétrique des mortiers (partie 2) ; les échanges avec l'extérieur peuvent être ainsi modifiés, ainsi que la perte de masse.

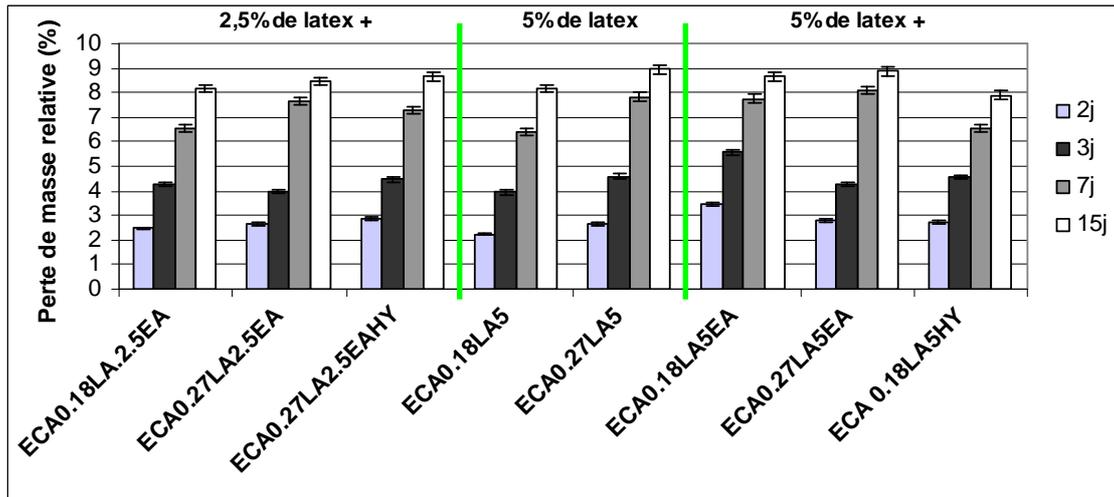


Figure 4.8 : perte de masse relative pour différentes formulations, éprouvettes $4 \times 4 \times 16$ cm

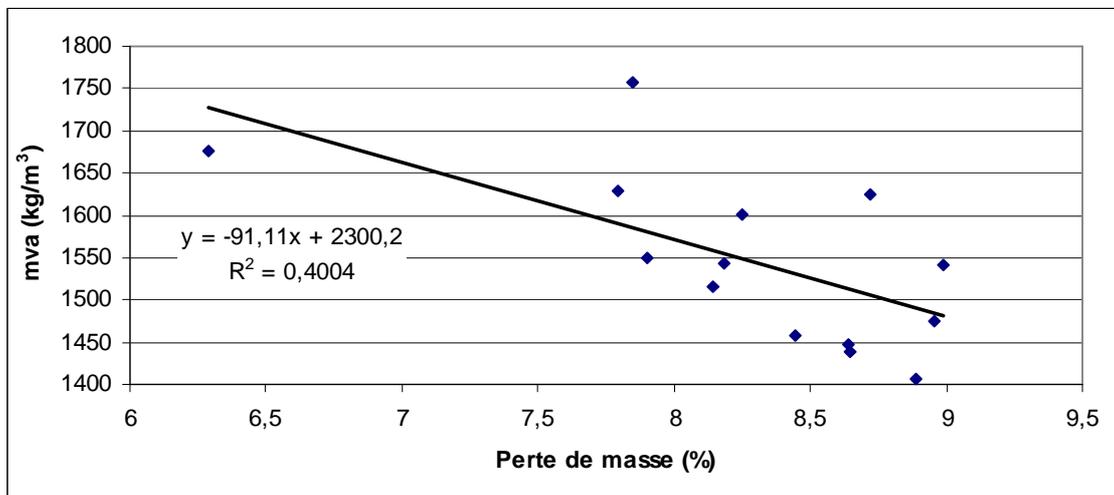


Figure 4.9 : relation entre perte de masse et mva à 15 jours

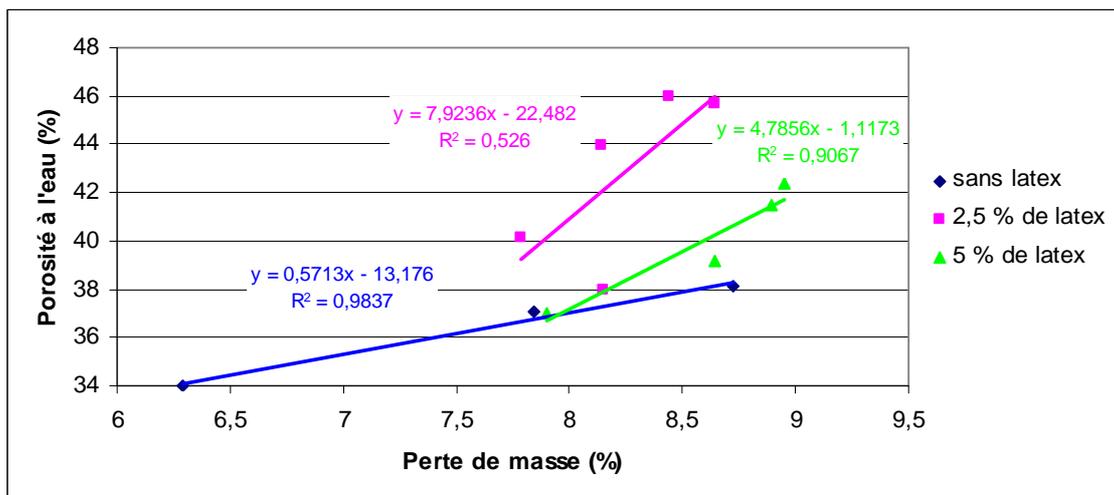


Figure 4.10 : relation entre perte de masse à 15 jours et porosité accessible à l'eau à 28 jours, selon le taux de latex présent dans les mortiers (sur le graphique, formulations « sans latex », avec « 2,5% de latex » ou « 5% de latex »)

4.1.3. Résistances en flexion et en compression à 28 jours

4.1.3.1. Résistances en flexion à 28 jours

Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes $4 \times 4 \times 16$ cm. La Figure 4.11 regroupe les résultats de ces essais. Les valeurs de résistances sont comprises entre 4 et 6 MPa. L'augmentation du taux d'ECA diminue globalement les résistances en flexion. Les résistances en flexion obtenues avec les mortiers contenant 0,27 % d'ECB sont supérieures à celles obtenues avec les mortiers contenant 0,27 % d'ECA. La nature de l'éther cellulosique doit modifier la compacité du matériau. Nous avons vu qu'ECB seul diminue les valeurs de porosité accessible à l'eau (paragraphe 4.1.2.2). Ces deux effets peuvent être attribués à une diminution de la taille des pores et peuvent expliquer des résistances en flexion supérieures. Cependant, pour un même taux d'EC, les résistances en flexion sont supérieures en ajoutant du latex alors que la porosité augmente. Cela est probablement dû à la formation du film et l'amélioration de la cohésion du matériau par la formation d'une comatrice ciment-latex (chapitre 2, paragraphe 2.2.3.2.1.).

EA diminue les résistances en flexion lorsqu'il est ajouté à 5 % de latex (formulations ECA0.27LA5 et ECA0.27LA5EA ou leurs homologues avec ECB (Figure 4.11). Avec 2,5 % de latex ce n'est plus le cas ; par contre l'association de HY à EA avec 2,5 % de latex engendre une diminution de la résistance en flexion.

Le seul cas où ECB donne une résistance en flexion plus faible que ECA concerne la formulation contenant 0,18 % d'éther cellulosique associé à 5 % de latex. La fluidité plus grande du mélange (paragraphe 3.1.3.2.) doit alors rendre plus aléatoire la formation du film de latex.

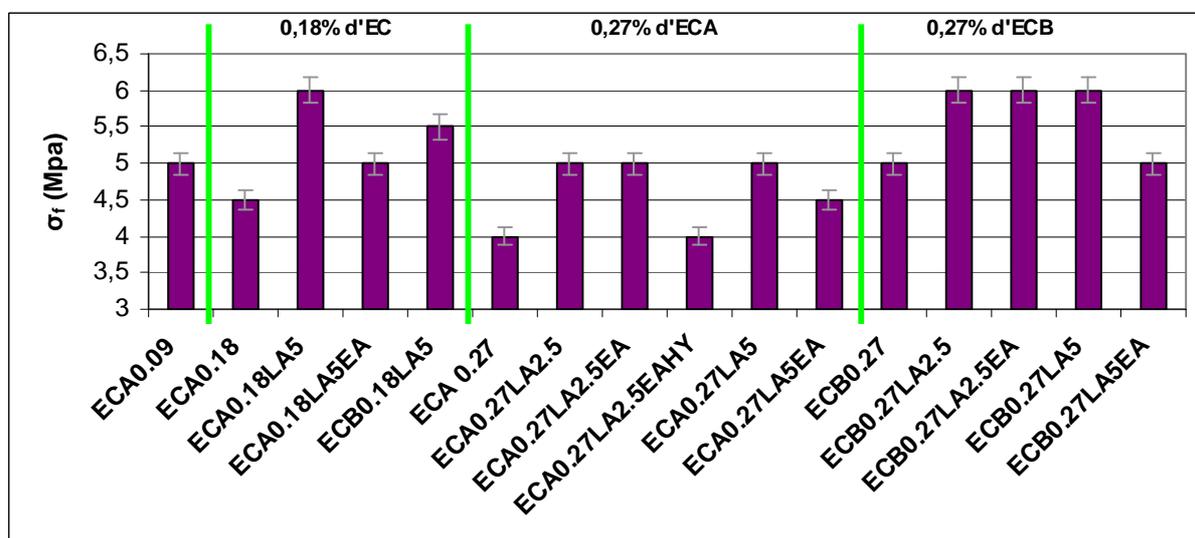


Figure 4.11 : résistances en flexion 3 points pour différentes formulations, éprouvettes $4 \times 4 \times 16$ cm

4.1.3.2. Résistances en compression à 28 jours

La Figure 4.12 résume l'ensemble des résultats obtenus. Pour les formulations contenant ou non 2,5 % de latex, la résistance en compression est plus importante avec 0,27 % d'ECB que celle rencontrée avec 0,18 % ou 0,27 % d'ECA du fait d'une porosité et d'une perte de masse plus faibles avec ECB. Les résistances en compression suivent l'augmentation de la porosité et la diminution de la *mva* à 28 jours. Les ajouts de latex, d'EA et de HY diminuent

les résistances en compression quelle que soit la nature d'EC employé et leur quantité (paragraphe 2.2.4.).

La nature des EC avec un taux de 0,18 % ne fait varier que très légèrement la résistance en compression (formulations ECA0.18LA5 et ECB0.18LA5, Figure 4.12). C'était d'ailleurs le cas pour les variations de la porosité accessible à l'eau (Figure 4.3), et de la *mva* à 28 jours (Figure 4.2) pour les formulations contenant 0,18 % d'EC.

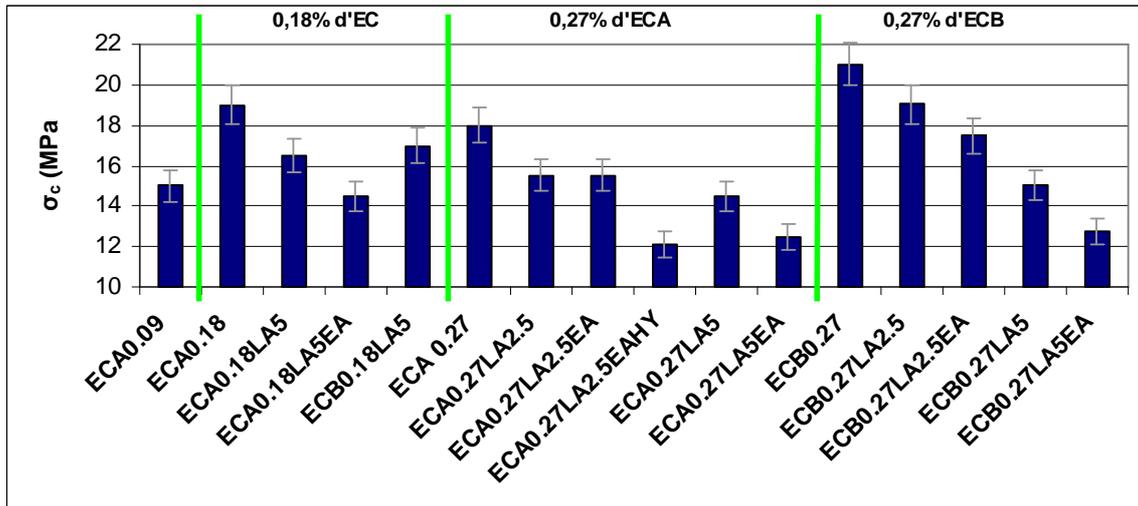


Figure 4.12 : résistances en compression pour différentes formulations, demi-épreuves $4 \times 4 \times 16$ cm

4.1.4. Module de déformation dynamique

La Figure 4.13 représente l'évolution du module dynamique en fonction du temps pour les 14 formulations étudiées. L'évolution de ce module dans les trois premiers jours servira à déterminer l'évolution correspondante du module en flexion (paragraphe 4.7.2.1).

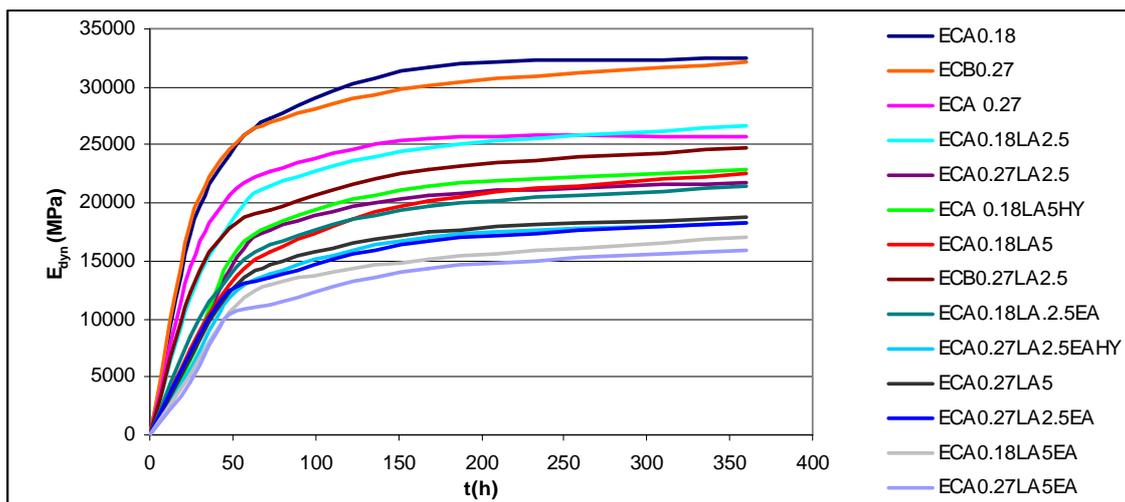


Figure 4.13 : module de déformation dynamique, épreuves $4 \times 4 \times 16$ cm

La Figure 4.14 présente les modules dynamiques aux échéances, 3, 7 et 15 jours. **Globalement, l'ajout de latex diminue le module dynamique.** Cela confirme l'augmentation de la déformabilité des mortiers avec l'ajout de latex [Ohama 98] [Goto 06].

Sans latex (Figure 4.14), l'augmentation du taux d'EC engendre une diminution du module dynamique parallèlement à la diminution de la *mva* et à l'augmentation de la porosité accessible à l'eau (Figure 4.1 et Figure 4.6). La nature des EC influe également sur le module dynamique. En effet, pour un même taux d'EC, le mortier contenant ECB possède un module dynamique plus élevé que le mortier contenant ECA, ce qui est associé à une porosité accessible à l'eau plus faible et à une *mva* plus élevée des mortiers adjuvés ECB par rapport à ceux contenant ECA (Figure 4.1 et Figure 4.6).

Avec 2,5 % de latex, l'évolution du module dynamique est similaire à celle observée précédemment, ainsi que celle de la *mva*.

Avec 2,5 % de latex, l'ajout d'EA diminue le module dynamique, parallèlement à la diminution de la *mva* et à l'augmentation de la porosité accessible à l'eau (Figure 4.1 et Figure 4.6). La différence entre les deux taux d'EC est la même que celle observée sans latex. L'ajout de HY à 2,5 % de latex et à EA n'influe pas sur le module dynamique.

Avec 5 % de latex (Figure 4.14), on peut observer le même comportement que précédemment, le module dynamique étant encore plus faible. Le fait d'ajouter seulement HY à ECA0.18LA5 augmente le module dynamique parallèlement à l'augmentation de la *mva*.

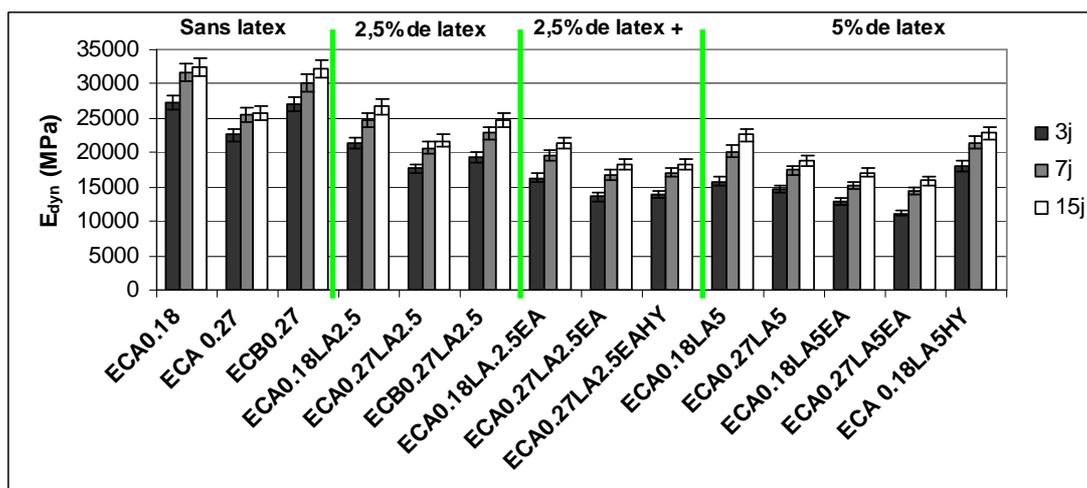


Figure 4.14 : module de déformation dynamique, éprouvettes $4 \times 4 \times 16$ cm

4.2. Observations au MEB

4.2.1. Introduction

La Figure 4.15 présente un ensemble d'observations réalisées au MEB (partie 3, paragraphe 3.2.1.7.). Cette figure concerne le mortier ECA0.18LA5 appliqué sur la brique 0 %. Avec ce taux de latex, on peut observer la formation de film de latex entre le mortier et les granulates (Figure 4.15 (a) et (b)) et au niveau d'une empreinte de granulat (Figure 4.15 (c)). Cela confirme les formations d'une comatrice latex-ciment et du film de latex. Ce film est présent à l'interface mortier-brique au niveau d'un micro-décollement, ceci étant également observable avec les formulations contenant 0,27 % d'EC et 5 % de latex. Les films d'EC sont plus fins et sont localisés dans les vides d'air (Figure 4.15 (e) et (f)) (chapitre 1).

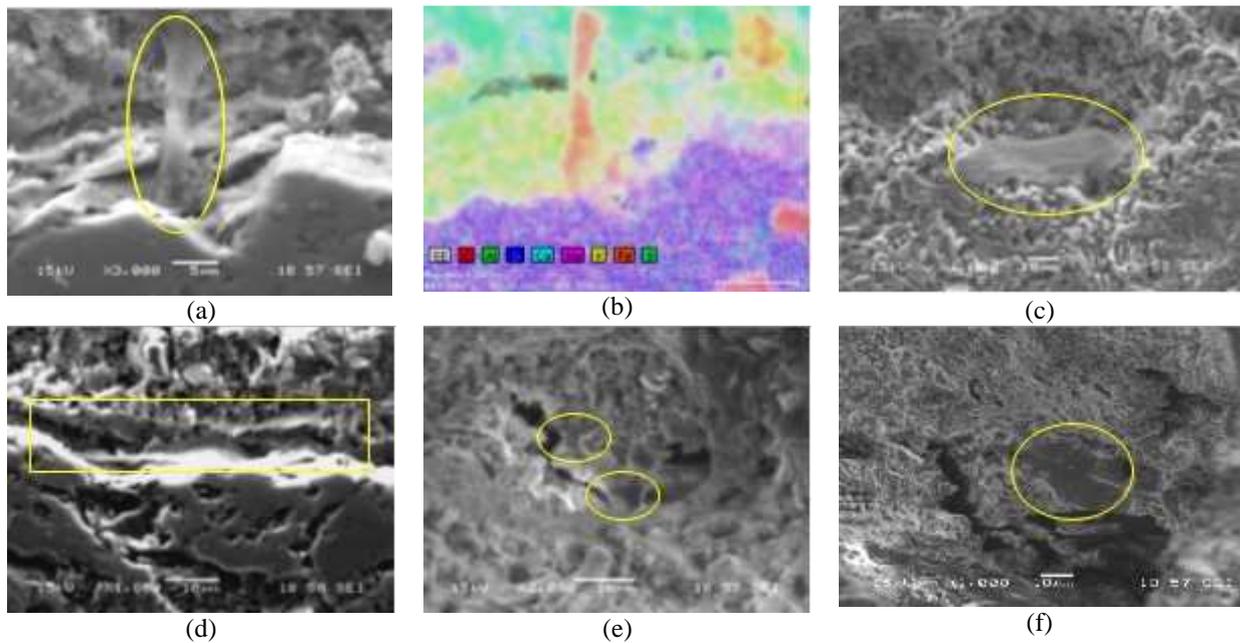


Figure 4.15 : images MEB, mortier ECA0.18LA5 appliqué sur brique 0 %. (a) film de latex entre pâte de ciment et granulat ; (b) cartographie de (a) par élément, le carbone (latex) est représenté en rouge ; (c) film de latex au niveau de l’empreinte d’un granulat ; (d) micro-décollement entre la brique et le mortier, le latex est localisé dans cette zone ; (e) film d’EC; (f) film d’EC dans un vide

4.2.2. Comparaison de différents mortiers

La Figure 4.16 compare des mortiers contenant au moins 0,18 % d’ECA. L’observation du mortier contenant seulement 0,18 % d’ECA fait apparaître des microfissures, démontrant ainsi une moins bonne cohésion que les mortiers contenant 0,27 % d’EC (Figure 4.16 (a)). Cela n’a pas été observé pour les mortiers contenant 0,27 % d’EC. Avec la formulation contenant 2,5 % de latex et EA, on peut également observer la formation de film de latex au niveau de la face du mortier au contact avec l’air (Figure 4.16 (b)) et près de l’interface mortier-brique (Figure 4.16 (c)). Avec 2,5 % de latex, il y a donc bien formation d’un film de latex. Avec 5 % de latex, la Figure 4.16 (d) montre des particules de latex non coalescé près de cristaux de portlandite.

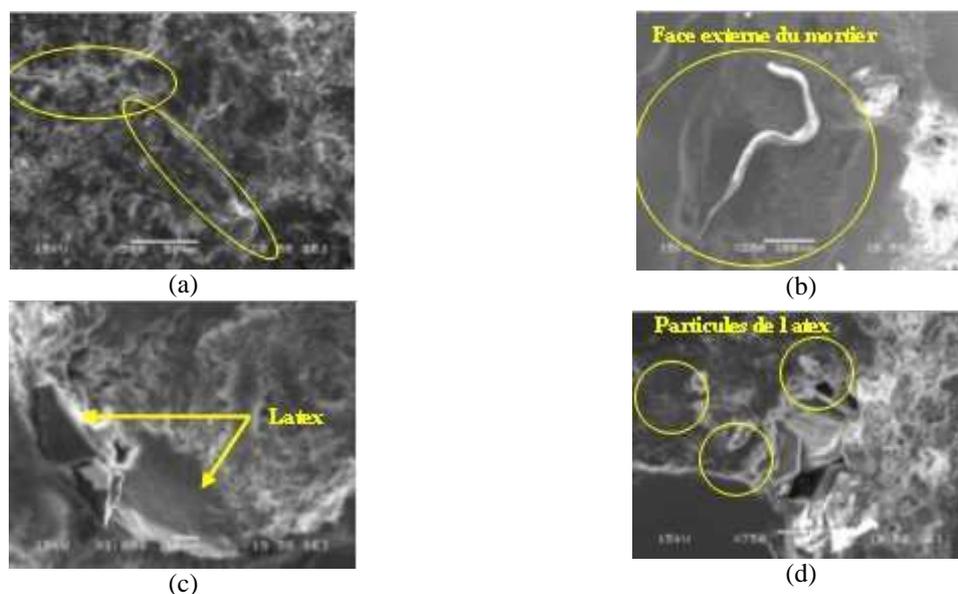


Figure 4.16 : images MEB de mortiers appliqués sur brique 50%. (a) ECA0.18 ; (b) et (c) ECA0.18LA2.5EA, (b) latex en face externe du mortier ; (d) ECA0.18LA5

La Figure 4.17 montre des observations réalisées avec des formulations contenant au moins 0,27 % d'ECB. Avec 5 % de latex, on peut voir la présence du film de latex dans le mortier près de l'interface brique-mortier (Figure 4.17 (a)). Le film est continu comme on peut le voir sur la Figure 4.17 (b). La Figure 4.17 (c) montre un cristal de portlandite, le film de latex et ECB non dissous. En ajoutant EA à 5 % de latex, le film est parsemé de trous et apparaît moins dense que pour la formulation sans EA (Figure 4.17 (d)).

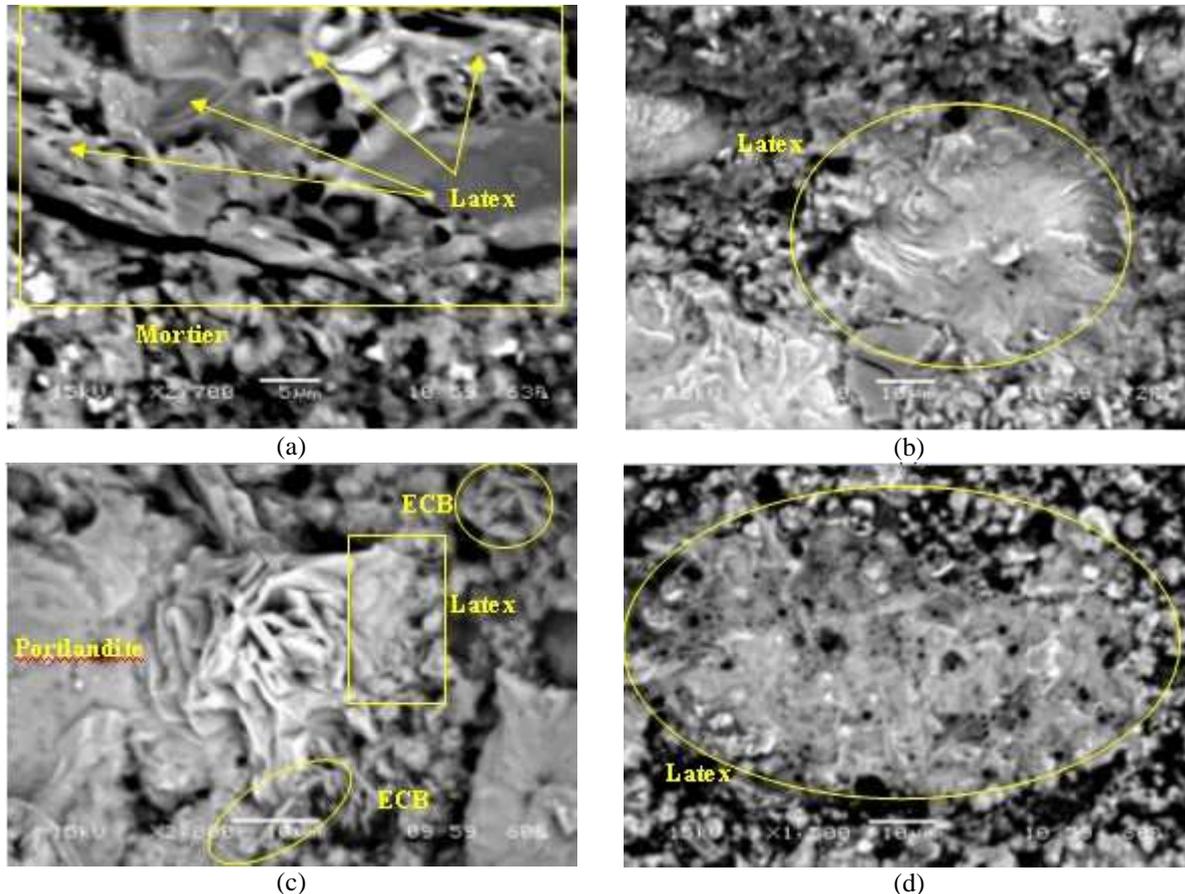


Figure 4.17 : image MEB près de l'interface entre le mortier et la brique 0 %. (a) et (b) ECB0.27LA5, film de latex ; (c) ECB0.27LA5, cristal de portlandite avec ECB n'ayant pas réagi avec l'eau ; (d) ECA0.27LA5EA, film de latex

4.3. Porosité mercure

4.3.1. Distribution porosimétrique

4.3.1.1. Résultats

La Figure 4.18 présente la distribution des diamètres des pores des mortiers contenant au moins 0,27 % d'éther cellulosique appliqués sur la brique 0 %.

En ajoutant **5 % de latex**, on peut noter un **élargissement de la taille du pic principal** par rapport aux formulations ne contenant que EC. Cet élargissement est accompagné d'un **déplacement du pic principal vers des diamètres de pores plus gros** (1900 à 2400 nm, Figure 4.18). Ce phénomène a également été observé par Silva [Silva 01].

Lorsque EA est ajouté au latex, l'élargissement du pic principal, ainsi que le déplacement vers des diamètres plus gros sont accrus (2400 à 4600 nm avec 2,5 % de latex et 1900 à 3200 nm avec 5 % de latex). **L'influence d'EA sur la distribution porosimétrique est la plus significative par rapport à celle des autres ajouts.**

De plus, avec **5 % de latex**, une nouvelle classe de pores apparaît autour de 7000 nm. Cette nouvelle classe devient **plus importante avec l'ajout d'EA**.

Lorsque **HY** est ajouté, le **pic principal revient vers les tailles de pores plus fins** (3200 nm avec ECA0.27LA2.5EA à 2400 nm avec ECA0.27LA2.5EAHY).

Les comportements sur la brique 50 % sont similaires à ceux décrits avec la brique 0 %. Les courbes sont présentées dans le chapitre 6.

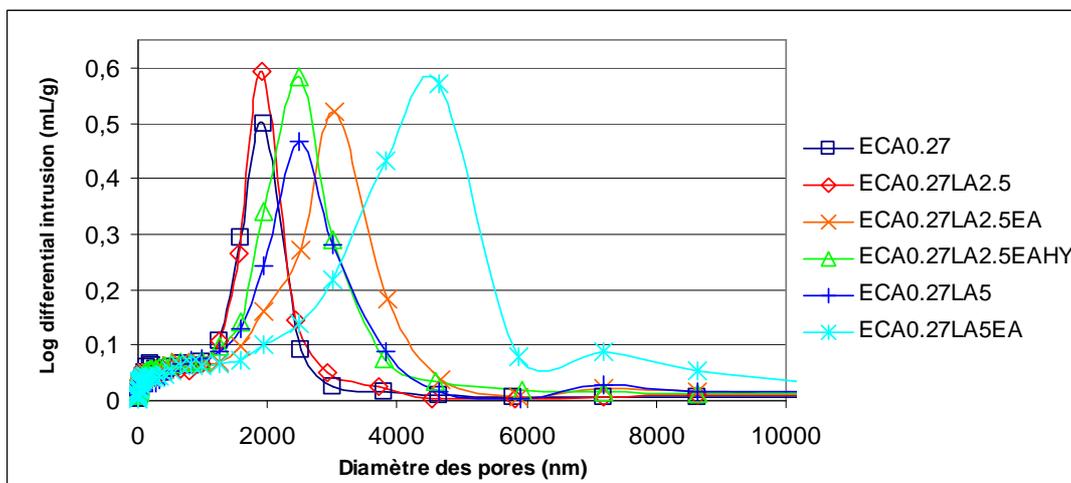


Figure 4.18 : distribution porosimétrique de mortier appliqué sur la brique 0 %, formulations contenant au moins 0,27 % d'ECA

La Figure 4.19 compare l'effet du taux d'EC et du type d'EC sur la taille des pores des mortiers contenant EC et 2,5 % de latex appliqués sur la brique 0 %.

La diminution du taux d'EC élargit la distribution porosimétrique, que ce soit pour les pores de plus petits diamètres que pour les pores de plus gros diamètres (ECA0.27 et ECA0.18 ou ECA0.27LA2.5 et ECA0.18LA2.5).

La nature de EC influe sur le diamètre médian des pores. En effet, avec 0,27 % d'ECB, la position du pic principal est d'environ 900 nm contre 1900 nm pour 0,27 % d'ECA. Il en est de même pour les formulations contenant 2,5 % de latex, la position du pic principal est située autour de 1900 nm pour ECA0.27LA2.5 et autour de 1200 nm pour ECB0.27LA2.5.

Avec ECB, l'ajout de 2,5 % de latex déplace la position du pic principal vers les plus gros pores (de 900 à 1200 nm) alors qu'avec ECA, il n'y a pas de déplacement de pic.

Ainsi, chaque EC génère un réseau poreux spécifique comme on a pu le voir dans le chapitre 2 (paragraphe 2.2.2.3.5.).

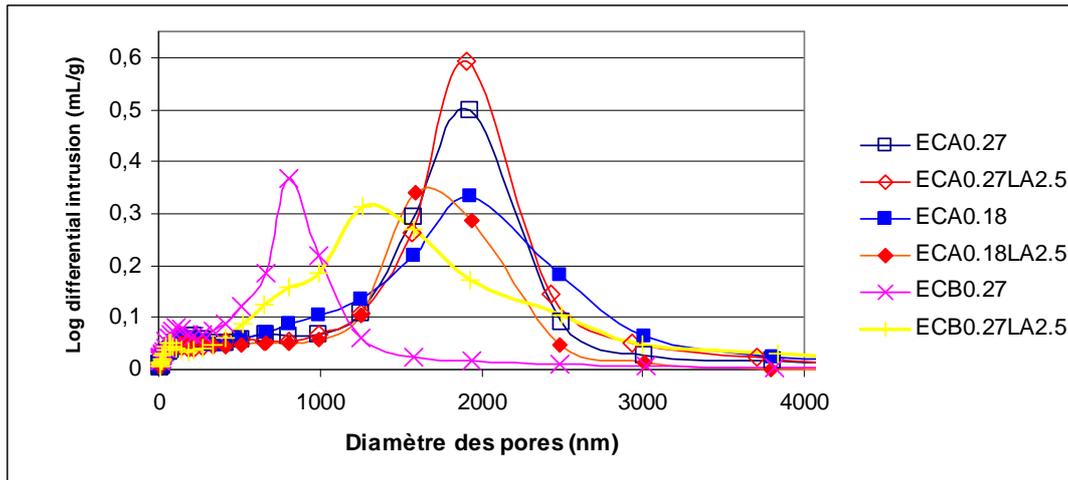


Figure 4.19 : distribution porosimétrique de mortier appliqué sur la brique 0 %, formulations contenant au moins 0,18 ou 0,27 % d'ECA ou 0,27 % d'ECB

4.3.1.2. Bilan

La Figure 4.20 compare les diamètres médians des pores de différentes formulations de mortier appliqué sur les briques 0 % et 50 %. **L'ajout de latex augmente le diamètre médian des pores. Cet effet est accentué par l'ajout de EA. Les formulations contenant ECB ont une porosité plus fine que celles contenant ECA (ECA0.27 et ECB0.27 ou ECA0.27LA2.5 et ECB0.27LA2.5).**

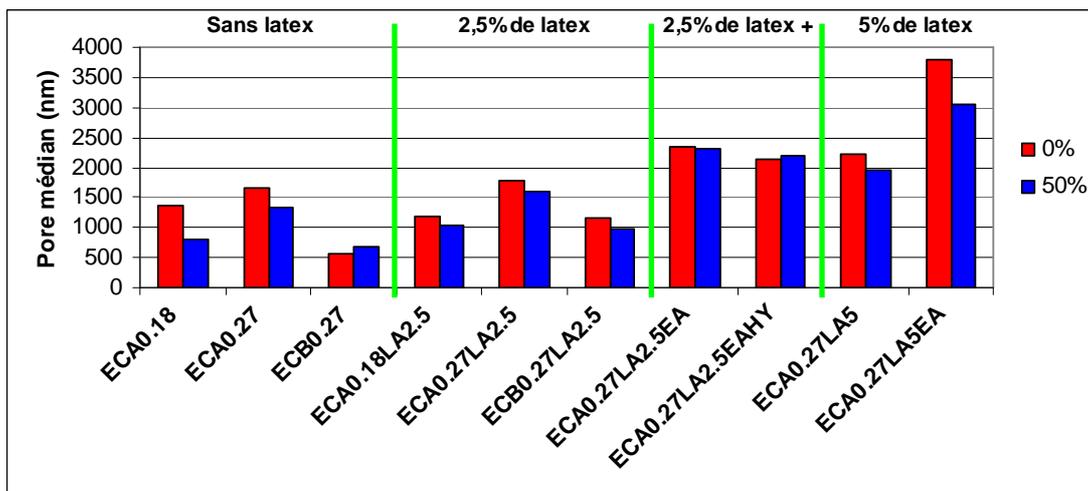


Figure 4.20 : diamètre médian des pores en fonction de la formulation des mortiers appliqués sur les briques 0 % ou 50 %

4.3.2. Porosité totale

La Figure 4.21 présente l'ensemble des diamètres des pores médians pour différentes formulations de mortier appliqué sur les briques 0 % et 50 %.

Comme pour la porosité accessible à l'eau (paragraphe 4.1.2.2), **plus le taux de latex est important, plus la porosité totale est élevée** (autour de 32 % pour ECA0.27 contre 34 % pour ECA0.27LA5).

L'ajout de EA augmente la porosité totale du mortier. L'entraînement de l'air par le latex et sa stabilisation par EA peuvent expliquer ce phénomène. **L'ajout de HY à EA augmente**

également la porosité alors qu'il diminue le diamètre médian des pores (Figure 4.18, Figure 4.20).

Par ailleurs, le taux d'EC influe sur la porosité globale. **L'augmentation du taux d'ECA engendre une augmentation de la porosité.** Par contre, la nature d'EC ne semble influencer sur la porosité totale que pour la brique 0 % et la formulation ECB0.27LA2.5.

Il paraît difficile de comparer la porosité accessible à l'eau avec la porosité mercure car deux facteurs essentiels les différencient. Tout d'abord, la porosité mercure a été réalisée sur des mortiers coulés sur briques 0 % et 50 % alors que la porosité accessible à l'eau a été effectuée sur des éprouvettes coulées dans des moules de $4 \times 4 \times 16$ cm. Ensuite, la porosité mercure permet de quantifier des pores beaucoup plus fins.

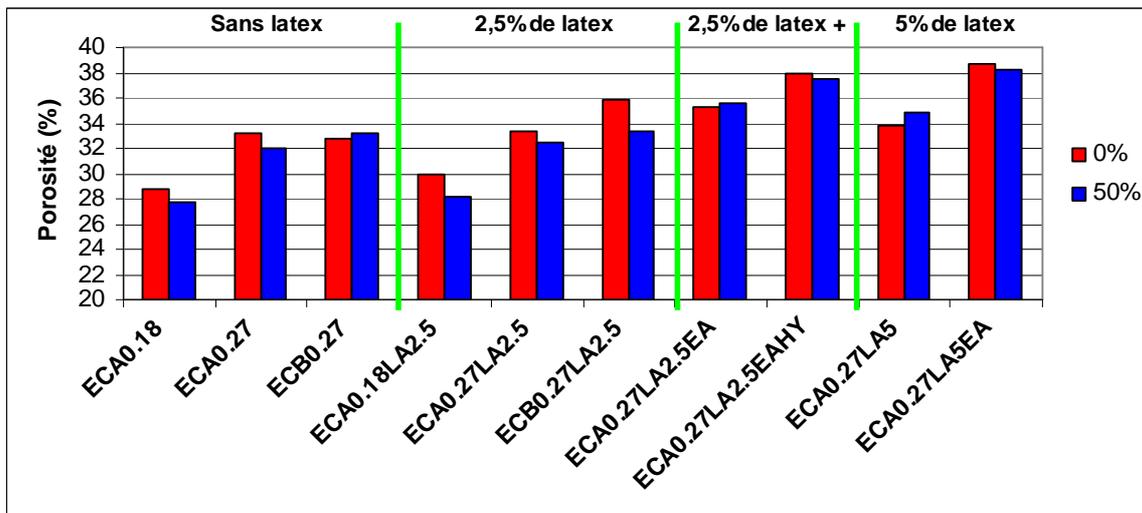


Figure 4.21 : porosité totale mesurée par intrusion de mercure en fonction de la formulation des mortiers appliqués sur les briques 0 % ou 50 %

4.4. ATG

4.4.1. Utilité du balayage de diazote

La Figure 4.22 oppose deux essais thermogravimétriques, un sans balayage de diazote et un avec balayage de diazote (chapitre 3, paragraphe 3.2.1.6.2.) pour la formulation ECA0.27LA2.5. Les courbes tracées représentent les dérivées des courbes d'ATG.

Comme on l'a énoncé dans le chapitre 3 (paragraphe 3.2.1.6.2.), vers 350 °C se situe la décomposition du latex, vers 550°C la décomposition de la portlandite et vers 750°C, la décomposition de la calcite.

Sans balayage de diazote, la décomposition du latex s'accompagne d'un dégagement de CO₂ pouvant se recombinaison avec la chaux créée par la décomposition de la portlandite. Il en résulte un gain de masse observable vers 550°C qui ne permet pas par la suite de quantifier correctement la quantité de portlandite présente dans le mortier. Dans le paragraphe 3.2.1.6.2., nous avons également vu que la teneur en calcite était surestimée du fait de la formation de calcite à 550 °C par les produits de décomposition du latex et de la portlandite. Cette formation engendre une décomposition à des températures plus basse que la calcite originelle mais difficilement dissociable de cette dernière.

Le balayage de diazote permet d'éliminer les gaz dégagés et ainsi d'éviter le gain de masse observé vers 550°C et la plus grande teneur en calcite mesurée.

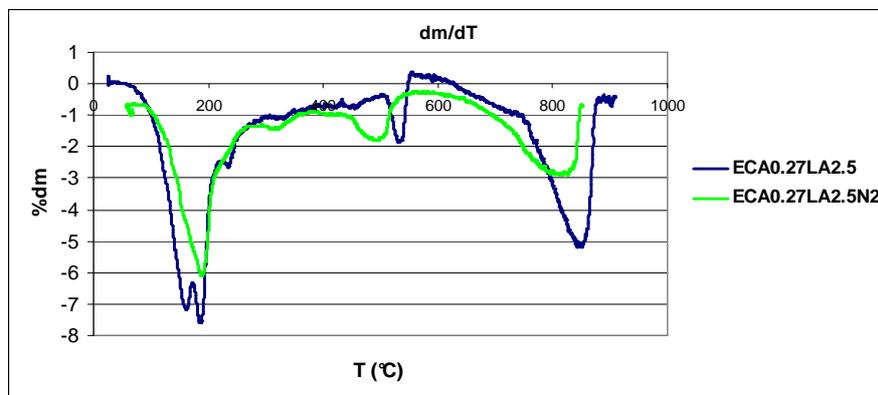


Figure 4.22 : comparaison entre la méthode ATG sans balayage de diazote et avec balayage de diazote pour la formulation ECA0.27LA2.5

La Figure 4.23 oppose deux essais thermogravimétriques, un sans balayage de diazote et un avec balayage de diazote pour une formulation contenant 5 % de latex. Avec ce taux de latex, le pic de décomposition de latex situé vers 350 °C est plus important. Les mêmes pics sont présents avec ou sans balayage.

Le balayage de diazote semble déplacer les températures de décomposition des produits vers de plus faibles températures (Figure 4.22, Figure 4.23).

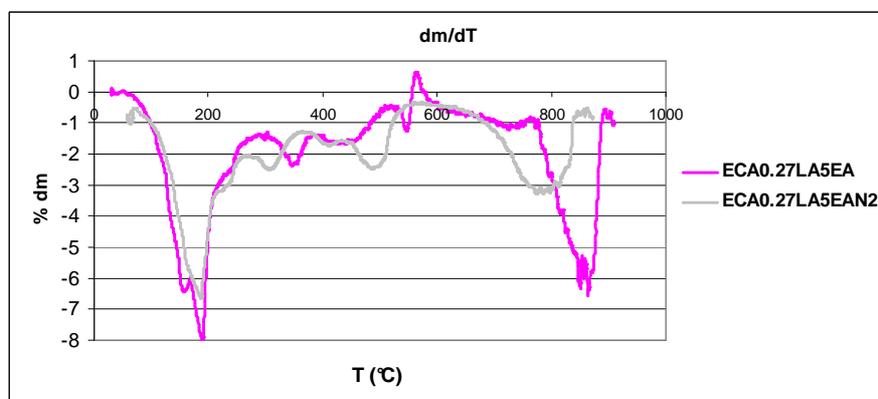


Figure 4.23 : comparaison entre la méthode ATG sans balayage de diazote et avec balayage pour la formulation ECA0.27LA5

Les résultats qui suivent proviennent tous d'essais thermogravimétriques sous balayage de diazote.

4.4.2. Résultats

4.4.2.1. ATG

La Figure 4.24 présente les courbes ATG et DTG pour les formulations ECA0.27 sans latex, avec 2,5 % et 5 % de latex. L'augmentation du taux de latex augmente la perte de masse finale. La perte de masse correspondant à décomposition de la portlandite (autour de 550 °C) semble plus importante avec l'ajout du latex. Dans le paragraphe suivant (4.4.2.2), les pertes

de masse correspondant à la décomposition de la portlandite et de la calcite sont quantifiées. On assimilera le taux d'hydratation du mortier à la quantité de portlandite mesurée.

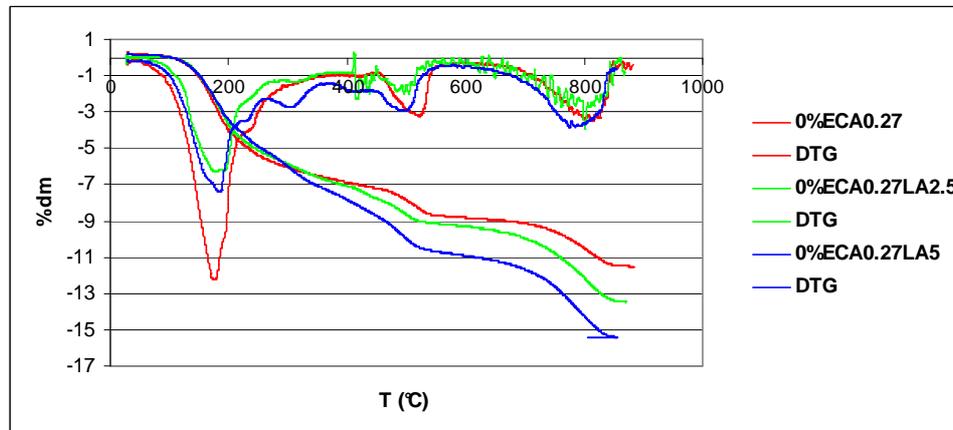


Figure 4.24 : courbes ATG et DTG pour les formulations contenant 0,27 % d'ECA sans latex, avec 2.5 % de latex et avec 5% de latex

4.4.2.2. Mortiers appliqués sur briques 0 % et 50 %

4.4.2.2.1. Influence de l'éther cellulosique

La Figure 4.25 présente les teneurs de portlandite et de calcite présentes dans différents mortiers appliqués sur la brique 0 %.

Sans latex, les teneurs en calcite sont similaires pour les deux taux d'ECA et pour les deux types d'éthers cellulosiques. **L'augmentation du taux d'EC engendre une plus forte teneur en portlandite.** La plus forte rétention en eau avec un taux d'éther cellulosique plus élevé peut expliquer la meilleure hydratation des formulations contenant plus d'EC. La nature des EC influence également le degré d'hydratation de la pâte (plus faible pour ECA que pour ECB). Nous avons vu dans le chapitre 2 (paragraphe 2.2.2.3.1.) qu'ECA ralentit plus l'hydratation qu'ECB. Ce ralentissement observé au jeune âge se retrouve dans la mesure de la teneur en portlandite à 28 jours.

Avec 2,5 % de latex, avec ou sans EA, les formulations contenant ECB ont toujours un taux de portlandite supérieur à celui mesuré avec ECA. Par contre, avec 2,5 % de latex sans EA, l'augmentation du taux d'ECA engendre une diminution de la teneur en portlandite. Cette diminution est négligeable avec la brique 50 % (Figure 4.26, ECA0.27LA2.5).

La teneur en calcite augmente lorsque le taux d'ECA augmente et diminue avec ECB. Or ECB affine le diamètre médian des pores, ce qui peut diminuer la carbonatation de nos mortiers très poreux.

Dès que l'on ajoute 5 % de latex avec ou sans EA, les mortiers contenant ECA sont plus hydratés que ceux contenant ECB. L'interaction plus forte du ciment avec le latex doit modifier les interactions respectives d'ECA et d'ECB avec la matrice cimentaire et modifier les phénomènes de retard d'hydratation induits par les deux EC. La concurrence entre le latex et les EC au niveau de la rétention en eau participe également à ce phénomène.

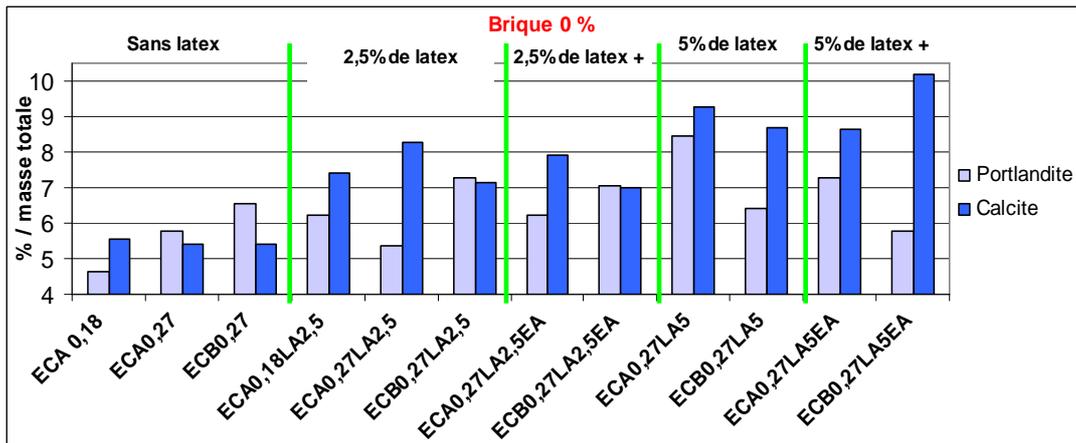


Figure 4.25 : pourcentages de portlandite et de calcite en fonction de la composition du mortier appliqué sur la brique 0 %, influence de EC

Avec la brique 50 % (Figure 4.26), les comportements observés sont globalement similaires. Sans latex, le taux de calcite augmente parallèlement avec l'augmentation du taux d'ECA.

La comparaison entre les deux degrés d'imprégnation en eau de la brique est difficile à commenter vu le peu d'écart entre les résultats de la Figure 4.27 pour deux gâchées différentes. En effet, les différences entre la brique 0 % et la brique 50 % varient d'une gâchée à l'autre.

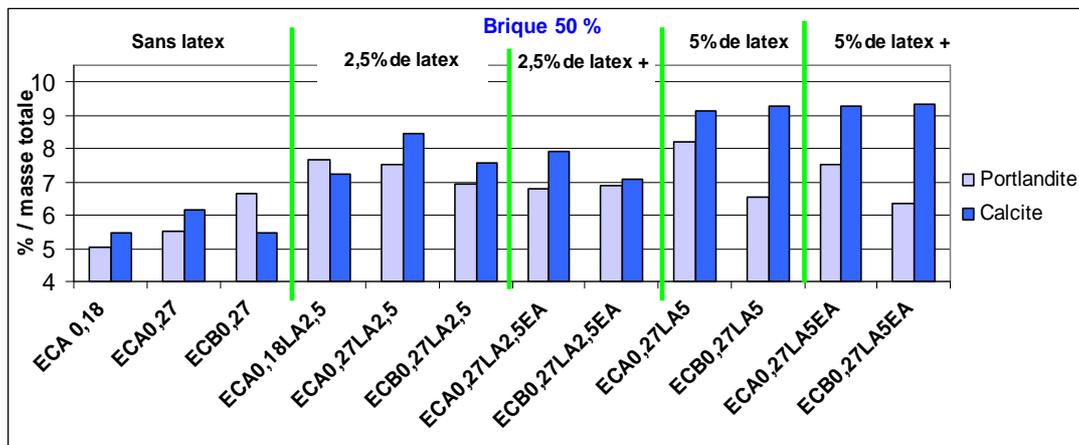


Figure 4.26 : pourcentages de portlandite et de calcite en fonction de la composition du mortier appliqué sur la brique 50 %, influence de EC

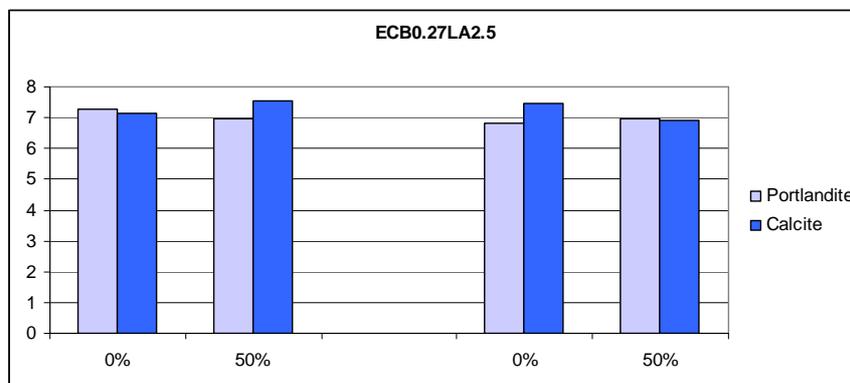


Figure 4.27: pourcentages en portlandite et en calcite pour 2 gâchées différentes du mortier ECA0.27LA2.5 appliqué sur les briques 0 % et 50 %

4.4.2.2. Influence du latex et des autres adjuvants

Globalement, la teneur en portlandite augmente avec l'ajout de latex (Figure 4.28).

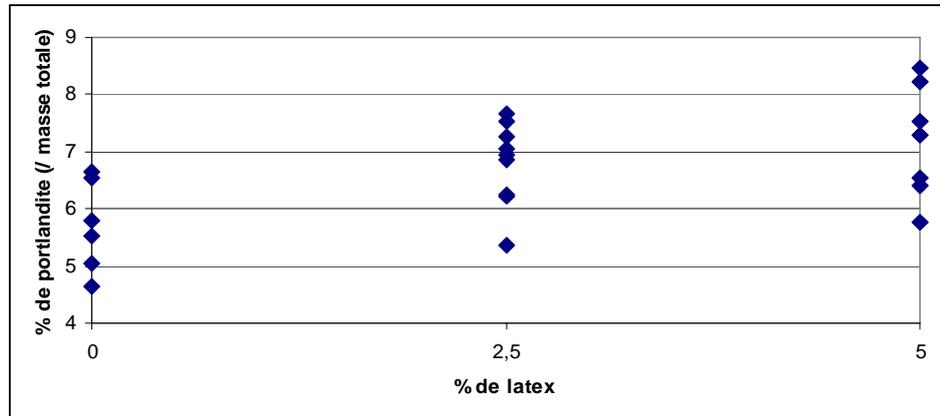


Figure 4.28 : teneur en portlandite en fonction du taux de latex pour l'ensemble des mortiers appliqués sur les briques 0 % et 50 %

La Figure 4.29 permet de voir l'influence du latex et des autres adjuvants sur différents mortiers appliqués sur la brique 0 %.

Dans le cas des formulations contenant ECA et pour les deux teneurs en ECA, le latex augmente la teneur en portlandite et en calcite.

Avec ECB, le taux de portlandite augmente lorsque 2,5 % de latex sont ajoutés puis diminue dès que l'entraîneur d'air est ajouté ou lorsque 5 % de latex sont ajoutés.

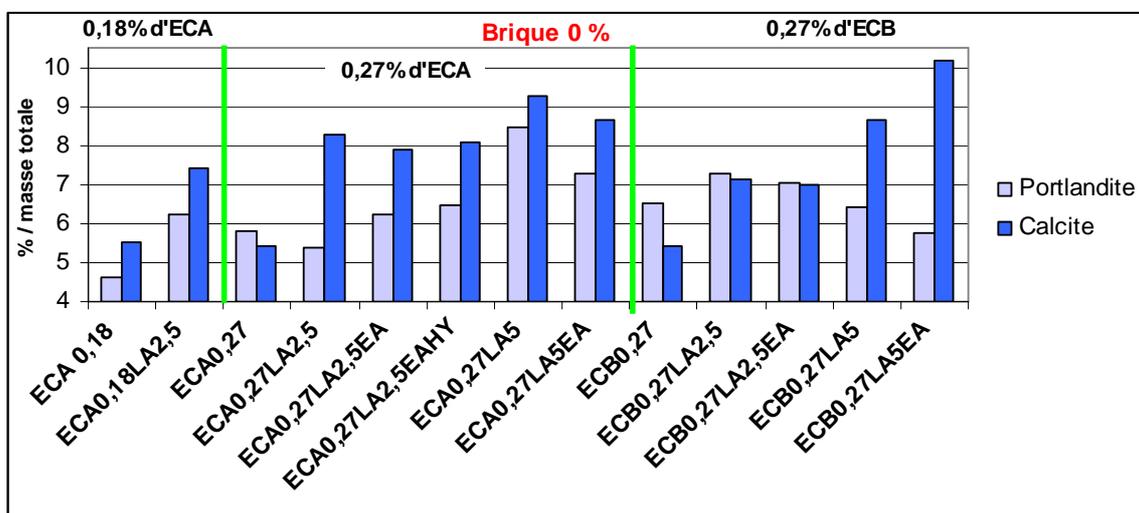


Figure 4.29 : pourcentages de portlandite et de calcite en fonction de la composition du mortier appliqué sur la brique 0 %, influence du latex

La Figure 4.30 présente les mêmes résultats que la Figure 4.29 mais pour des mortiers appliqués sur la brique 50 %.

Avec 2,5 % de latex, alors que sur la brique 0%, l'addition de EA ou HY augmente la teneur en portlandite, avec la brique 50 % ce n'est plus le cas.

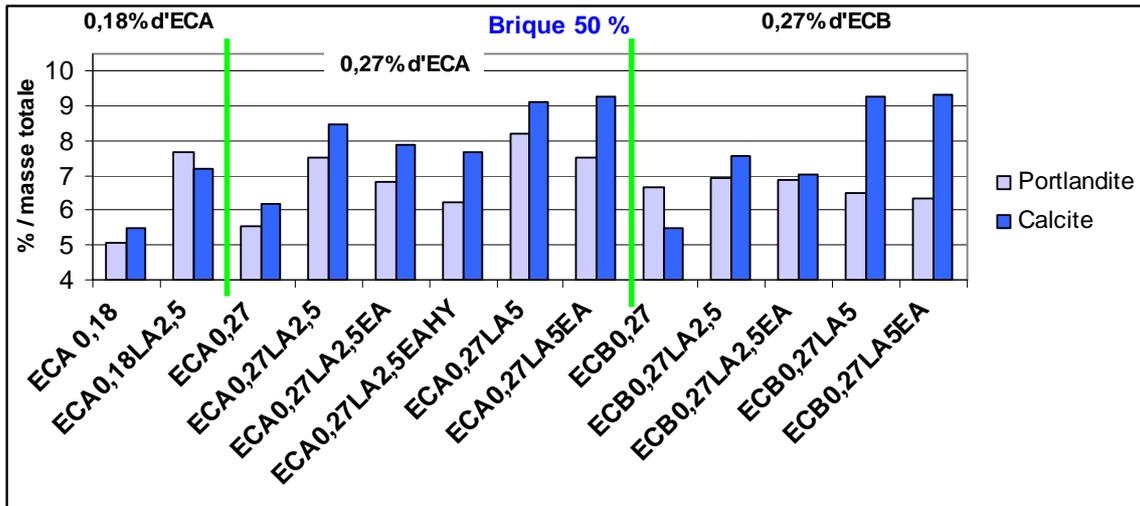


Figure 4.30 : pourcentages de portlandite et de calcite en fonction de la composition du mortier appliqué sur la brique 50 %, influence du latex

4.4.2.3. Opposition avec le diamètre médian

La Figure 4.31 oppose le taux de portlandite au diamètre médian des pores pour différents mortiers appliqués sur les briques 0 % et 50 %.

Globalement, sans latex, plus la porosité est fine, plus la teneur en portlandite est élevée. Par contre, avec du latex, cette tendance n'est pas retrouvée.

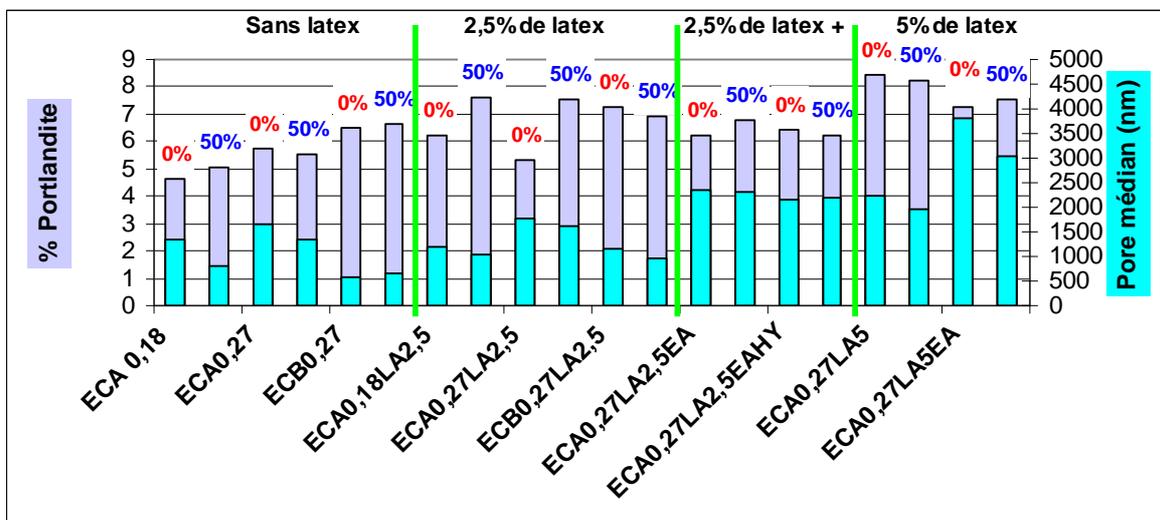


Figure 4.31 : opposition entre la quantité de Portlandite et le diamètre médian des pores pour différentes formulations et les 2 degrés d'imprégnation en eau de la brique

La Figure 4.32 oppose le diamètre médian des pores au taux de calcite pour différents mortiers appliqués sur les briques 0 % et 50 %.

L'ajout de latex augmente le diamètre médian des pores et la teneur en calcite des mortiers. Cette augmentation peut venir des réactions se produisant entre les produits de dégradation du latex lorsqu'il est dans la pâte fraîche et Ca^{2+} donnant ainsi des produits carbonatés proche de la calcite (chapitre 3). L'augmentation de la teneur en calcite peut également provenir d'une plus grande carbonatation des mortiers contenant du latex. En effet, plus le taux de latex augmente, plus la taille des pores augmente, cet effet étant accentué par

l'ajout d'EA. Le mortier subit alors une carbonatation plus importante qui peut expliquer le retrait plus important à 28 jours pour les formulations contenant plus de latex.

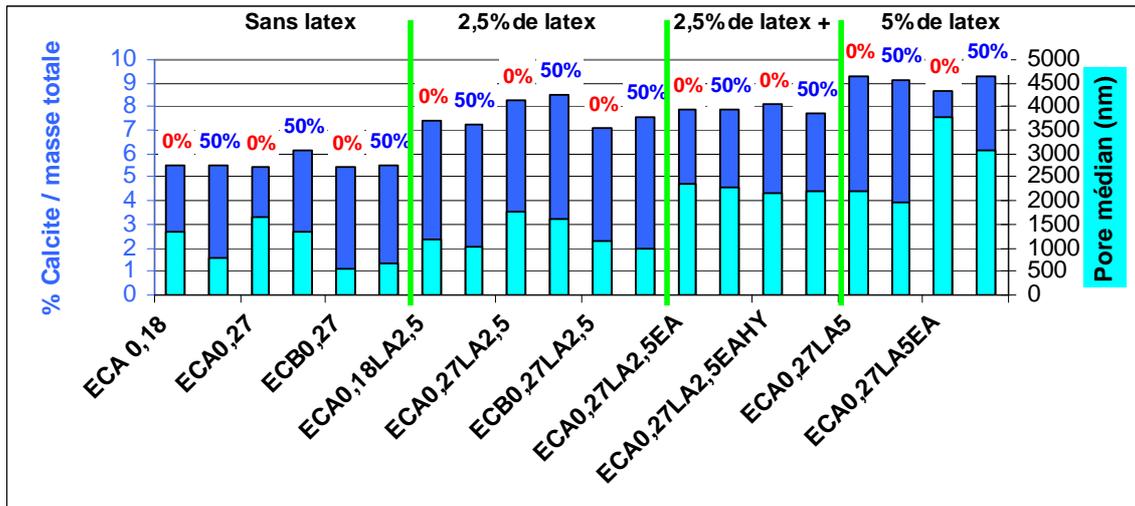


Figure 4.32: opposition entre la quantité de calcite et le diamètre médian des pores pour différentes formulations et les 2 degrés d'imprégnation en eau de la brique

4.4.2.4. Intervalles de température de décomposition de la calcite

Les intervalles de température de décomposition de la portlandite sont donnés en annexe (chapitre 6). La Figure 4.33 et la Figure 4.34 présentent les intervalles de température de décomposition de la calcite pour les formulations contenant au moins ECA et celles contenant au moins ECB, respectivement. Dans la Figure 4.33, avec l'ajout de latex, on peut observer un léger décalage vers les plus basses températures pour la décomposition de la calcite. Ce décalage ne progresse pas avec le passage de 2,5 % à 5 % de latex. Il est plus marqué lorsque le mortier a été appliquée sur la brique 50 %. Par ailleurs, avec ECB, ce décalage n'est plus observé (Figure 4.34). Avec 0,18 % d'ECA, l'ajout de 2,5 % de latex engendre le même décalage des températures qu'avec 0,27 % d'ECA. Le décalage des températures de décomposition est très limité. Or si les produits de décomposition du latex réagissent avec ceux de la portlandite pour former des phases carbonatées, ces dernières se décomposent à des températures plus basses et cela décale les températures de décomposition de la calcite (chapitre 3). On peut donc conclure que **la méthode employée semble éliminer les réactions entre les produits de décompositions du latex et de la portlandite.**

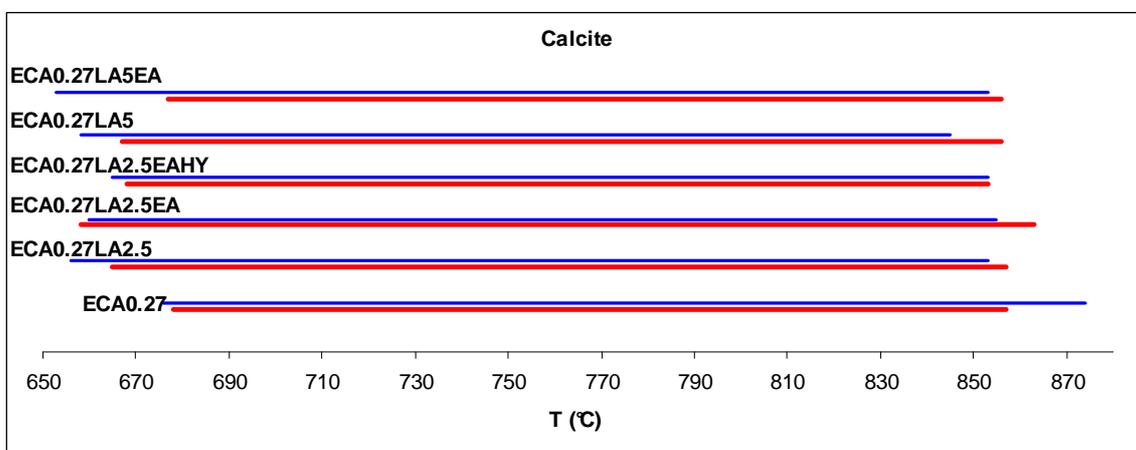


Figure 4.33 : intervalles de température de décompositions de la calcite pour les formulations contenant au moins 0,27 % d'ECA (en rouge : brique 0 %, en bleu : brique 50 %)

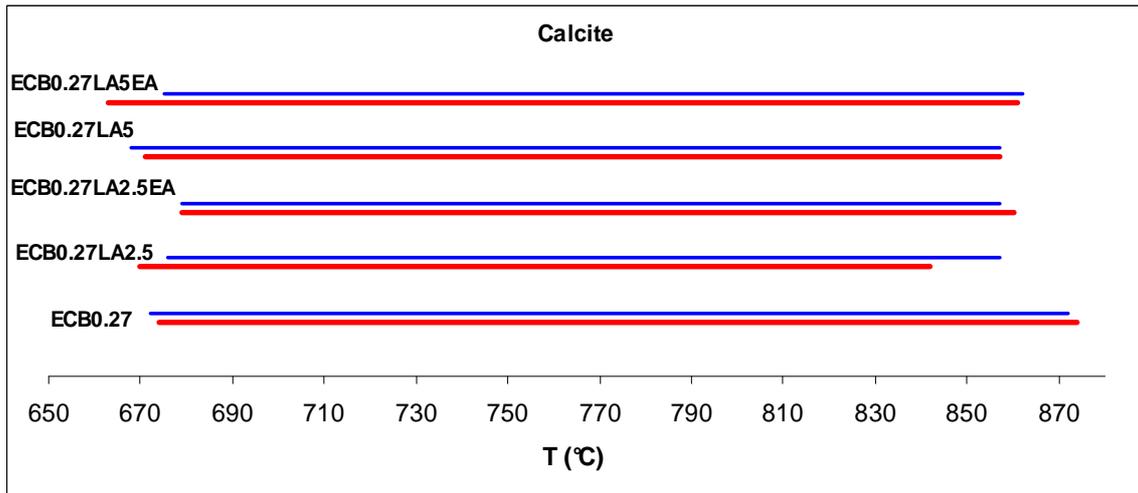


Figure 4.34 : intervalles de température de décompositions de la calcite pour les formulations contenant au moins 0,27 % d'ECB (en rouge : brique 0 %, en bleu : brique 50 %)

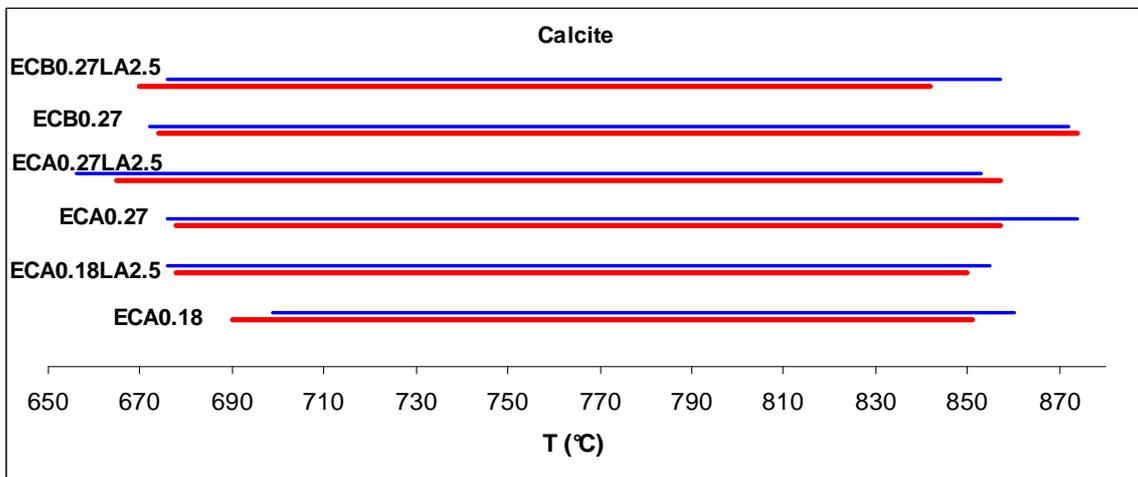


Figure 4.35 : intervalles de température de décompositions de la calcite pour les formulations contenant 0,18 % d'ECA ou 0,27 % d'EC avec ou sans latex (en rouge : brique 0 %, en bleu : brique 50 %)

4.5. Retrait

4.5.1. Retrait 0-24 heures

4.5.1.1. Retrait libre

4.5.1.1.1. Influence de la nature et du taux d'éther cellulosique

Influence de la nature de l'éther cellulosique

La Figure 4.36 présente les courbes de retrait au jeune âge pour deux mortiers contenant respectivement 0,27 % d'ECA et 0,27 % d'ECB. Cette figure souligne **l'importance de la nature des éthers cellulosiques sur le retrait au jeune âge**. Avec ECA, le retrait débute immédiatement après la mise en place du mortier alors que pour ECB, la mesure du retrait commence seulement à partir de trois heures. De plus, avec ECB, le retrait est plus faible qu'avec ECA et la courbe atteint un plateau après 12 h. ECA induit une augmentation linéaire du retrait entre 0 et 7 h, la vitesse du retrait diminuant par la suite pour arriver à un plateau au

bout de 19 h. A 23 h, le retrait libre pour ECA est égal à 0,11 mm/m, il est alors 4 fois supérieur à celui du mortier contenant ECB. Dans la suite, nous comparerons seulement ces valeurs à 23 h car elles sont représentatives de l'évolution du retrait mesuré entre 0 et 23 h. En effet plus le retrait à 23 h est élevé, plus la mesure du retrait débute tôt et plus la vitesse de démarrage du retrait est élevée. Plusieurs mécanismes peuvent expliquer cette différence de comportement entre les deux éthers cellulosiques. Tout d'abord, dans les premières heures, l'**hydratation** du ciment peut être une source d'explication. Cependant, l'étude de Pourchez [Pourchez 06a] montre que ECA ralentit plus l'hydratation de phase pure de C_3S dans une solution diluée (chapitre 2, paragraphe 2.2.2.3.1.). Cet auteur a démontré que pour ces éthers cellulosiques de type MHEC et MHPC, la proportion en groupement OCH_3 est un paramètre important dans le ralentissement de la précipitation de la portlandite. Ce résultat ne permet pas d'expliquer les retraits observés soit parce qu'il n'est pas révélateur de ce qui se passe dans le cas d'un mortier (les observations de Pourchez ayant été faites en solution diluée), soit parce qu'un autre phénomène est prépondérant. On peut en particulier avancer l'hypothèse d'une différence de **capacité de rétention en eau évaporable** entre les deux EC.

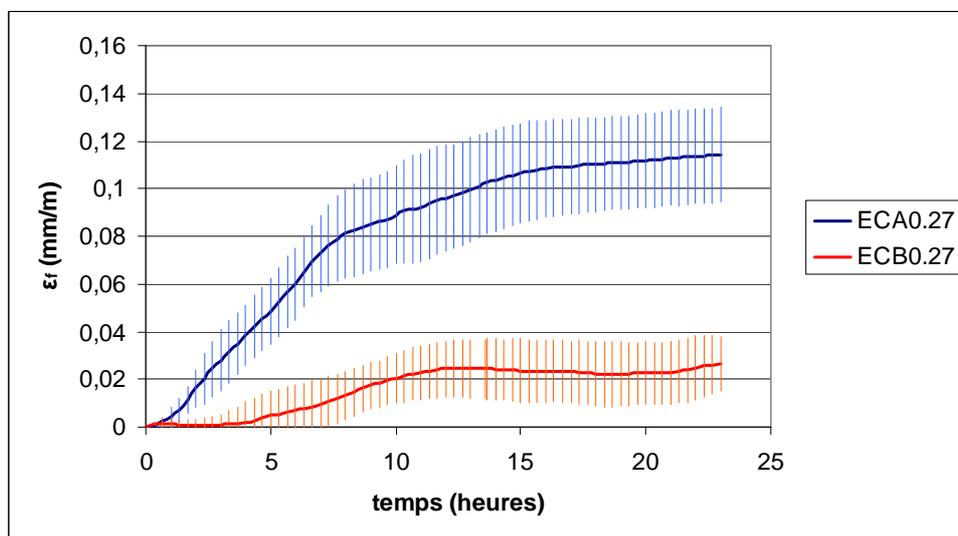


Figure 4.36 : variations dimensionnelles mesurées durant 23h pour deux mortiers contenant respectivement 0,27 % d'ECA et 0,27 % d'ECB

Influence du taux d'éther cellulosique

La Figure 4.37 montre l'influence du taux d'EC sur le retrait libre à 23h. **Pour un même taux d'EC, la nature de ce dernier modifie ϵ_f .** En effet, le retrait libre mesuré avec ECA est quatre fois supérieur à celui mesuré avec ECB. **Par ailleurs, le retrait libre augmente en même temps que le taux d'EC.** Ce comportement est significatif en ajoutant 0,27 % d'ECA au mortier par rapport à 0,18 %. La plus grande rétention en eau avec 0,27 % d'ECA ne permet pas d'expliquer ce comportement. Par contre, nous avons vu dans le paragraphe 2.1.3.2. que le mélange contenant 0,27 % d'ECA est plus consistant que le mortier contenant 0,18 % d'ECA. **La consistance du mortier joue donc un rôle dans la mesure du retrait** par la mobilité de l'eau et ainsi sa capacité à hydrater les particules anhydres de ciment.

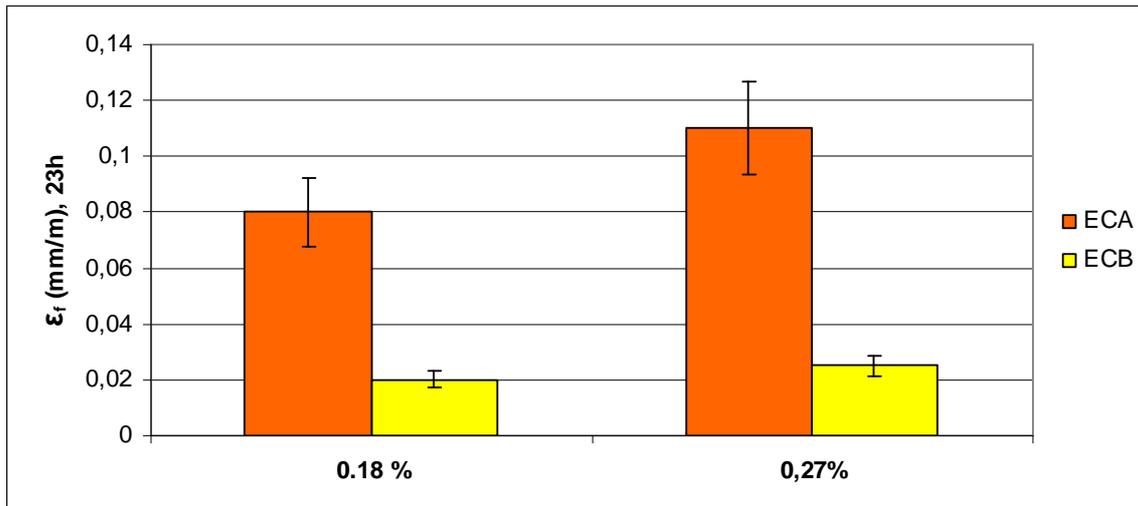


Figure 4.37 : retrait libre à 23h pour différents mortiers contenant ECA et ECB

4.5.1.1.2. Influence du latex

La Figure 4.38 présente le retrait libre à 23 heures de mortiers contenant 0,18% et 0,27 % d'ECA ou d'ECB avec ou sans latex. L'ajout de latex influe davantage sur le retrait libre avec 0,27 % d'EC qu'avec 0,18%. **L'ajout de latex augmente le retrait libre**, ce qui confirme les mesures effectuées par Capener [Capener 04]. Par contre, cela infirme les mesures réalisées par Messan [Messan 06] avec un taux de 0,27% d'un autre type de MHPC et 10 % de latex. Nous avons vu que l'ajout du latex peut engendrer la formation d'un film de latex et la formation d'une comatrice avec le ciment. Dans l'étude de Messan, le taux de latex est au moins deux fois supérieur à celui utilisé dans cette étude. Ce taux plus élevé favorise la formation d'un film plus dense et continu améliorant les liaisons entre les phases anhydres et le latex susceptibles de modifier les cinétiques d'hydratation, d'évaporation et par conséquent de retrait. De plus, le MHPC n'est pas identique au notre, ce qui peut induire des différences dans les mouvements d'eau.

Par ailleurs, comme pour les mortiers contenant seulement un EC, les formulations contenant ECB ont un retrait moins important que les formulations contenant seulement ECA.

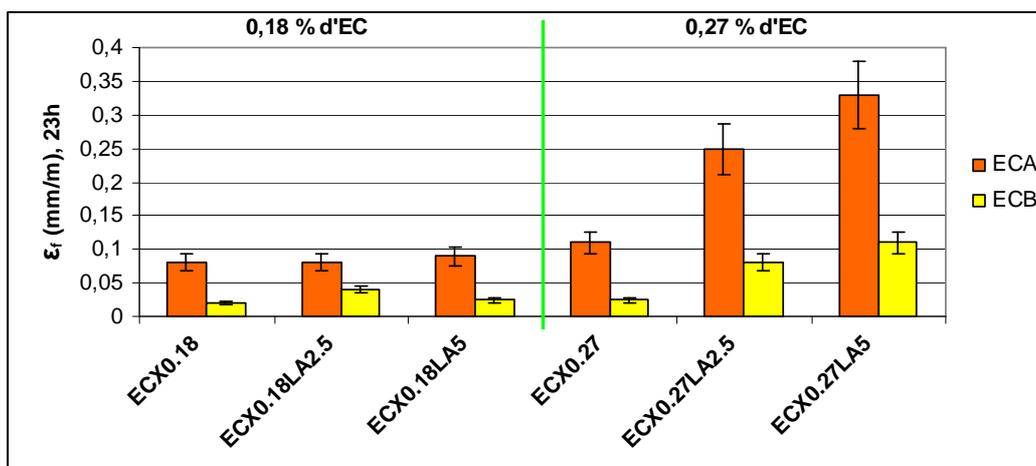


Figure 4.38 : retrait libre à 23h pour différents mortiers contenant ECA ou ECB

4.5.1.1.3. Influence de l'entraîneur d'air

La Figure 4.39 présente l'influence de l'ajout d'EA pour différentes formulations. **L'action d'EA dépend du taux de latex et du type d'EC utilisé.** En effet, avec 0,27 % d'ECB, l'ajout d'EA diminue le retrait alors qu'avec 0,27 % d'ECA, ce n'est pas toujours le cas. Avec 0,27% d'ECA et 2,5 % de latex, l'EA augmente le retrait alors qu'avec 5 % de latex, c'est le comportement opposé. Il y a concurrence entre évaporation, pression capillaire et temps de prise ce qui modifie les valeurs de retrait [Kronlöf 95].

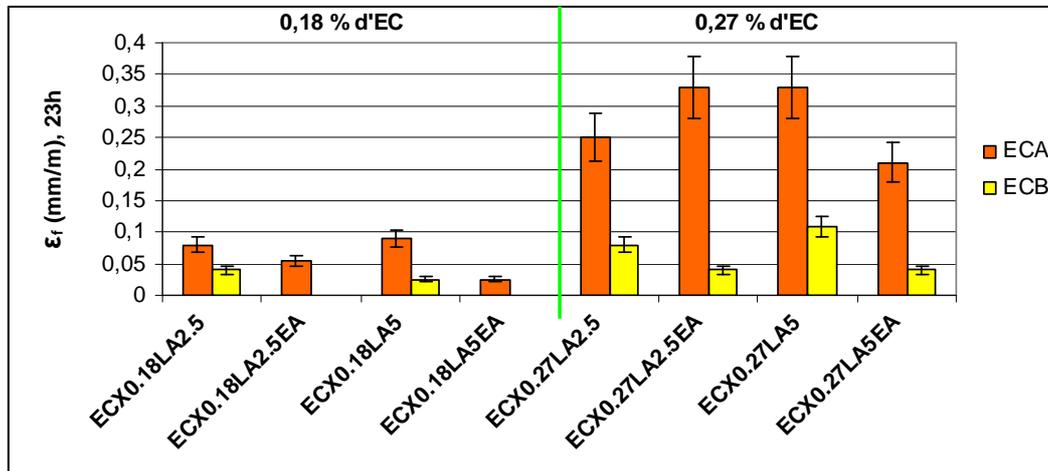


Figure 4.39 : retrait libre à 23h pour différents mortiers contenant ECA ou ECB avec ou sans EA

4.5.1.1.4. Influence de l'agent hydrofuge

La Figure 4.40 montre l'influence de HY sur différents mortiers avec ou sans EA. **L'ajout de HY modifie également le retrait des mortiers mais cet effet semble être lié à la présence d'EA.** En effet, si HY est utilisé en combinaison avec EA, le retrait diminue alors que si le mortier ne contient pas d'EA, celui-ci a tendance à augmenter et ceci quel que soit le taux de latex.

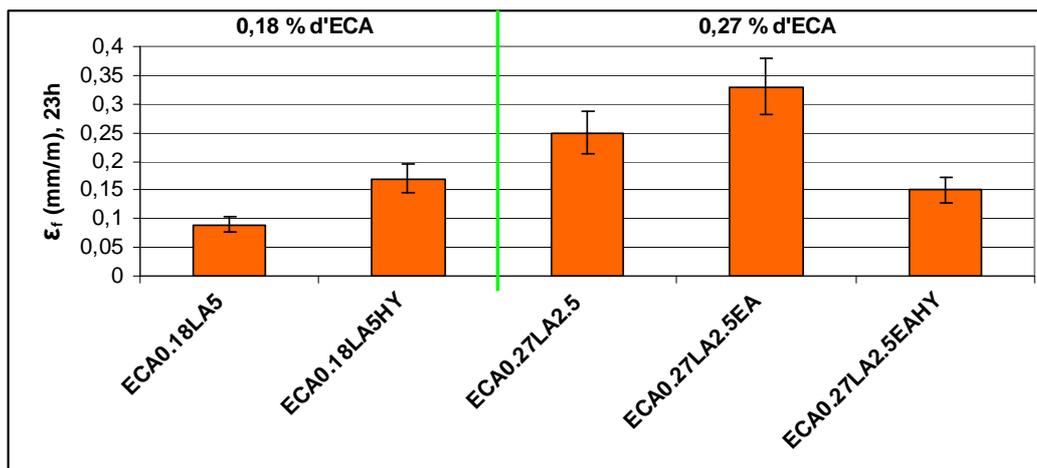


Figure 4.40 : retrait libre à 23h pour différents mortiers contenant ECA ou ECB avec ou sans HY

4.5.1.1.5. Perte de masse

La Figure 4.41 oppose la perte de masse et le retrait libre à 23h pour des mortiers d'une consistance similaire (contenant au moins 0,27 % d'ECA) ; le mortier s'épaississant légèrement avec l'ajout de 5 % de latex. **Plus l'évaporation est forte, plus le retrait mesuré est important.** La capacité de rétention en eau par rapport à l'évaporation diminue avec l'ajout de latex en empêchant l'eau de réagir avec le ciment. Ainsi, dès que l'on ajoute du latex, la quantité d'eau évaporée est plus importante, mais elle diminue de nouveau avec 5 % de latex. Le taux de 5 % favorise une formation plus importante du film de latex, diminuant ainsi l'évaporation.

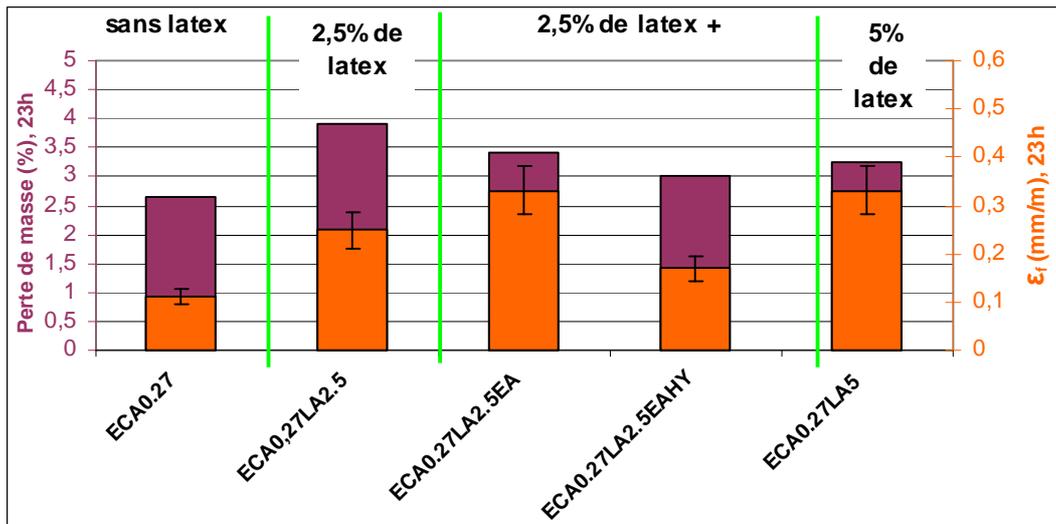


Figure 4.41 : perte de masse et retrait libre à 23h pour différentes formulations de mortier contenant au moins 0,27 % d'ECA

La Figure 4.42 compare la perte de masse de différents mortiers entre 0 et 23h. Si on compare la formulation ECB0.27LA2.5 et la formulation ECA0.27LA2.5, **on constate que pour une même consistance, le retrait est d'autant plus fort que la perte en eau par évaporation est importante.** La capacité rétentrice par rapport à l'évaporation n'est pas la même entre ECA et ECB, celle d'ECB étant plus importante. La rétention d'eau est d'autant plus importante que la quantité d'EC est grande. Ceci peut être mis en évidence en comparant les formulations similaires avec les deux teneurs en ECA, 0,18 % et 0,27 %. Ohama [Ohama 84] explique qu'avec l'ajout d'éther cellulosique, il se produit une plus forte contraction de la phase aqueuse. Ainsi, lorsque la quantité d'éther cellulosique augmente, la contraction augmente. Lorsqu'on compare les formulations n'ayant pas la même teneur en EC, le retrait des mortiers contenant 0,18% d'EC est plus faible que celui contenant 0,27% d'EC et ce, malgré une plus forte évaporation d'eau. Or le mortier contenant 0,27 % d'EC a une consistance plus visqueuse que le mortier contenant 0,18 % d'EC (chapitre 3). La consistance du mortier semble alors jouer dans le phénomène de retrait.

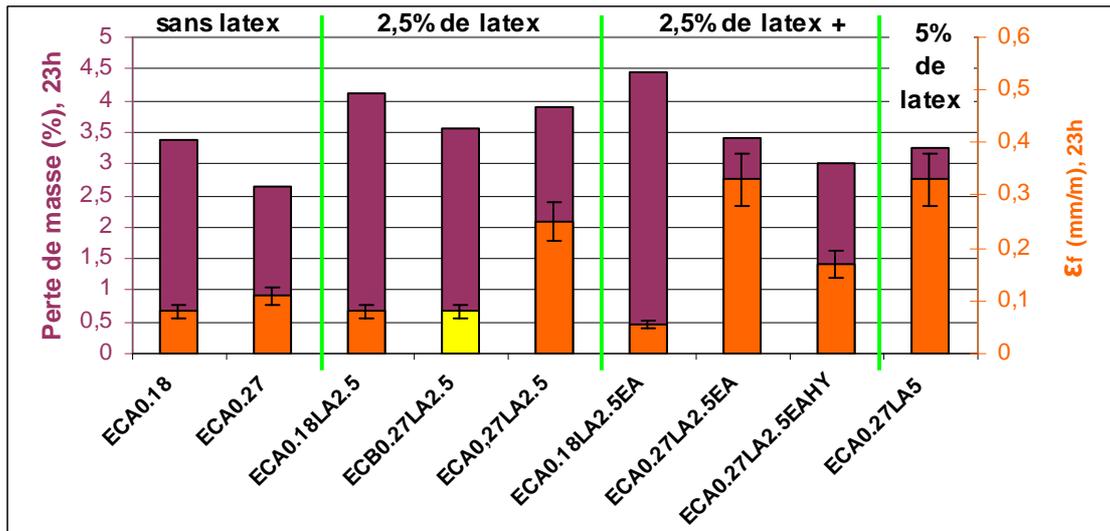


Figure 4.42 : perte de masse et retrait libre à 23h pour différentes formulations de mortier (en orange ECA et en jaune ECB)

La Figure 4.43 montre la relation entre le retrait libre et la perte de masse mesurés à 23 heures. Elle montre bien l'influence de la consistance du mélange et du type d'EC utilisé. Avec 0,27 % d'ECA, plus la perte de masse est importante, plus le retrait est grand. L'évaporation semble gouverner le retrait. Avec 0,18 % d'ECA, ce n'est plus le cas.

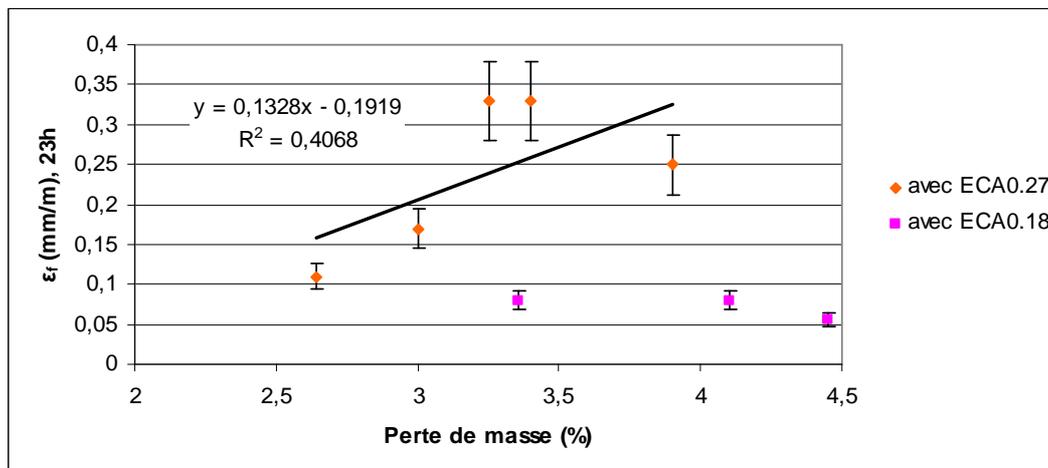


Figure 4.43 : relation entre retrait libre et perte de masse à 23h

4.5.1.1.6. Temps de prise

La Figure 4.44 associe le temps de prise au retrait libre à 23 h. Les mesures de temps de prise ont été réalisées à l'aide de l'essai à l'aiguille de VICAT (chapitre 6). **On peut voir que l'ajout d'une plus forte teneur en ECA diminue la quantité d'eau évaporée et augmente légèrement le temps de prise.**

Lorsque 5 % de latex sont ajoutés, le temps de prise croît de 15 % environ, il passe par exemple pour les formulations contenant 0,27 % d'ECA de 9,5 h à 11 h avec l'ajout de 5% de latex. Cette augmentation peut être liée à un retard d'hydratation provoqué par **les formations d'une comatrice ciment-latex et du film de latex au front d'évaporation du mortier.** Pourtant l'évaporation est plus élevée avec l'ajout du latex (ECA0.27 et ECA0.27LA5 de la Figure 4.42). On peut penser que c'est l'enrobage des grains de ciment qui a un rôle prépondérant (pour les quantités de latex étudiées). Le rôle des frottements intergranulaires et

de l'effet « roulement à billes » évoqués respectivement par Messan [Messan 06] et Ohama [Ohama 98] concourent aussi à expliquer l'augmentation du retrait au jeune âge (chapitre 2).

Les formulations ECA0.27LA2.5 et ECA0.27LA5 montrent bien la concurrence entre l'évaporation et la formation du film de latex. L'évaporation est plus forte pour la première formulation mais le retrait est plus faible. **Le temps de prise apparaît comme révélateur de la formation du film. La mesure du retrait est d'ailleurs assez bien corrélée au temps de prise** (Figure 4.42).

Par ailleurs, l'ajout d'EA à ECA0.27LA2.5 amène le retrait au niveau de celui de ECA0.27LA5, l'évaporation étant alors la même. Dans ce cas, les pressions capillaires semblent être prépondérantes (Figure 4.42).

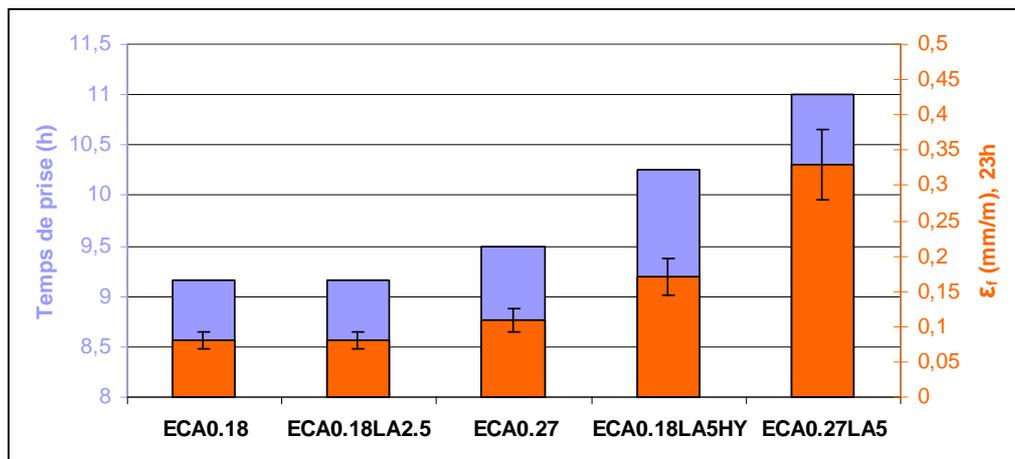


Figure 4.44 : temps de prise et retrait libre de différentes formulations de mortier

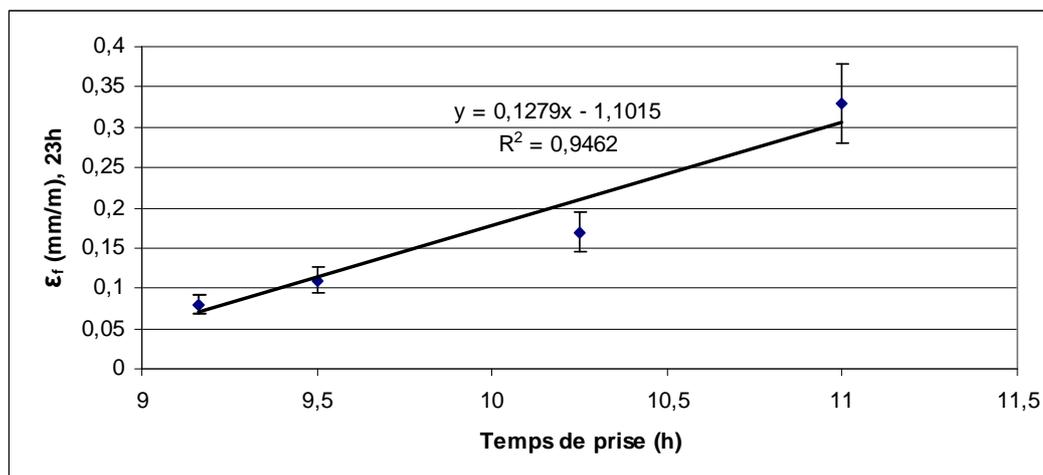


Figure 4.45 : corrélation entre le retrait libre et le temps de prise

La consistance, l'évaporation, les pressions capillaires et la capacité de formation du film de latex sont donc les facteurs influant sur le retrait libre au jeune âge.

4.5.1.2. Retrait sur brique, comparaison avec le retrait libre

Toutes les observations faites jusqu'à présent ont concerné le retrait d'une couche de mortier dans un moule en PTFE (Téflon). Nous allons maintenant regarder l'évolution du retrait au jeune âge lorsque les différents mortiers sont appliqués sur une brique sèche (brique 0%) et

sur une brique imprégnée en eau à 50 % de la saturation. La Figure 4.46 reprend les résultats de retrait libre pour les formulations contenant au moins 0,27 % d'ECA. La Figure 4.47 et la Figure 4.48 regroupent des exemples de résultats obtenus (ε_{na} et ε_a) sur briques 0 % et 50 % (paragraphe 3.2.2.1.1.). L'ensemble des résultats est donné dans le chapitre 6.

4.5.1.2.1. Influence globale du support, briques 0 % et 50 %

Cas non adhérent :

De manière générale, sur support absorbant, les vitesses de retrait sont plus faibles jusqu'à 6 h que celles observées pour le retrait libre (Figure 4.46). Le retrait non adhérent débute plus tard. Ce comportement est plus marqué avec la brique 0 % (Figure 4.47) qu'avec la brique 50 % (Figure 4.48). La succion de la brique 50 % est sensée être plus faible que celle de la brique 0 %. Le comportement de la couche de mortier appliquée sur la brique 50 % est alors plus proche d'un support non absorbant que celui d'un mortier appliqué sur la brique 0 %. Ce résultat peut provenir de la différence de contact du mortier avec le Téflon ou l'écran interposé.

Cas adhérent :

Le retrait se déroule avec une vitesse plus faible pour les deux types de briques et commence seulement vers 8 h pour la brique 50% (Figure 4.48). Ce retard est moins perceptible sur la brique 0% (Figure 4.47). **Le retrait adhérent est 4 à 5 fois plus faible que le retrait non adhérent** puisque les variations dimensionnelles du mortier sont empêchées par le contact avec le support.

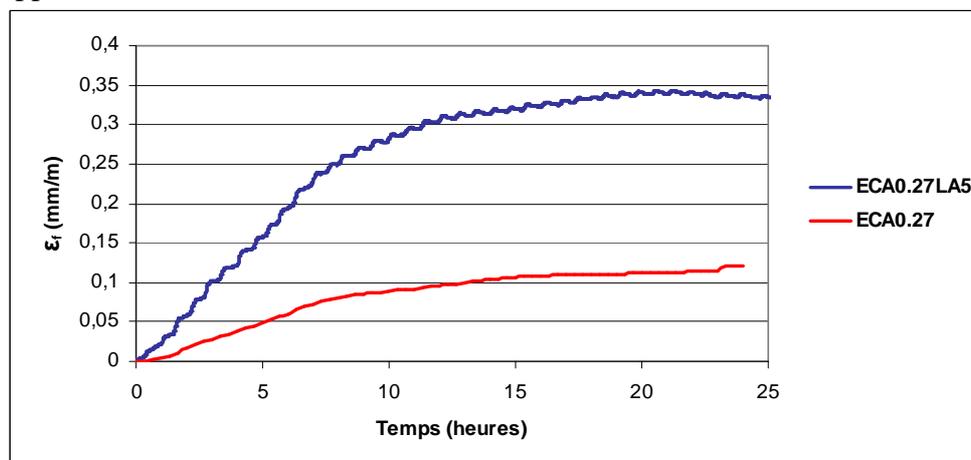


Figure 4.46 : retrait libre au jeune âge

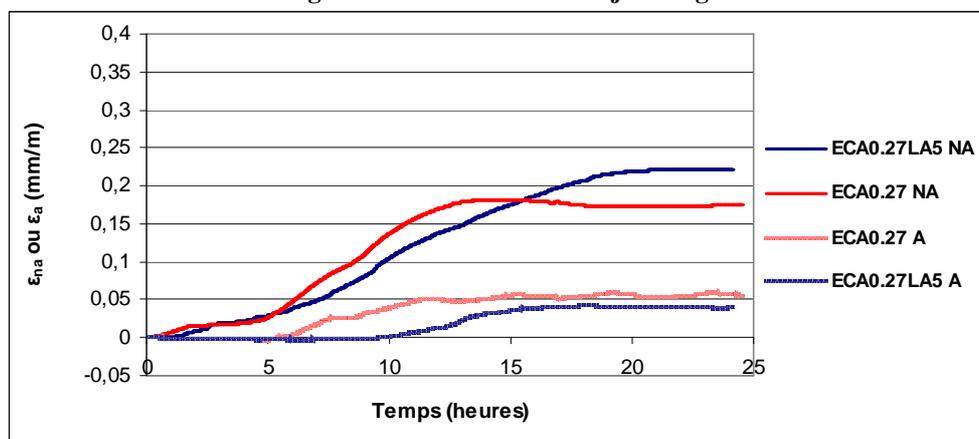


Figure 4.47 : retrait non adhérent (NA) et adhérent (A) sur brique 0 %

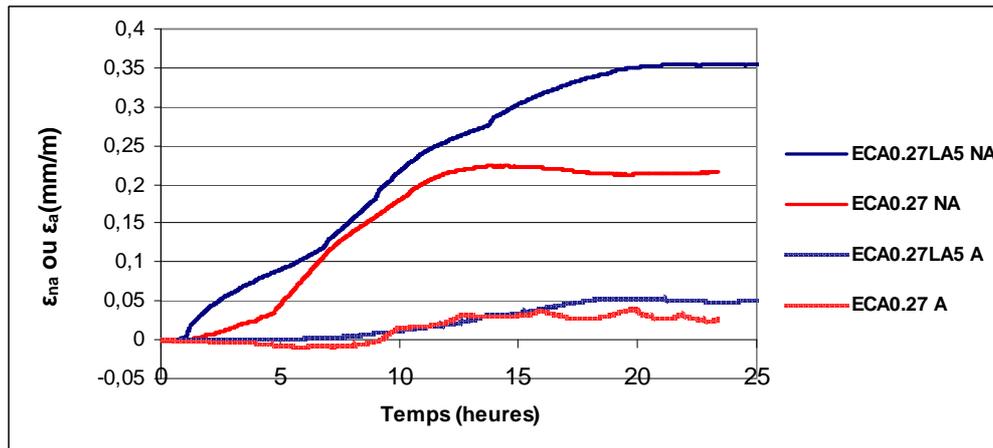


Figure 4.48 : retrait non adhérent (NA) et adhérent (A) sur brique 50 %

4.5.1.2.2. Influence du support et de la formulation

Cas non adhérent

La Figure 4.49 compare les valeurs du retrait libre et des retraits non adhérents à 23h sur briques 0 % et 50 %. **Cette figure montre qu'il n'y a pas une grande différence entre le retrait libre et les retraits non adhérents sur briques 0 % et 50 %.**

Sans latex ou avec 2,5 % de latex, le retrait non adhérent est supérieur au retrait libre, ce n'est plus le cas lorsqu'on ajoute 5 % de latex. Avec ce taux, le retrait non adhérent sur brique 0 % est nettement inférieur aux deux autres. Ce résultat peut être expliqué à l'aide de la Figure 4.50. Cette figure compare l'évaporation subie par des mortiers appliqués sur des supports plus ou moins absorbants et les retraits non adhérent et libre. On peut noter que pour la formulation ECA0.27LA5, la quantité d'eau évaporée lorsque le mortier est appliqué sur la brique 50 % est supérieure à l'évaporation subie par le mortier appliqué sur le support non absorbant (cas « libre ») et inférieure à celle subie par le mortier coulé sur la brique 0 % alors que le retrait non adhérent sur la brique 50 % est similaire à celui du support non absorbant. La succion du support joue un rôle dans la variation dimensionnelle de la couche de mortier. Pour cette formulation, la succion est moins importante pour la brique 50 % par rapport à la brique 0 % mais pourtant le retrait est plus fort sur la brique 50 %.

De plus, on peut voir un comportement similaire en ajoutant 5 % de latex au mortier ECA0.27 pour le support non absorbant et la brique 50 %. L'évaporation et le retrait augmentent en même temps. Ce n'est pas le cas lorsque ces deux mortiers sont coulés sur la brique 0 %, le retrait et l'évaporation sont alors similaires avec l'ajout de 5 % de latex. Nous avons évoqué dans le chapitre 3 (paragraphe 3.1.3.2.) que la consistance du mortier était modifiée par l'ajout de 5 % de latex. Il en résulte un contact différent entre la couche de mortier et le support par l'intermédiaire de l'écran. Cette capacité à établir un bon contact fait intervenir la notion de mouillabilité. La mouillabilité d'un mortier appliqué sur la brique 0 % diffère de celle d'un mortier appliquée sur la brique 50 % ou sur un support en Téflon, ce qui peut modifier les valeurs de retrait au jeune âge. En effet l'angle de contact du mortier frais par rapport au support est modifié par la rugosité, la porosité et l'imprégnation en eau du support.

Par ailleurs, les analyses EDS ont permis de voir une plus faible quantité de carbone au niveau de l'interface côté brique 50 % par rapport à la brique 0 % pour la formulation ECA0.27LA5. La formation du film de latex produit par la coalescence des particules de latex par succion de la brique apparaît une nouvelle fois comme déterminante dans la valeur du retrait au jeune âge.

La formulation ECA0.27LA2.5EA apparaît singulière. En effet, le retrait libre est 2 fois plus fort que les retraits non adhérents alors que pour le retrait libre, la succion du support n'intervient pas. EA peut modifier l'évaporation, les tensions superficielles et la mouillabilité du mortier. EA modifie aussi la nature du film de latex comme on l'a observé avec la Figure 4.17. Sur support non absorbant, l'évaporation de la formulation ECA0.27LA2.5EA est identique à celle de ECA0.27LA5, le retrait étant le même. Par contre, sur les supports absorbants, sur les briques 0 % et 50 %, les retraits des mortiers de ECA0.27LA2.5EA sont inférieurs à ceux de ECA0.27LA5 (Figure 4.42). L'évaporation ne semble donc pas être le facteur influent dans le comportement de ECA0.27LA2.5EA.

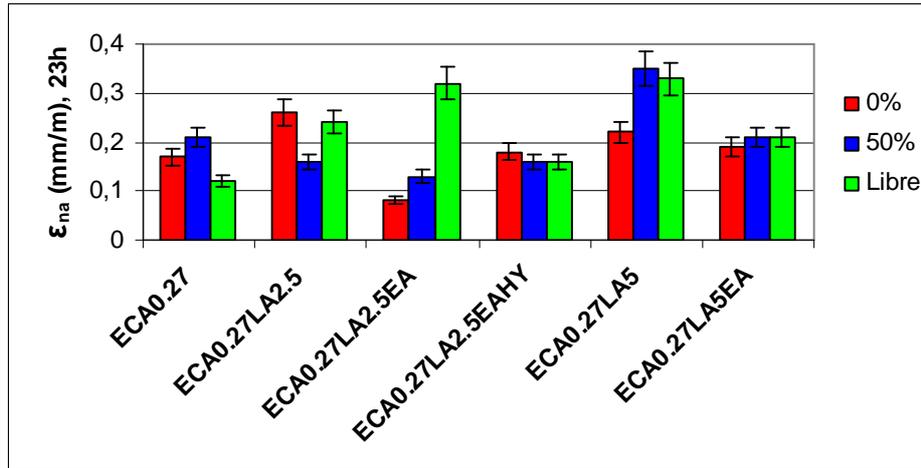


Figure 4.49 : retrait non adhérent à 23h pour des mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA appliqués sur différents supports, PTFE, briques 0 % et 50 %

Dans le cas des briques 0 %, le départ d'eau est possible par les deux faces de la couche de mortier. Avec la brique 50 %, l'échange entre la face en contact avec la brique et l'atmosphère est freinée par l'imprégnation en eau de la brique. Il en résulte une évaporation plus élevée sur la brique 0 % que sur la brique 50 %. L'évaporation est également plus grande sur les briques que sur le support non absorbant. La Figure 4.50 confirme ces remarques.

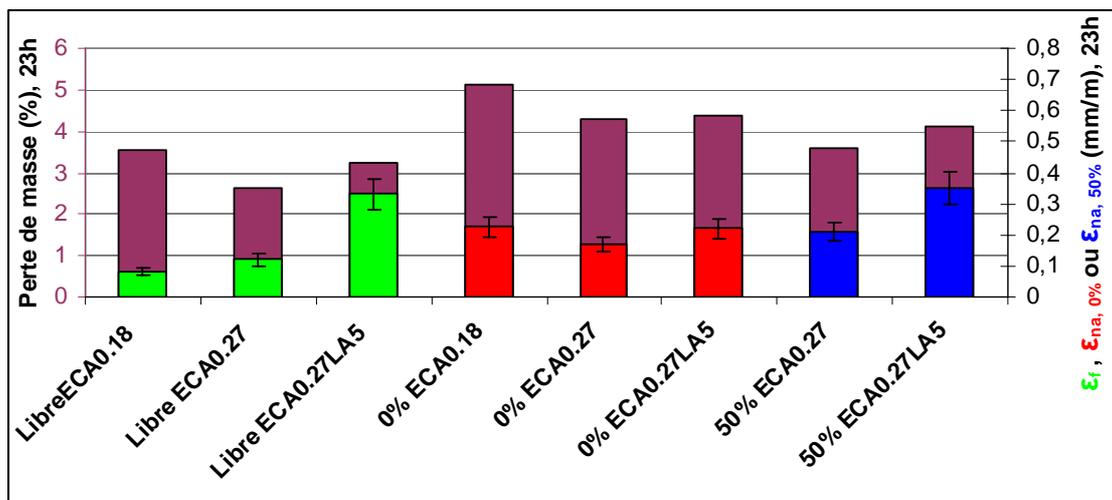


Figure 4.50 : perte de masse et retraits libres, adhérents et non adhérents (pour briques 0 et 50 %), à 23h

Cas adhérent

La Figure 4.51 présente les résultats de retrait adhérent à 23h sur briques 0 % et 50 % pour différentes formulations contenant au moins 0,27 % d'ECA. Globalement, le retrait adhérent est 4 fois inférieur au retrait non adhérent. Pour la formulation la plus simple ECA0.27, le retrait est plus fort sur la brique 0 % que sur la brique 50 %. Par contre dès qu'on ajoute du latex, ce comportement peut s'inverser selon le taux de latex, et l'association ou non de l'agent entraîneur d'air ou de l'agent hydrofuge. Comme précédemment, plusieurs phénomènes peuvent entrer en jeu :

- l'évaporation et la succion des supports,
- l'établissement des liaisons entre le mortier et la brique (mouillabilité),
- la consistance,
- la formation du film du latex.

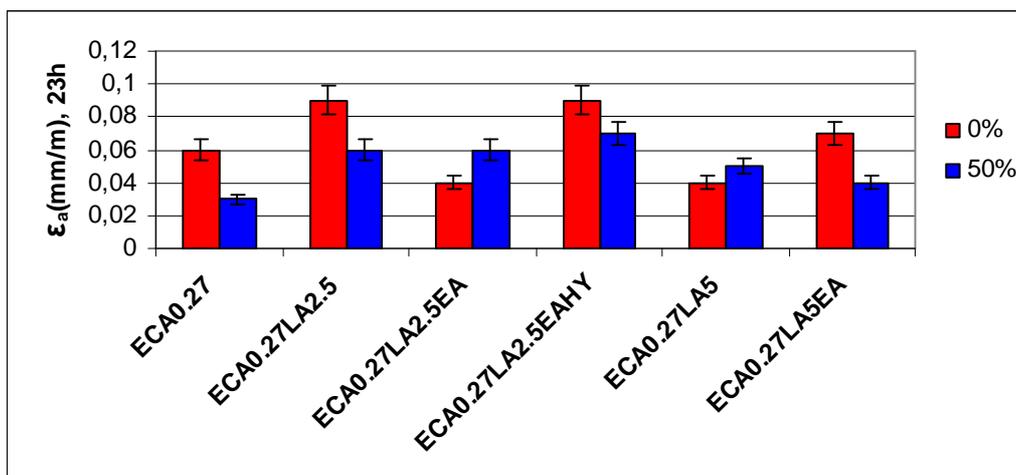


Figure 4.51 : retrait adhérent à 23h pour différents mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA appliqués sur briques 0 % et 50 %

4.5.1.2.3. Influence du type d'éther cellulosique et de sa proportion dans le mortier

Cas non adhérent

La Figure 4.52 compare le retrait libre et le retrait non adhérent sur brique 0 % pour les formulations contenant au plus 2,5 % de latex et l'entraîneur d'air. La formulation ECA0.27LA2.5EA apparaît toujours singulière au niveau du retrait libre. Cependant, avec 2,5 % de latex, pour les deux types d'éther cellulosique et pour deux teneurs différentes en ECA, la figure confirme que le retrait à 23h est supérieur lorsqu'il y a succion de la brique. Dans le cas de faible teneur en latex, la formation du film de latex ne doit pas se faire de manière continue. La succion favorise l'absorption des particules de latex au niveau de l'interface et leur coalescence ce qui, comme nous l'avons évoqué, favorise le retrait par la diminution des frottements intergranulaires et l'effet « roulement à billes ».

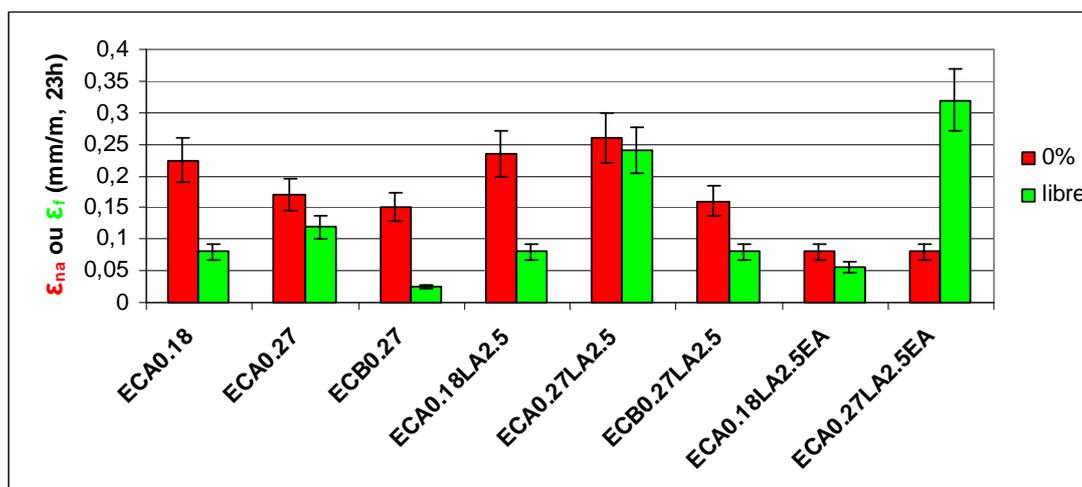


Figure 4.52 : retrait libre et retrait non adhérent sur brique 0% pour différents mortiers

La Figure 4.53 oppose les retraits non adhérent sur brique 0 % à 23 h des formulations contenant 0,18 %, 0,27 % d'ECA et 0,27 % d'ECB. **Lorsqu'il n'y a pas de latex, le retrait peut s'expliquer comme nous l'avons vu par la différence d'évaporation et de rétention d'eau.** Avec 0,18 % d'ECA, le retrait est donc plus important qu'avec 0,27 % d'ECA ou d'ECB. Dès lors que le latex est ajouté, ce comportement s'inverse. **La consistance joue alors un rôle important dans la coalescence des particules de latex et donc dans la valeur de retrait.** Par ailleurs, EA perturbe plus le retrait avec 2,5 % de latex que ce soit avec 0,18 % ou 0,27 % d'ECA.

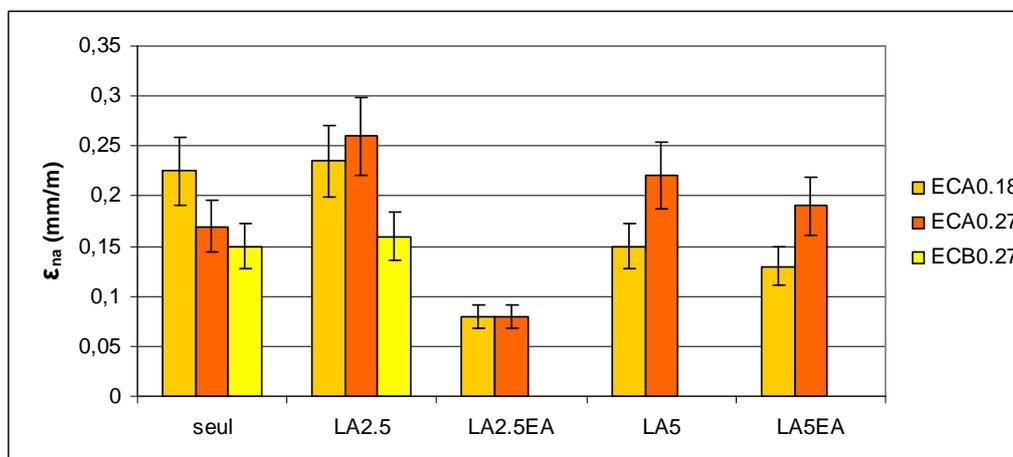


Figure 4.53 : retrait non adhérent sur brique 0 %, comparaison des taux et du type d'éther cellulosique

Cas adhérent

La création de l'adhérence entre le mortier et la brique modifie les différences de retrait entre les formulations (Figure 4.54). De plus, dans le cas non adhérent, la succion est également modifiée avec la disparition de l'écran. A part les formulations contenant 2,5% de latex et 5 % de latex avec EA, les valeurs de retrait adhérent sont sensiblement les mêmes au vu de l'échelle de la Figure 4.54.

Lorsque la consistance est plus importante, EA a une influence significative sur le retrait adhérent (ECA0.18LA5EA étant plus fluide qu' ECA0.27LA5EA).

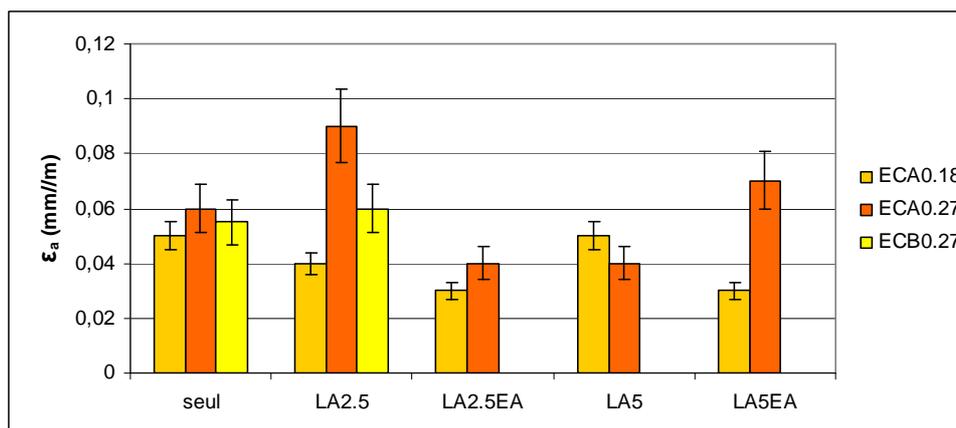


Figure 4.54 : retrait adhérent sur brique 0 %, comparaison des taux et du type d'éther cellulosique

4.5.2. Taux de retrait empêché

Le taux de retrait empêché représente la déformation empêchée d'une couche de mortier appliquée sur un support. Ces résultats seront associés par la suite à l'essai de « longueur décollée » (paragraphe 4.7.3.1).

4.5.2.1. Mortiers appliqués sur briques 0 % et 50 %

Si l'on considère les formulations contenant au moins 0,27 % de ECA de la Figure 4.55, le **taux de retrait empêché à 23h ne semble pas être significativement influencé par le degré d'imprégnation en eau du support.**

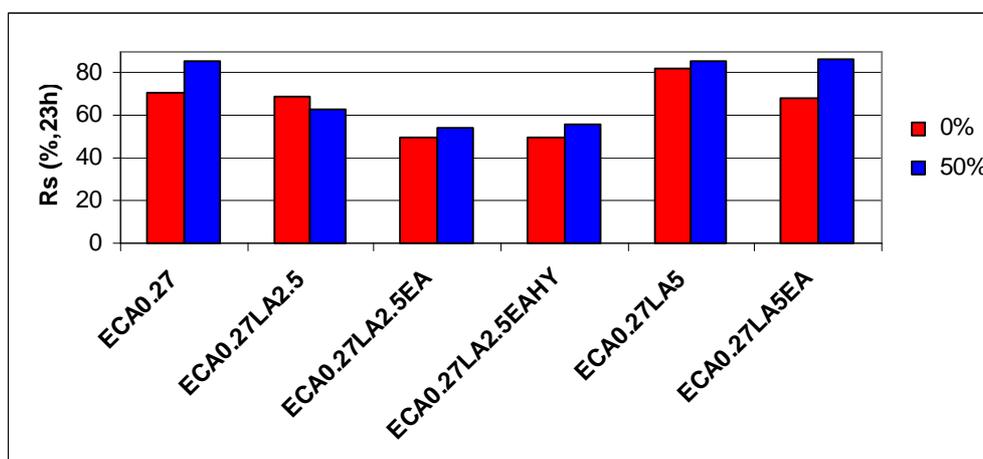


Figure 4.55 : taux de retrait empêché pour des mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA appliqués sur briques 0 % et 50 %

Les formulations contenant 2,5 % de latex associé à EA procurent au mortier le plus faible taux de retrait empêché. Un faible taux de retrait empêché peut contribuer à une meilleure résistance à la fissuration. Les formulations sans latex et avec 5 % de latex donnent les valeurs les plus hautes de taux de retrait empêché.

4.5.2.2. Mortiers appliqués sur brique 0%

4.5.2.2.1. Influence de la teneur en ECA

Comparons maintenant avec la Figure 4.56, le taux de retrait empêché des formulations contenant au moins 0,18 % et 0,27 % d'ECA pour des mortiers appliqués sur la brique 0 %. A

part pour les formulations contenant seulement 5 % de latex, **le taux de retrait empêché est plus faible avec un taux en ECA plus important** (i.e. 0,27 %). Les formulations contenant 2,5 % de latex associé à EA présentent encore le plus faible taux de retrait empêché.

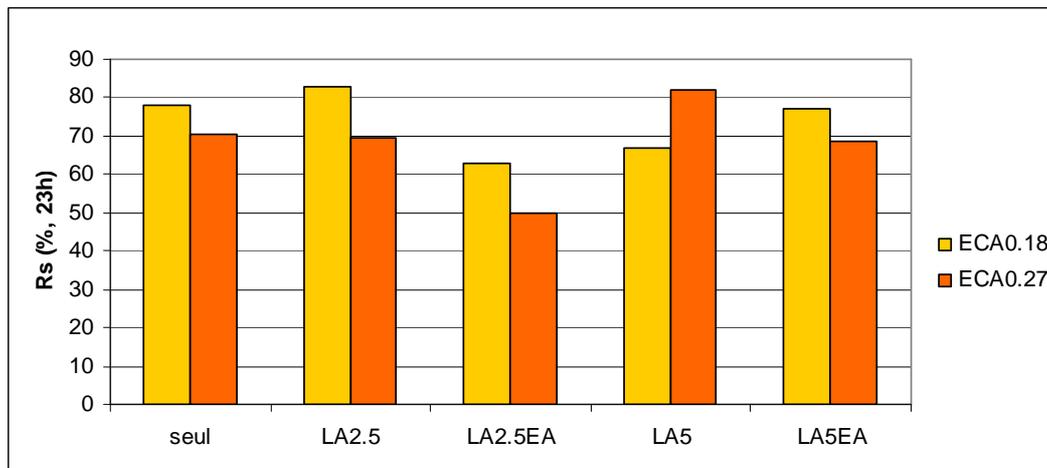


Figure 4.56 : taux de retrait empêché de mortiers appliqués sur brique 0 %, comparaison du taux d'ECA

4.5.2.2.2. Influence du type d'éther cellulosique

La Figure 4.57 compare le taux de retrait empêché en fonction du taux d'EC, de sa nature et de l'ajout de 2,5 % ou non de latex. **La nature des EC influe sur le taux de retrait empêché**, ECB confère au mortier un plus faible taux de retrait empêché ce qui laisse présager une aptitude moins forte à fissurer.

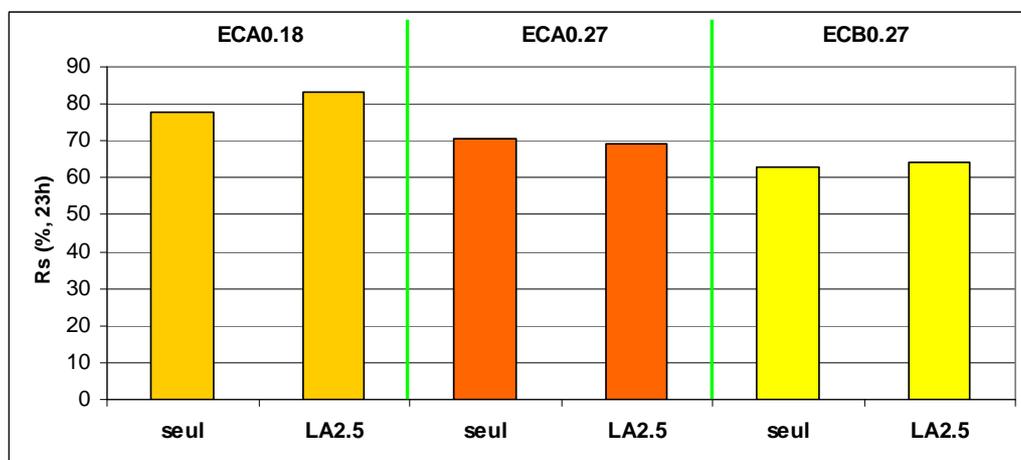


Figure 4.57 : taux de retrait empêché de mortiers appliqués sur brique 0 %, comparaison du type et du taux d'éther cellulosique

4.5.2.2.3. Influence des autres adjuvants

Comme on l'a vu avec la Figure 4.56, **l'ajout de EA à un éther cellulosique et à 2,5 % de latex diminue le taux de retrait empêché**. Avec 5 % de latex, l'action de l'ajout de l'entraîneur d'air dépend de la teneur en ECA. En effet, avec 0,18 % d'ECA, l'EA augmente le retrait empêché alors qu'il le diminue avec 0,27 % d'ECA.

L'effet de l'ajout de HY dépend également des mortiers auxquels il est ajouté. En effet, lorsque HY est ajouté à ECA0.18LA5, le taux de retrait empêché augmente légèrement alors

que lorsque HY est associé à ECA0.27LA2.5EA, le taux de retrait empêché ne varie pas (Figure 4.58).

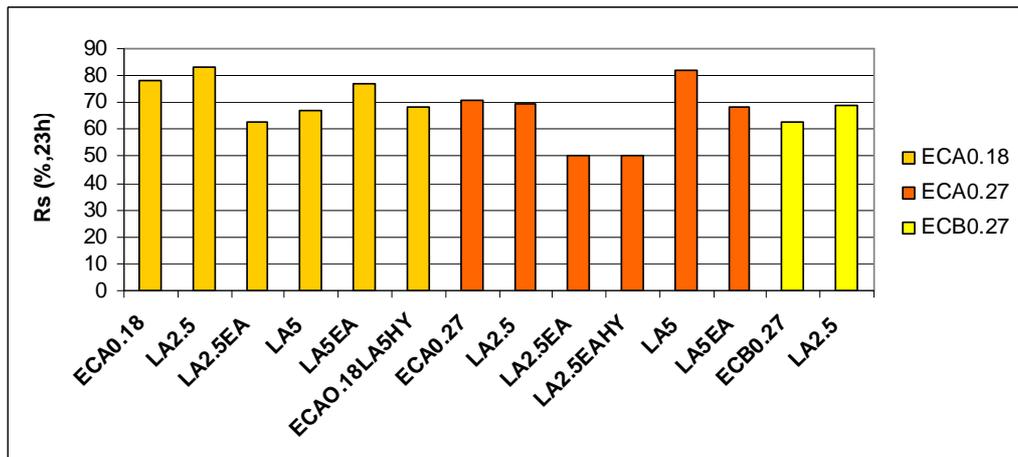


Figure 4.58 : taux de retrait empêché pour différents mortiers appliqués sur une brique 0 %

4.5.3. Retrait et perte de masse durant 28 jours

4.5.3.1. Influence du degré d'imprégnation du support

Le retrait mesuré à partir de 24h et jusqu'à 28 jours pour les formulations contenant au moins 0,27 % d'ECA est représenté dans la Figure 4.59. La formulation ECA0.27LA2.5EA montre encore un comportement singulier, les éprouvettes provenant des essais libres donnent un retrait nettement supérieur à celui des éprouvettes provenant des retraits non adhérents. À part cette singularité, le retrait mesuré à 28j est sensiblement le même pour toutes les formulations présentées. **On note cependant une augmentation du retrait avec l'ajout du latex.**

Les pertes de masse présentées dans la Figure 4.60 montrent une plus forte perte de masse pour les éprouvettes provenant des essais libres. Le mortier appliqué sur une brique perd plus d'eau dans les premières 24h (par succion de la brique), réduisant ainsi la perte de masse par la suite. Une augmentation de la perte de masse est notable avec l'ajout de latex ; elle explique l'augmentation des valeurs de retrait lorsque le latex est ajouté (Figure 4.59). Ce résultat est à associer aux résultats du paragraphe 4.3 montrant que l'ajout de latex augmente la porosité totale ainsi que le diamètre médian des pores.

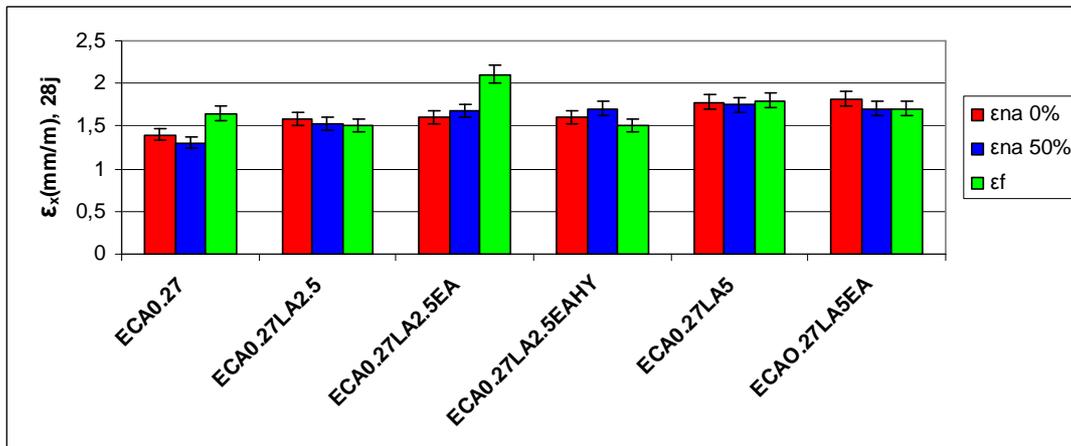


Figure 4.59 : retrait à 28j d'éprouvettes de mortiers provenant des essais de retrait au jeune âge non adhérents sur brique 0 %, 50 % et libre. Différents mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA

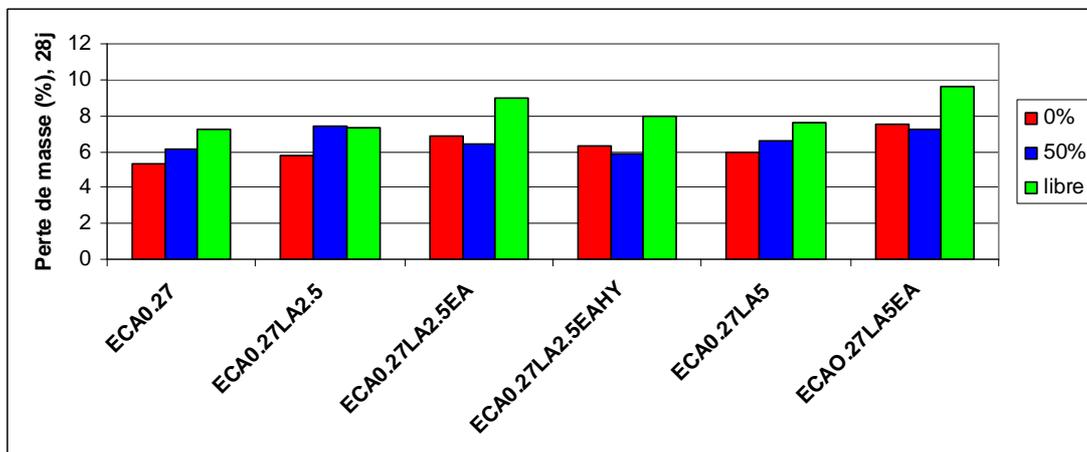


Figure 4.60 : perte de masse à 28j d'éprouvettes de mortiers provenant des essais de retrait au jeune âge non adhérents sur brique 0 %, 50 % et libre. Différents mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA

La Figure 4.61 compare les pertes de masse de différents mortiers et le retrait à 28 jours d'éprouvettes provenant des mesures de retrait libre au jeune âge. Les mesures des pertes de masse n'ont pas commencé 24h après la mise en place du mortier mais juste après son application dans le moule. Les valeurs de retrait sont mesurées en prenant la dimension des éprouvettes au premier jour comme référence. Cette figure permet de comparer les effets de ECA et d'ECB, ainsi que les effets des taux d'ECA.

Avec 0,18 % d'éther cellulosique, leur nature n'influe ni sur le retrait libre, ni sur la perte de masse. Avec 0,27 %, l'évaporation est plus élevée dans le cas d'ECB0.27 par rapport à ECA0.27, le retrait est quant à lui plus important avec ECA qu'avec ECB. Lorsqu'on ajoute 2,5 % de latex à ECA0.18, le retrait diminue légèrement alors que la perte de masse reste identique.

Si EA est ajouté à la formulation ECA0.18LA2.5, la perte de masse augmente, le retrait reste constant. Avec 0,27 % d'éther cellulosique, l'ajout de 2,5% de latex à ECA ou ECB n'influe ni sur le retrait, ni sur la perte de masse. Si EA est maintenant ajouté à ces formulations, avec ECB, il n'y a aucune modification alors qu'avec ECA le retrait et la perte de masse augmentent.

Concernant les formulations ECB0.27LA5 et ECA0.27LA5, elles ont le même retrait à 28 jours, alors que la perte de masse est plus importante avec ECB.

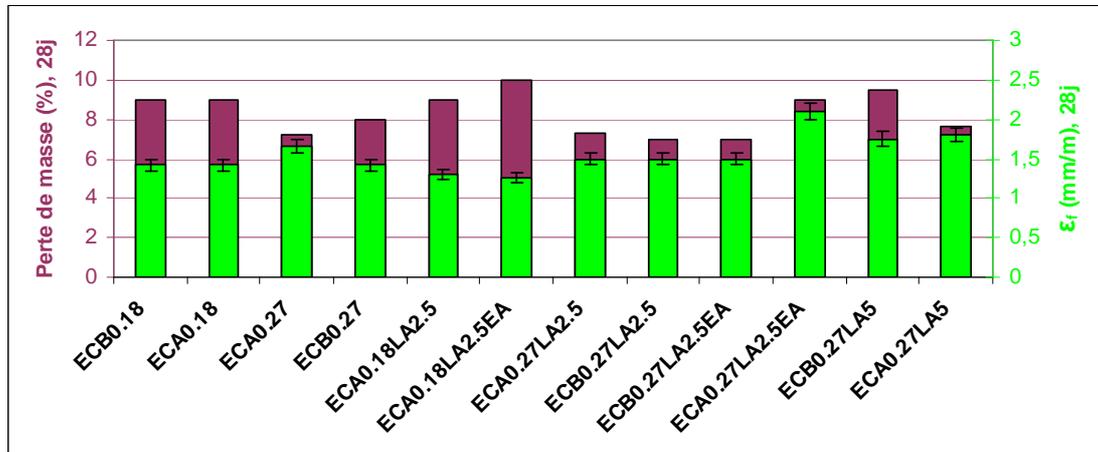


Figure 4.61 : perte de masse et retrait libre à 28 jours pour différents mortiers

La Figure 4.62 oppose les pertes de masse et le retrait non adhérent à 28 jours pour des mortiers appliqués sur la brique 0 %. La formulation ne contenant que 0,18 % d'ECA possède un retrait non adhérent supérieur au retrait libre. Cela dénote la capacité de rétention de l'eau apportée par une proportion plus grande d'ECA. La perte de masse des éprouvettes ECA0.18 et leur retrait sont d'ailleurs supérieurs aux autres formulations (Figure 4.62). Les formulations similaires contenant ECA et ECB se comportent de la même manière.

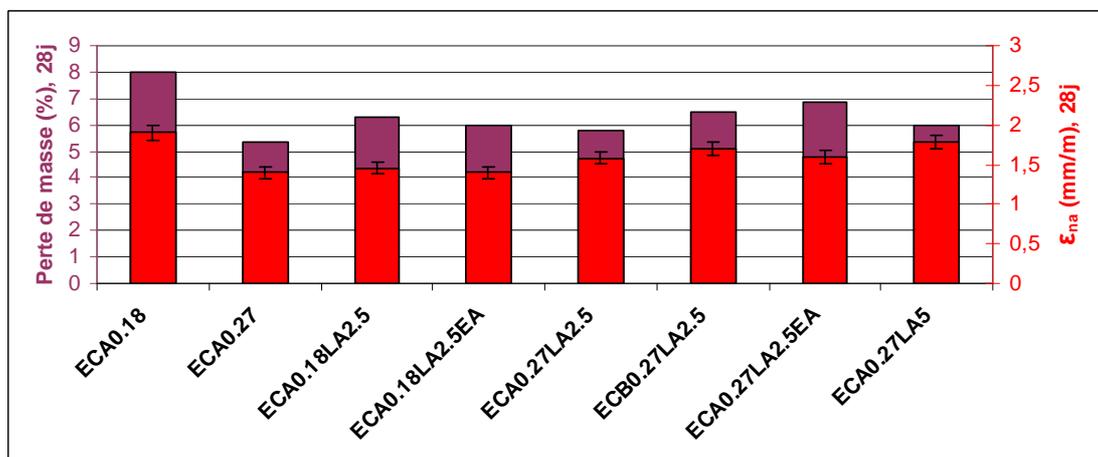


Figure 4.62 : perte de masse et retrait non adhérent sur brique 0 % à 28j pour différents mortiers

Dans la Figure 4.62, on peut également voir que pour les formulations contenant 0,27 % d'ECA, celles contenant plus de latex augmentent légèrement leur perte de masse passant de 5 % sans latex à 6 % avec 5 % de latex. Ce phénomène est à associer aux augmentations de la porosité (Figure 4.21) et du diamètre médian des pores (Figure 4.20) des mortiers contenant plus de latex. La seule comparaison des valeurs de porosité mercure ou du diamètre médian des pores avec le retrait à 28j ne permet pas de les corréliser. Par exemple, ECA0.18 est moins poreux et possède un diamètre médian des pores inférieurs à ceux d'ECA0.27 mais son retrait à 28j est plus important.

La Figure 4.63 lie le retrait mesuré à 28j au retrait mesuré à 23h. Ces deux valeurs ont tendance à augmenter réciproquement. Or, **les retraits à 23h et à 28j augmentent avec le taux de latex**. Nous avons vu que le moteur du retrait au jeune âge dépend de plusieurs facteurs (évaporation, formations de la comatrice ciment-latex et du film de latex, consistance). Pour le retrait à 28 jours, nous venons de voir que l'évaporation conditionnée par la porosité et le diamètre médian des pores peuvent influencer sur le retrait à 28 jours. Par ailleurs, l'évolution du mortier dans le temps doit également influencer sur le retrait à 28 jours.

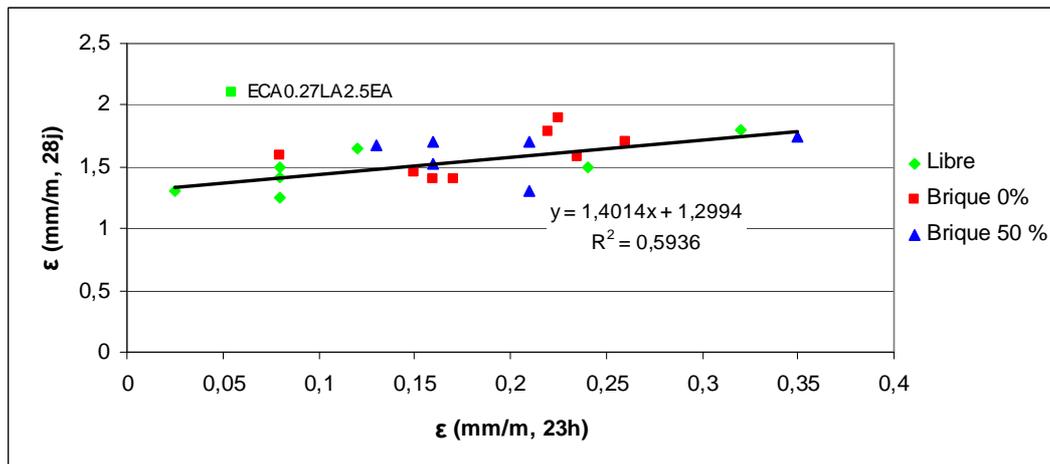


Figure 4.63 : retrait mesuré à 28j en fonction du retrait mesuré à 23h

La Figure 4.64 lie le retrait non adhérent à la quantité de calcite mesurée pour des mortiers appliqués sur la brique 0 %. **La teneur en CaCO_3 augmente avec l'ajout de latex. Le retrait plus important observé avec l'ajout du latex semble provenir d'une plus forte carbonatation.**

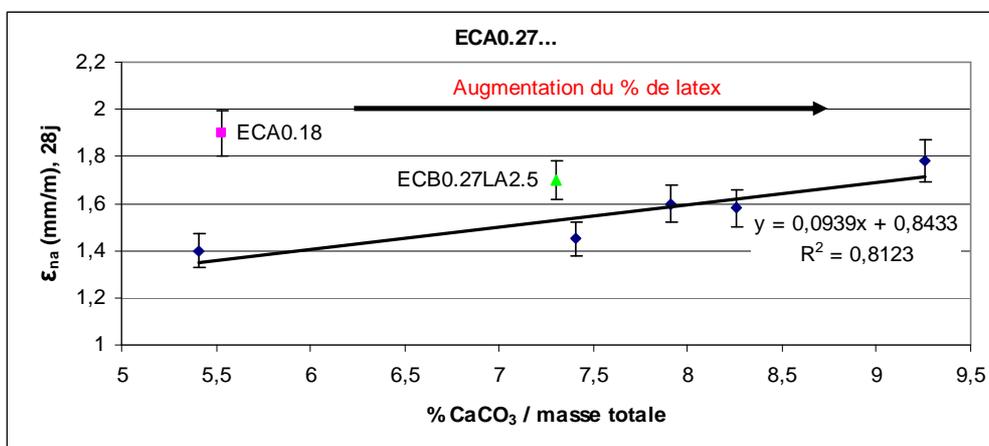


Figure 4.64 : retrait non adhérent sur brique 0 % en fonction de la teneur en calcite à 28j

4.6. Energie de décollement

4.6.1. Résultats

L'essai de flexion quatre points présenté dans le chapitre 3 (paragraphe 3.2.2.1.3.) a été réalisé sur des mortiers appliqués sur briques 0 % et 50 %. Trois éprouvettes par formulation ont été réalisées, ce qui représente 78 éprouvettes mixtes de $10 \times 10 \times 50$ cm. Pour tous les résultats présentés, **le décollement entre la brique et le mortier est strictement localisé à l'interface**

comme le montre la Figure 4.65. La Figure 4.66 et la Figure 4.67 présentent les énergies de décollement en fonction du taux de latex, de la présence ou non d'EA ou de HY et du degré d'imprégnation en eau du support. La Figure 4.68 compare l'influence du type d'éther cellulosique associé ou non à 2,5 % de latex pour les deux degrés d'imprégnation en eau. L'ensemble de ces figures montre que **plus la teneur en latex est élevée, plus l'énergie de décollement (et donc l'adhérence) est importante**. Ces résultats confirment ceux obtenus par d'autres auteurs [Afridi 95] [Ohama98] [Jenni 04] [Almeida07].

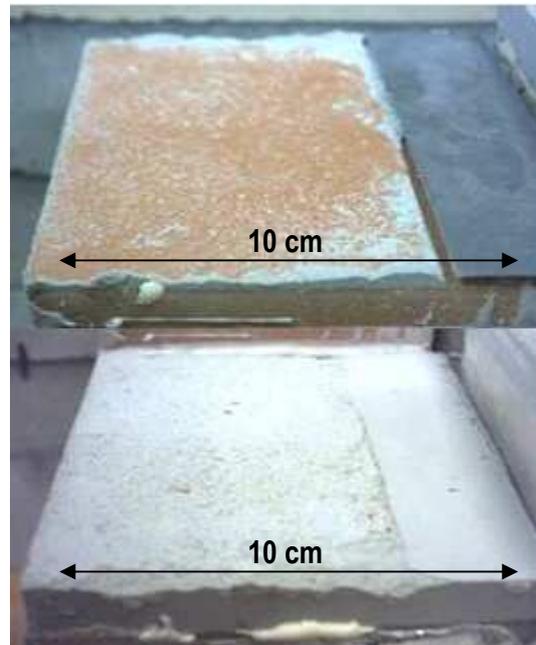


Figure 4.65 : côté brique et côté mortier après décollement

4.6.1.1. Mortiers contenant 0,18 % d'ECA

La Figure 4.66 présente l'énergie de décollement pour les mortiers contenant 0,18 % d'ECA. **Globalement, le latex augmente l'adhérence du mortier sur la brique mais l'amplitude de cet effet dépend du degré d'imprégnation en eau de la brique**. En effet, avec 2,5 % de latex, l'adhérence est plus forte sur la brique 0 % que sur la brique 50 % alors qu'avec 5 %, c'est le comportement opposé, la plus forte adhérence est obtenue avec la brique 0 %.

Si EA est associé à la formulation contenant **2,5% de latex**, l'influence du degré d'imprégnation en eau est inversée. Dans, ce cas, **l'adhérence est plus forte sur la brique 0 % et non plus sur la brique 50 %**.

Si HY est ajouté à la formulation contenant 5 % de latex, **l'adhérence augmente** de 66 % pour la brique 0 % et de 335 % pour le support 50 %. **L'adhérence avec l'association de HY est indépendante du degré d'imprégnation en eau de la brique**. Pour cette formulation, la *mva* à l'état frais (Figure 4.1) est supérieure et la porosité accessible à l'eau inférieure en comparaison des autres mortiers contenant 5 % de latex (Figure 4.3). **Il en découle une plus grande compacité pour ce mortier. Cette compacité associée à la formation du film de latex peut favoriser une meilleure cohésion du matériau**. Enfin, l'agent hydrofuge employé possède un effet secondaire plastifiant et un éventuel effet anti-mousse engendrant également une meilleure cohésion du matériau. Cela permettrait l'établissement d'un meilleur contact entre le mortier et la brique empêchant ainsi la création de vides d'air à l'interface. L'amélioration de la compacité favorise également la coalescence des particules de latex en

un film plus résistant. Tous ces facteurs augmentent soit la surface d'accroche du mortier par les phases minérales, soit l'efficacité du latex.

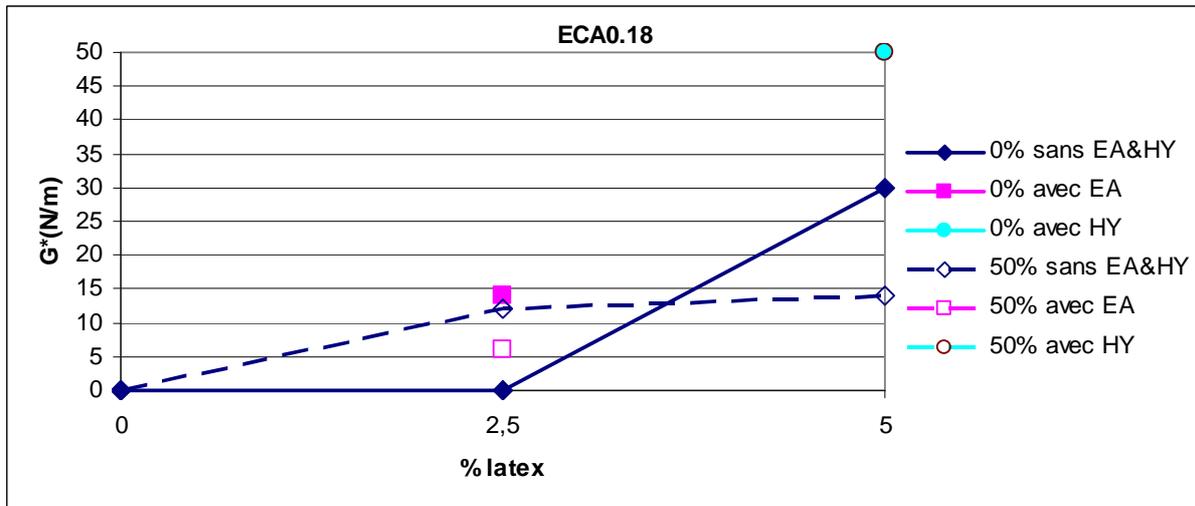


Figure 4.66: énergie de décollement pour les mortiers contenant 0,18 % d'ECA en fonction du taux de latex, de la présence ou non d'entraîneur d'air ou d'agent hydrofuge pour les briques 0 % et 50 %

4.6.1.2. Mortiers contenant 0,27 % d'ECA

La Figure 4.67 présente l'énergie de décollement pour les mortiers contenant 0,27 % d'ECA. L'ajout de 2,5 % de latex n'a pas la même influence suivant le taux d'EC. **En effet l'adhérence semble meilleure si le mélange initial contient 0,27 % d'ECA au lieu de 0,18 %. Par contre, avec 5 % de latex le passage de 0,18 % d'ECA à 0,27 % ne modifie quasiment pas l'énergie de décollement.**

L'effet du degré d'imprégnation en eau des briques est le même que celui observé avec 0,18 % d'ECA lorsque les mortiers ne contiennent que 2,5 % de latex (i.e. l'énergie de décollement est plus élevée sur la brique 50 %).

Lorsque EA est ajouté à 2,5 % de latex, le comportement diffère entre les deux taux EC. Avec 0,27 %, l'adhérence est supérieure sur la brique 50 % alors qu'avec 0,18 %, on observe le comportement opposé.

Si HY est ajouté à la formulation ECA0.27LA2.5EA, la brique 0 % procure une plus forte adhérence.

Avec 5 % de latex, dans tous les cas de figure, l'adhérence est plus forte sur la brique 0 %.

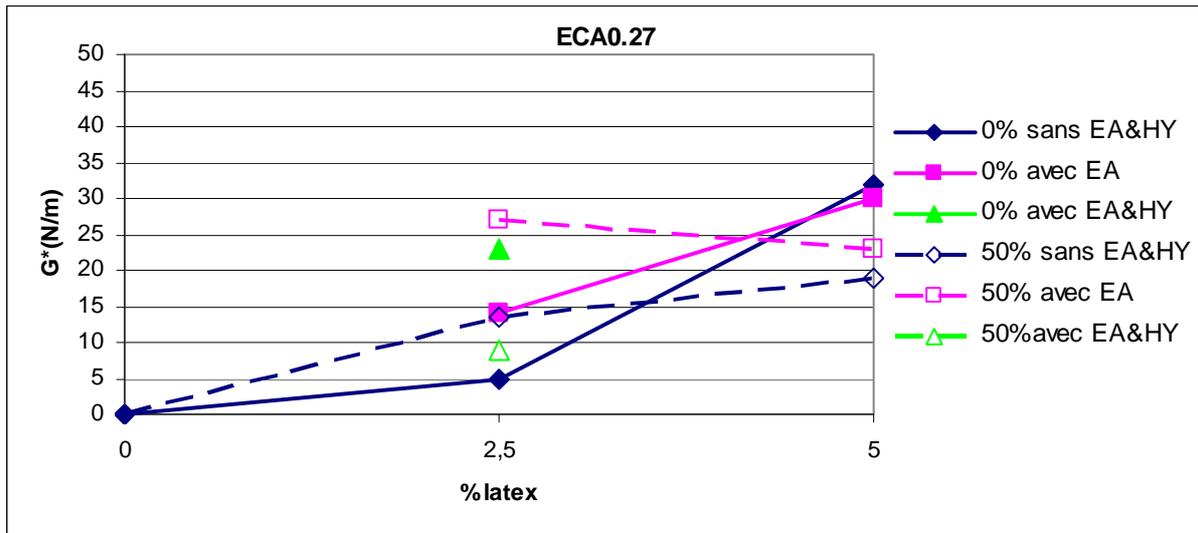


Figure 4.67: énergie de décollement pour les mortiers contenant 0,27 % d'ECA en fonction du taux de latex, de la présence ou non d'entraîneur d'air ou d'agent hydrofuge pour les briques 0 % et 50 %

4.6.1.3. Mortiers contenant 0,27 % d'ECA ou 0,27 % d'ECB

La Figure 4.68 compare les formulations composées avec 0,27 % d'ECA ou d'ECB, associées ou non à 2,5 % de latex. Sur la brique 0 %, lorsque ECB est utilisé sans latex, l'énergie de décollement est mesurable contrairement à ECA pour lequel la mesure n'a pu être réalisée.

De plus, avec 2,5 % de latex, l'énergie de décollement n'est pas influencée par le degré d'imprégnation en eau quand ECB est utilisé contrairement à ECA pour lequel l'adhérence est améliorée sur la brique 50 %.

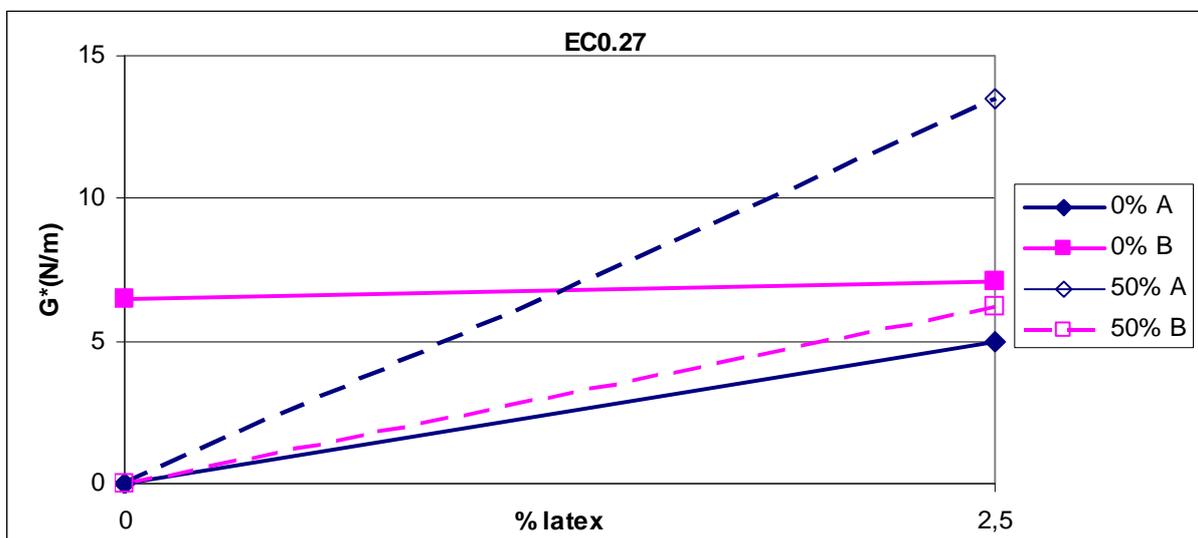


Figure 4.68: énergie de décollement pour les mortiers contenant 0,27 % d'EC en fonction du taux de latex et du type d'éther cellulosique pour les briques 0 % et 50 %

4.6.1.4. Bilan

La Figure 4.69 résume l'ensemble des résultats d'énergie de décollement. **Globalement, le latex augmente l'adhérence mais son effet peut être perturbé par l'imprégnation en eau de la brique.** La formulation ECA0.27LA2.5 apparaît singulière. Sans latex, l'adhérence est influencée par le type d'EC. On peut donc penser que l'adhésion est fonction de la consistance du mortier et de sa mouillabilité. Avec seulement 2,5 % de latex, ce sont les

mêmes propriétés qui gouvernent l'adhésion avec en plus la formation du film de latex (sûrement discontinu au vu des quantités) et l'amélioration de la cohésion du matériau par la formation de la comatrice latex-ciment. Lorsque 2,5 % de latex sont associés à EA ou HY, la consistance, la mouillabilité, et la formation du film à l'interface sont probablement modifiées. **L'adhérence est améliorée surtout sur la brique 0%, ce qui tendrait à prouver que la formation du film de latex est gênée par l'imprégnation en eau de la brique.** Avec ce type de mélange et ceux contenant 5% de latex, l'énergie de décollement est supérieure sur la brique 0 % à l'exception de la formulation contenant seulement du latex et HY qui n'est pas influencée par le degré d'imprégnation en eau de la brique. HY modifie la mouillabilité du mélange par son action secondaire de plastifiant ; utilisé seul avec 5 % de latex, il augmente nettement l'adhérence [Nordmeyer 07]. Avec 5 % de latex, le taux d'EC influence l'adhérence sur la brique 0 % ; il en est de même pour l'ajout d'EA. Or, dans le chapitre 3, nous avons vu qu'avec un taux d'EC plus faible, le mortier est plus fluide (paragraphe 3.1.3.2.). **La consistance et la compacité du matériau semblent donc jouer un rôle dans la création de l'adhérence sur la brique 50 %.** Cela confirme les conclusions faites par Kampf à propos de l'ajout d'EA [Kampf 63][PCA 94]. Par ailleurs, l'imprégnation en eau de la brique peut gêner la filmification et la pénétration du latex dans le support [Sakai 95].

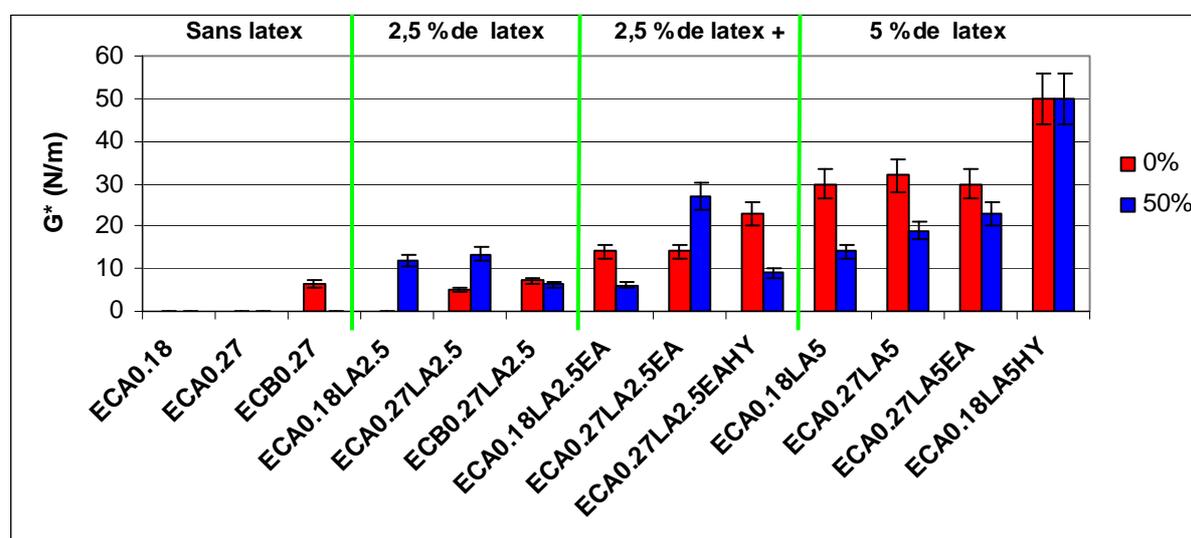


Figure 4.69 : énergie de décollement pour l'ensemble des formulations testées et en fonction du degré d'imprégnation en eau de la brique

Afin de comprendre ces différences d'énergies de décollement et de confirmer ces hypothèses, les paragraphes suivants opposent les énergies de décollement à différents résultats obtenus par observations au MEB, analyse EDS, quantification du retrait empêché, porosimétrie mercure. Une comparaison sur certaines formulations est également faite avec l'essai « pull-out ».

4.6.2. Observations au MEB, analyses EDS et énergie de décollement

4.6.2.1. Observations, SEI mode (Scattering Electron Incidence mode)

La technique d'observation au MEB est expliquée dans le chapitre 3 (paragraphe 3.2.1.7.). La première explication de **l'augmentation de l'énergie de décollement provient de la formation du film de latex localisé à l'interface brique-mortier.** En effet, la formation du

film de latex a été observée pour les mortiers contenant 5 % de latex comme le montre l'observation au MEB de la Figure 4.70. Il s'agit alors d'un ancrage mécanique produit entre le mortier et la brique [Sakai 95], cet ancrage s'établissant dans la rugosité et les interstices de la brique. Afin de comprendre comment le latex pénètre dans la brique, des observations au MEB associées à des analyses EDS ont été réalisées pour quantifier le carbone présent à l'interface côté brique.

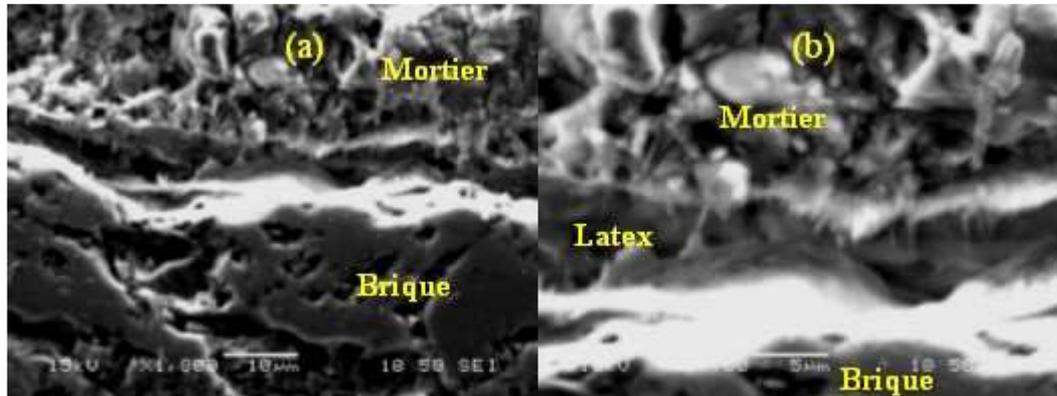


Figure 4.70 : micro-décollement entre le mortier et la brique 0 % ; (b) est un agrandissement de (a)

4.6.2.2. Quantification du carbone par analyse EDS et relation avec G^*

Trois analyses ont été réalisées dans une couche de brique de 50 μm d'épaisseur près de l'interface avec toujours les mêmes conditions d'observations, en mode basse pression (« low vacuum », 60 Pa, avec un grossissement $\times 200$, une distance de travail 15 mm, une énergie du faisceau 15kV et une taille du spot de 65 μm).

La Figure 4.71 oppose l'énergie de décollement G^* et le taux de carbone. Le carbone n'est décelé qu'en présence de latex. Les autres adjuvants sont également composés de carbone mais n'engendrent aucune modification mesurable. On peut d'ailleurs simplement observer sur la Figure 4.71 que lorsqu'on double la quantité de latex, le taux de carbone mesuré est très significativement augmenté. Le taux de carbone sera donc considéré par la suite comme représentatif du taux de latex.

Sur la Figure 4.71, on constate que plus le taux de carbone est élevé, plus l'énergie de décollement est grande. L'opposition des deux grandeurs explique également les différences d'adhérence entre la brique 0 % et la brique 50 %. En effet, en fonction des adjuvants et du degré d'imprégnation en eau, la pénétration du latex est plus ou moins perturbée. Par exemple, avec le mortier contenant du latex et l'entraîneur d'air, la pénétration du latex est plus faible dans la brique 50 % que dans la brique 0 % contrairement aux formulations ECA0.27LA2.5 et ECA0.18LA2.5. Autre exemple, avec 2,5 % de latex, et ECB, les deux grandeurs sont similaires pour les deux degrés d'imprégnation en eau.

La capacité de pénétration du latex dans la brique mesurée par l'intermédiaire du taux de carbone apparaît donc essentielle dans la formation de l'adhérence entre le support et le mortier. La corrélation entre le taux de carbone et l'énergie de décollement est confirmée par la Figure 4.72. Le coefficient de détermination calculé sur la base d'une régression linéaire est plutôt satisfaisant.

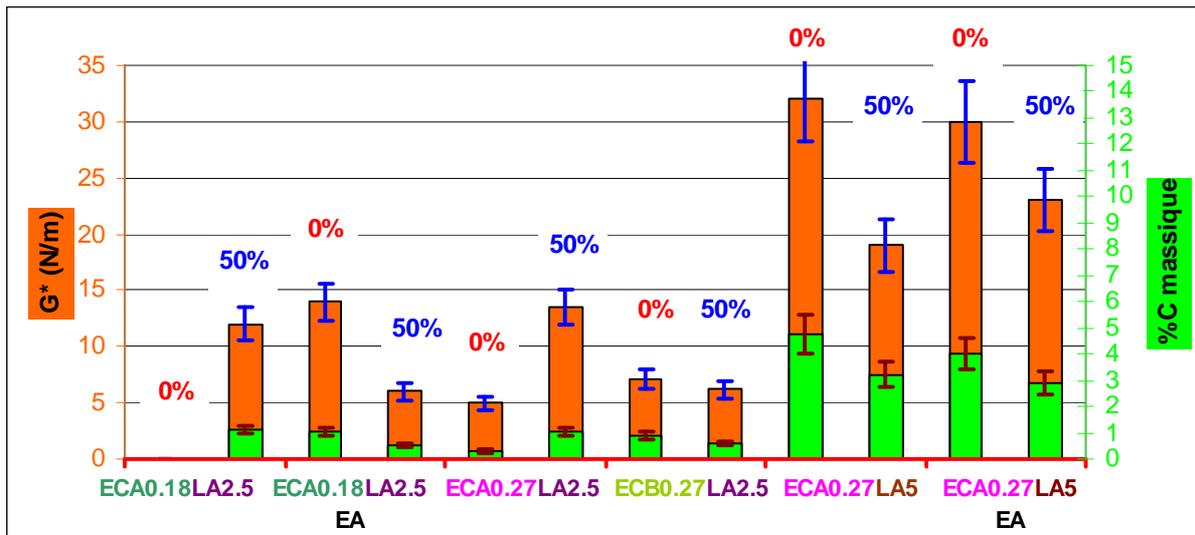


Figure 4.71: opposition entre l'énergie de décollement et le taux de carbone mesuré dans la brique

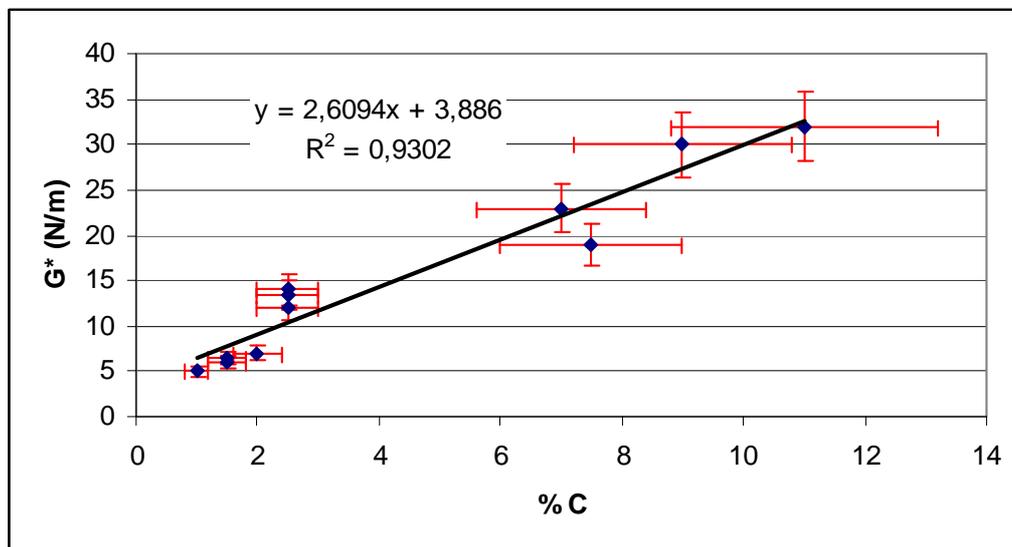


Figure 4.72 : relation entre l'énergie de décollement et le taux de carbone mesuré dans la brique

Cependant, la seule mesure du taux de carbone ne permet pas d'expliquer le comportement des formulations sans latex. Pour essayer de comprendre les différences avec pas ou peu de latex, le taux de retrait empêché obtenu dans le paragraphe 4.5.2 est opposé aux valeurs d'énergies de décollement.

4.6.2.3. Taux de retrait empêché au jeune âge et G* à 28 jours

4.6.2.3.1. Brique 0 %

La Figure 4.73 oppose le taux de retrait empêché à l'énergie de décollement pour différentes formulations et sur la brique 0 %. **Sans latex et avec seulement 2,5 % de latex, le facteur influent pour ces types de formulations semble être le taux de retrait empêché** puisque lorsque ce taux diminue, l'adhérence est mesurable. En effet, au jeune âge, avec un plus faible taux de retrait empêché, le mortier subit des déformations empêchées moins fortes qui ne gênent alors plus autant l'établissement du contact entre les deux matériaux, et favorise ainsi l'adhésion. Si on compare toujours ces deux groupes de formulations, l'ajout de 2,5 % de

latex engendre une meilleure cohésion du mortier par la formation d'une comatrice ciment-latex et génère un film de latex pouvant pénétrer dans la brique. L'adhérence finale entre le mortier et la brique s'en trouve ainsi améliorée.

En comparant les formulations contenant 0,18 % d'ECA « molle » et 0,27 % d'ECA « plastique » (avec ou sans 2,5 % de latex), **on peut également voir que la consistance et la mouillabilité semblent jouer un rôle dans la création de l'adhérence.**

Avec 2,5 % de latex associé à EA ou l'agent HY, le taux de retrait empêché est le plus faible de toutes les formulations. Le taux de retrait empêché diminue en même temps que l'adhérence augmente. **Pour les formulations avec au plus 2,5 % de latex, il existe une corrélation entre l'énergie de décollement et le taux de retrait empêché (Figure 4.74).**

Avec 5 % de latex, le taux de retrait empêché n'est pas le facteur influant le plus l'adhérence.

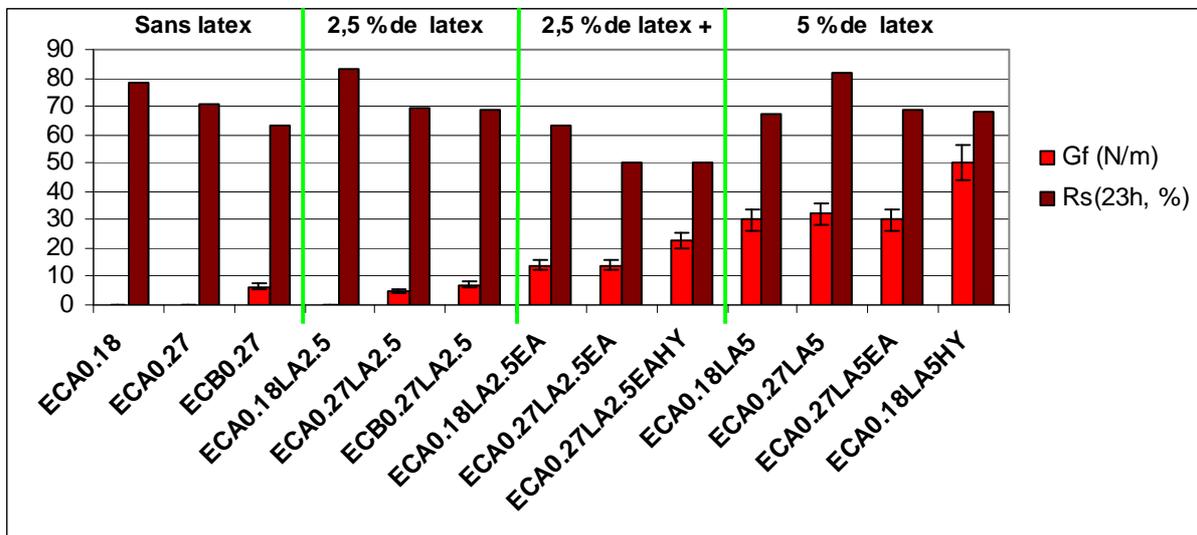


Figure 4.73 : opposition entre l'énergie de décollement et le taux de retrait empêché pour différents mortiers appliqués sur la brique 0 %

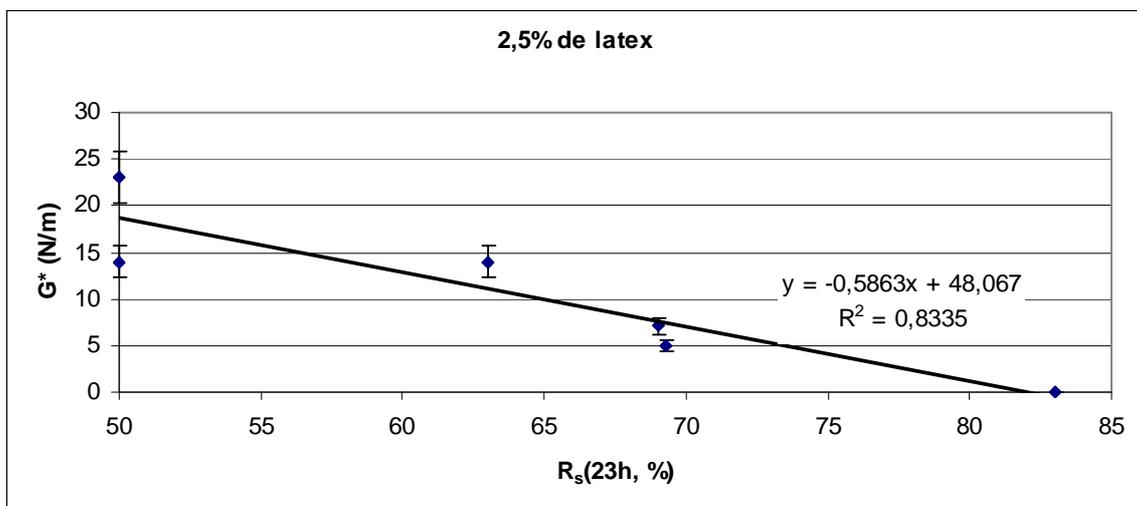


Figure 4.74 : relation entre l'énergie de décollement et le taux de retrait empêché pour les formulations contenant 2,5 % de latex dans le cas de la brique 0 %

4.6.2.4. Relation entre l'hydratation et G*

On a vu dans le paragraphe 4.4.2.2 que le taux d'hydratation augmente au niveau de l'interface avec l'augmentation du taux de latex. La Figure 4.75 oppose la teneur en portlandite à G* pour différentes formulations et les deux degrés d'imprégnation en eau de la brique. On ne comparera donc pas les groupes de formulations contenant 2,5 % de latex associé à EA ou à HY ou 5 % de latex. Par contre, si l'on s'attarde sur **les formulations sans latex, l'augmentation de la quantité de portlandite semble liée à l'apparition de l'adhérence sur la brique 0 % avec la formulation ECB0.27**. Il y a au niveau de l'interface plus de produits d'hydratation avec cette formulation par rapport aux formulations ECA0.18 et ECA0.27 qui peuvent favoriser l'adhérence. Par ailleurs, la mouillabilité du mortier est sûrement modifiée par l'imprégnation en eau de la brique, ainsi que la succion. On remarque ainsi qu'avec ECB0.27, il y a adhérence du mortier sur la brique 0 % et pas sur la brique 50 %. Pourtant, le taux de portlandite est le même, la succion n'a donc pas eu d'influence sur les quantités d'hydrates formés. **Il semble alors que ce soit essentiellement la mouillabilité du mortier contenant 0,27 % d'ECB sur la brique 0 % qui améliore l'adhérence.**

En ajoutant 2,5% de latex aux formulations ECA0.18, ECA0.27 et ECB0.27, bien que le film de latex, la consistance et la mouillabilité, influent sur l'adhérence, une meilleure hydratation peut également contribuer à l'amélioration de l'adhérence. On peut citer comme exemple les mortiers ECA0.27LA2.5 et ECB0.27LA2.5 appliqués sur la brique 0 % pour lesquels la consistance est la même mais dont les niveaux d'hydratation diffèrent. Le plus faible niveau d'hydratation du mortier contenant ECA est alors associé à une mauvaise adhérence.

L'hydratation joue donc un rôle dans la création d'une bonne adhérence, mais pour nos formulations, ce rôle n'apparaît clairement que pour les formulations sans latex ou avec 2,5 % de latex.

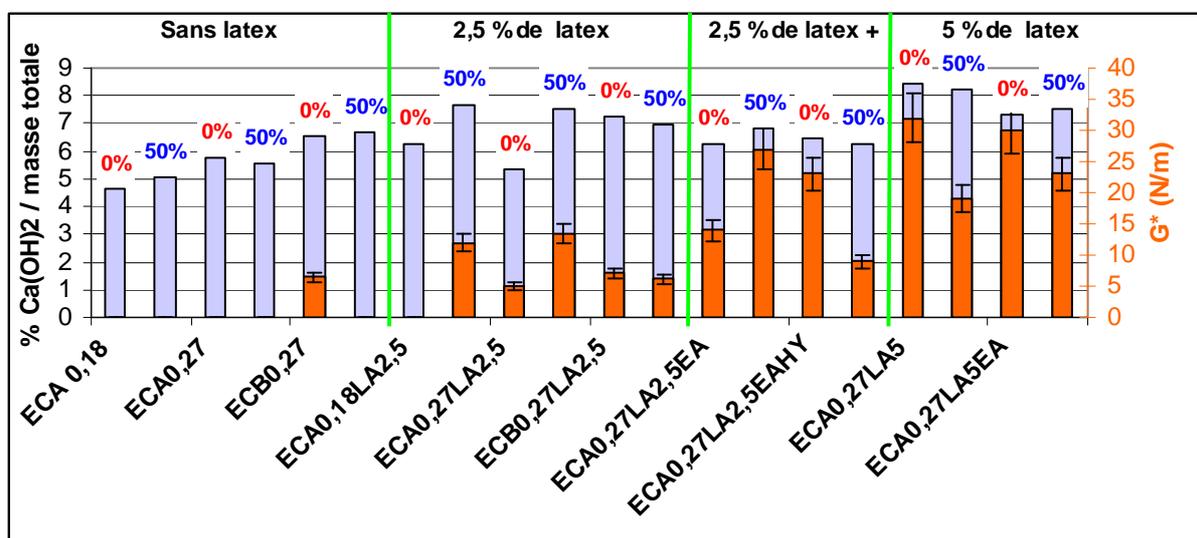


Figure 4.75 : opposition entre l'énergie de décollement et le taux de portlandite pour différents mortiers et les deux degrés d'imprégnation en eau de la brique

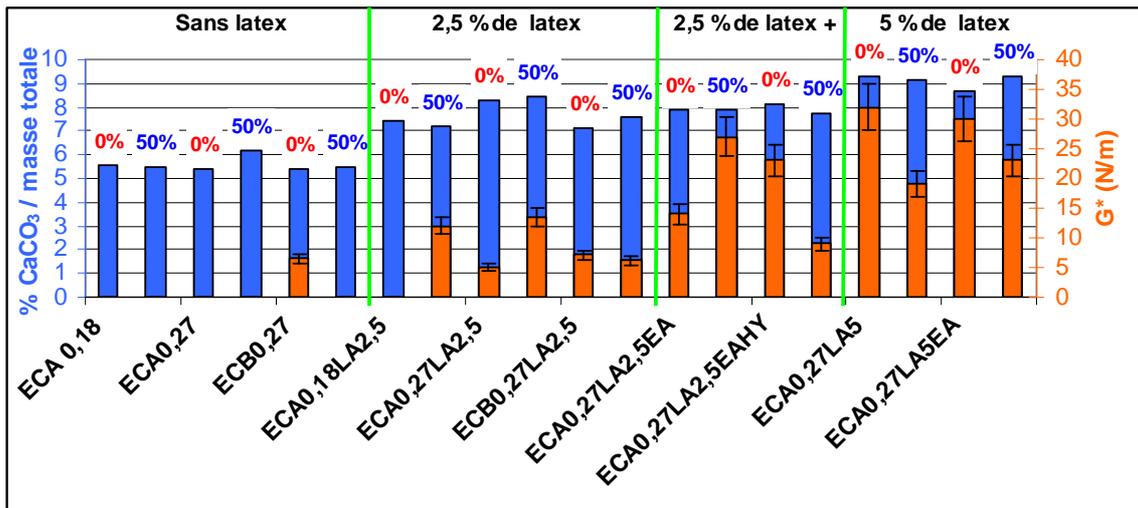


Figure 4.76 : opposition entre l'énergie de décollage et le taux de calcite pour différents mortiers et les deux degrés d'imprégnation en eau de la brique

4.6.2.5. Relation entre le diamètre médian des pores et G^*

4.6.2.5.1. Observations globales

La Figure 4.77 oppose le diamètre médian des pores des mortiers et de la brique à l'énergie de décollage. A première vue, aucune tendance claire ne semble se dégager entre G^* et les diamètre médian des pores.

Pour les formulations contenant 0,27 % d'ECA et 2,5 % de latex et les deux degrés d'imprégnation en eau, les différences d'énergie de décollage entre les briques 0 % et 50 % ne sont pas confirmées par des écarts de diamètre médian des pores.

Les formulations ECA0.27LA5 avec ou sans EA présentent des énergies de décollage similaires mais le diamètre médian des pores est supérieur pour le mortier contenant l'entraîneur d'air. **Le diamètre médian des pores ne semble pas influencer l'énergie de décollage. Cependant, pour chaque formulation, le diamètre médian des pores et l'énergie de décollage sont tous les deux inférieurs sur la brique 50 %.**

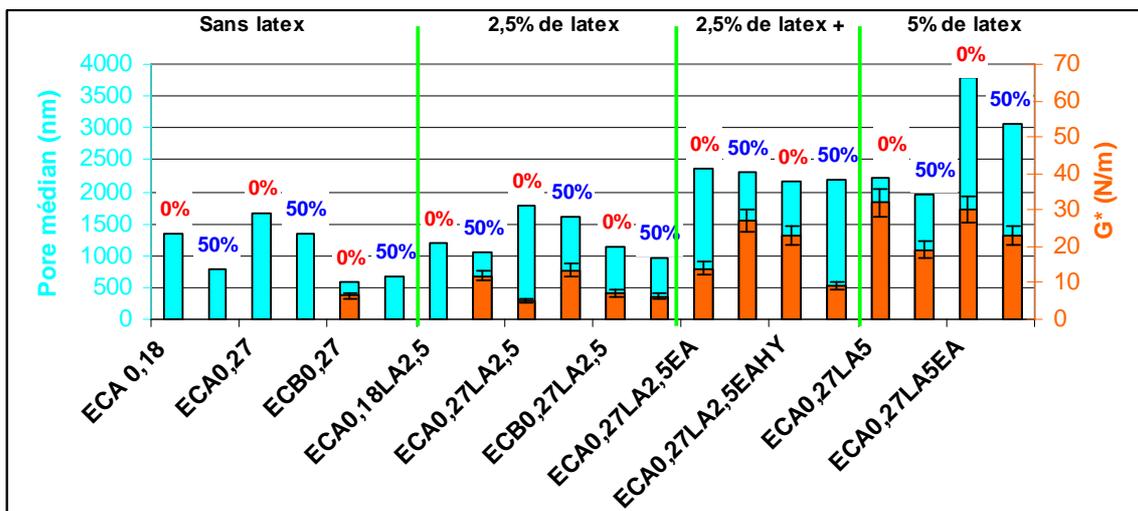


Figure 4.77 : opposition entre le diamètre médian des pores et l'énergie de décollage pour différents mortiers appliqués sur les briques 0 % et 50 %

4.6.2.5.2. Mortiers contenant ECA et ECB avec 2,5 % de latex

La Figure 4.78 regroupe les résultats des formulations contenant 0,18 % d'ECA, 0,27 % d'ECA ou 0,27 % d'ECB associé à 2,5 % de latex. Pour chaque formulation, plus le diamètre médian des pores est fin, plus l'énergie de décollement est élevée. La formulation contenant ECB semble moins influencée par le degré d'imprégnation en eau.

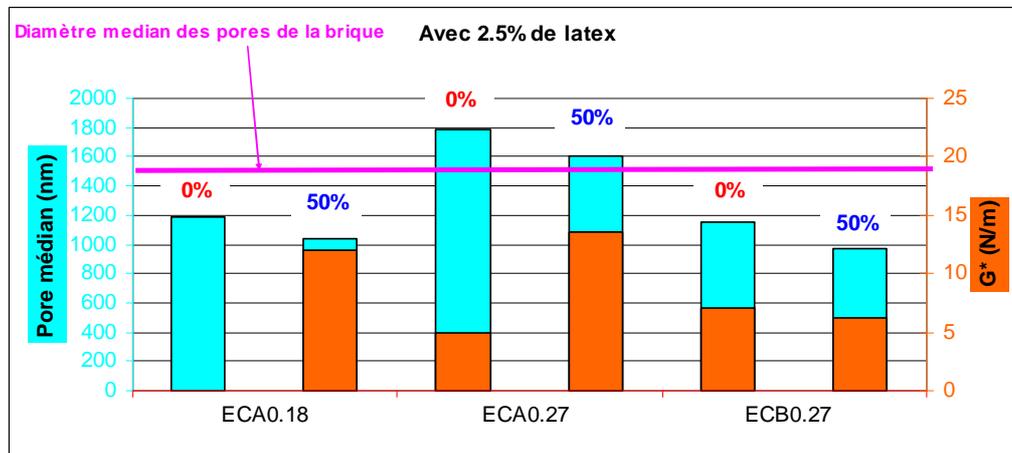


Figure 4.78 : opposition entre le diamètre médian des pores et l'énergie de décollement pour les mortiers contenant au moins 2,5 % de latex et pour les briques 0 % et 50 %

4.6.2.5.3. Mortiers contenant 0,18 % d'ECA, 0,27 % d'ECA et d'ECB

La Figure 4.79 compare les mortiers ne contenant pas de latex. Cette figure souligne à nouveau que la nature des EC influence l'adhérence par la consistance et la mouillabilité que ceux-ci apportent au mortier. En effet, les mortiers contenant 0,27 % d'ECB n'ont sûrement pas la même mouillabilité que ceux contenant 0,27 % d'ECA, ni la même consistance que ceux contenant 0,18 % d'ECA. De plus, nous avons vu que le retrait empêché est plus faible avec ECB sur la brique 0% et que les mortiers contenant ECB sont plus hydratés près de l'interface que les mortiers contenant ECA (paragraphe 4.4.2.2.1.).

La meilleure hydratation, le diamètre médian des pores inférieur et le plus faible taux de retrait empêché font que le mortier contenant 0,27 % d'ECB adhère à la brique 0%.

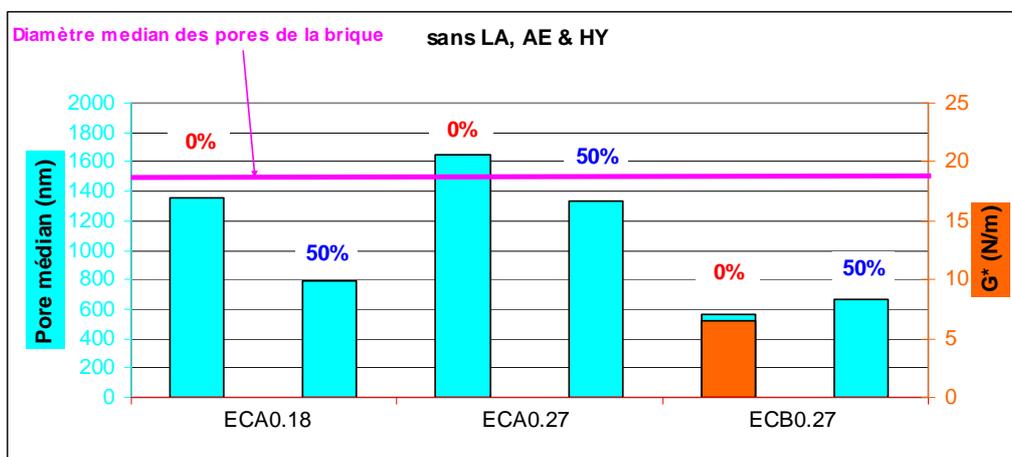


Figure 4.79 : opposition entre le diamètre médian des pores et l'énergie de décollement pour les mortiers sans latex et pour les briques 0 % et 50 %

4.6.2.5.4. Bilan

Dans le groupe de formulation sans latex, la porosité plus fine de la formulation ECB0.27 sur la brique 0% semble provenir d'un meilleur contact et d'une meilleure succion établis entre le mortier et la brique favorisant ainsi l'adhérence.

Pour les formulations contenant du latex, le diamètre médian des pores augmente avec l'ajout de latex. **Il ne semble pas y avoir de relation entre une meilleure adhérence et ce phénomène.** En effet, pour les formulations contenant 5 % de latex, le diamètre médian des pores est le plus important, **or nous avons vu dans le paragraphe 4.6.2 que l'amélioration de l'adhérence n'est pas due aux phénomènes habituels mais qu'elle provient de la pénétration et de la capacité de formation du film de latex à l'interface.**

4.6.2.6. Essai « Pull-out » et essai de flexion quatre points

4.6.2.6.1. Résultats

La Figure 4.80 regroupe les résultats des essais « Pull-out » pour certains mortiers appliqués sur les briques 0 % et 50 %. Cette figure rappelle les inconvénients de l'essai « Pull-out ». En effet, la rupture peut avoir lieu entre le mortier et le support métallique (paragraphe 1.3.3.2.1.), à l'interface mortier-brique et dans la brique lorsque le mortier contient du latex (Figure 4.81). Dans ce cas, ce n'est pas l'adhérence qui est mesurée mais la contrainte à la rupture de traction de la brique obtenue par le même essai (i.e. $1,9 \pm 0,4$ MPa). Cependant, cet essai confirme que plus le taux d'éther cellulosique est élevé, plus l'adhérence est importante. Il confirme également que le latex augmente l'adhérence d'un mortier sur un support. Enfin, cet essai ne permet pas de distinguer les différences entre les briques 0 % et 50 % et l'influence de EA.

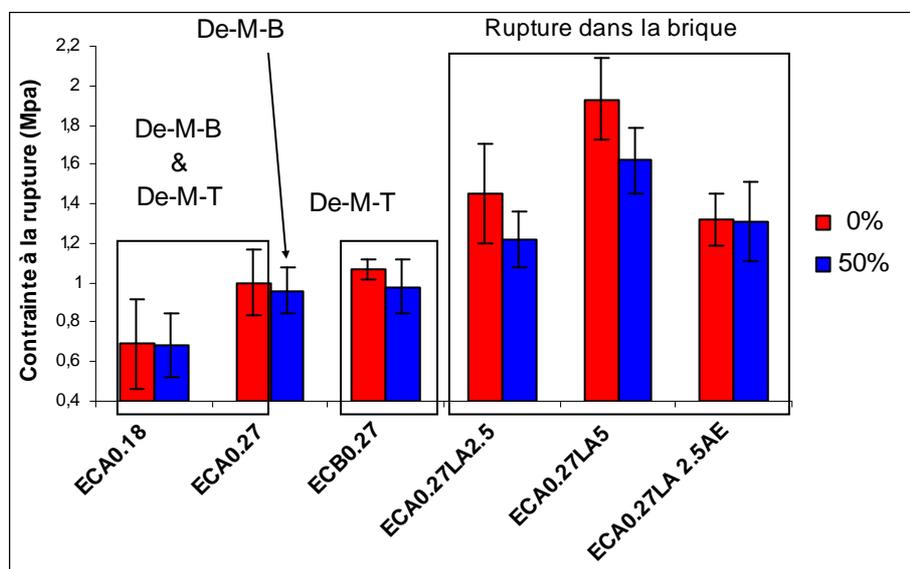


Figure 4.80: contrainte à la rupture obtenue par l'essai « pull-out » pour différents mortiers et pour les briques 0 % et 50 % (De-M-B : décohesion entre le mortier et la brique, De-M-T : décohesion entre le mortier et le support métallique T)

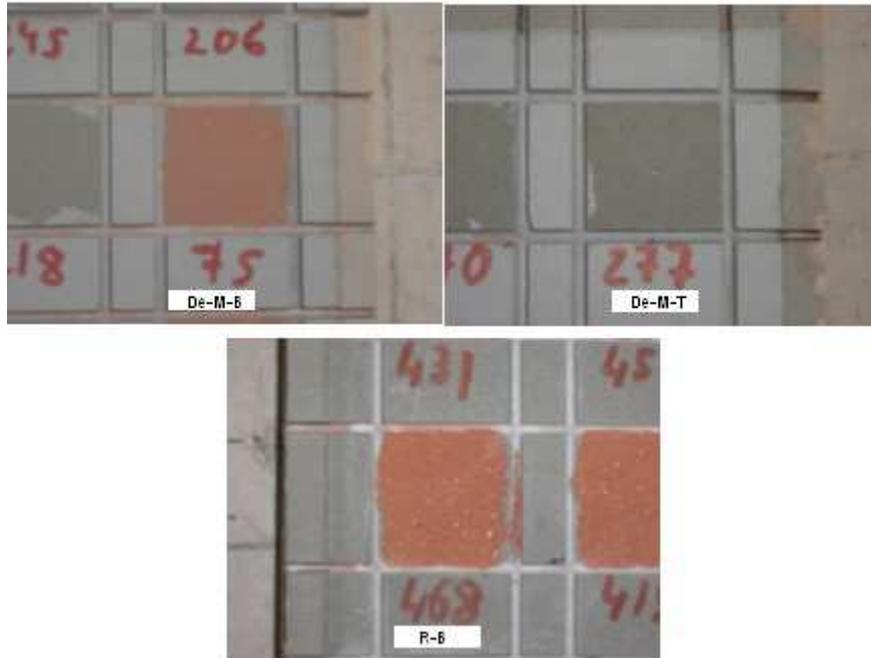


Figure 4.81 : modes de rupture pour l'essai « pull-out » ; De-M-B : décohésion à l'interface mortier-brique ; De-M-T : décohésion entre le mortier et le support T ; R-B : rupture dans la brique

4.6.2.6.2. Comparaison entre l'essai « Pull-out » et l'essai de flexion quatre points

La Figure 4.82 oppose la contrainte à la rupture obtenue par l'essai « Pull-out » à l'énergie de décollement obtenue par l'essai de flexion quatre points. **L'essai « Pull-out » ne permet pas de distinguer les deux taux de latex.** Lorsque ECA est utilisé seul, cet essai permet de distinguer les taux d'ECA. Quand les adhérences sont trop faibles (avec ECA utilisé seul), l'essai de flexion ne permet pas de distinguer les teneurs en ECA. Cependant, lorsque l'adhérence est suffisante, il permet de comparer l'effet des ajouts de latex, EA et HY.

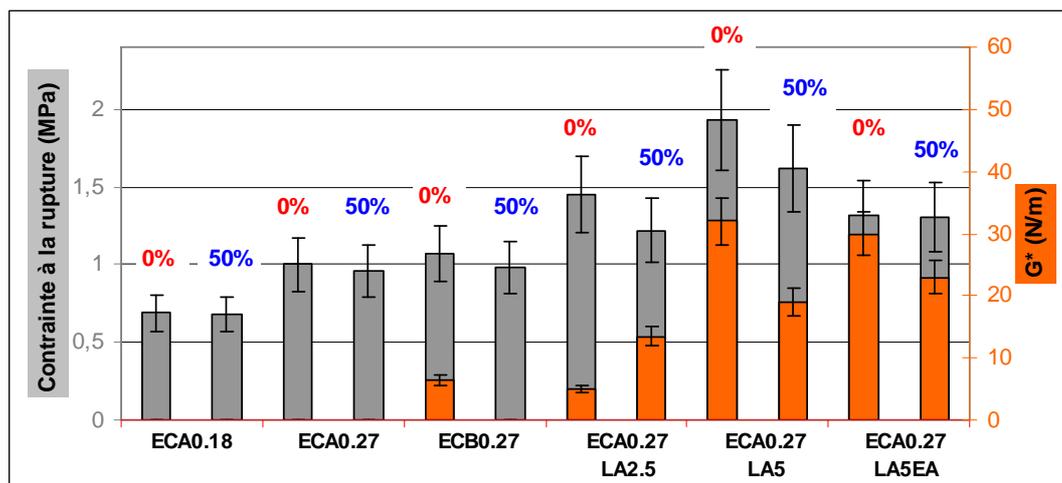


Figure 4.82 : contraintes à la rupture obtenues par l'essai « pull-out » et énergie de décollement obtenue par l'essai de flexion 4 points

4.6.3. Conclusions

L'influence des adjuvants (éther cellulosique, latex, entraîneur d'air et agent hydrofuge) sur l'adhérence d'un mortier sur un support est clairement démontrée.

En fonction du taux et de la nature d'éther cellulosique ajouté dans le mortier, il peut y avoir ou non adhérence. En effet, avec 0,27 % d'ECB, il y a adhérence entre la brique et le mortier alors qu'avec 0,27 % d'ECA, l'adhérence est nulle. Avec 2,5 % de latex, plus le taux en éther cellulosique est important, plus l'adhérence est élevée.

Par ailleurs, lorsque le taux de latex augmente, l'adhérence augmente, ce comportement est plus ou moins modifié par le degré d'imprégnation en eau de la brique. En effet, avec 2,5 % de latex, l'adhérence est plus forte sur la brique 50 % alors que ce n'est pas le cas avec 5% de latex. Avec 0,18 % d'ECA et 2,5 % de latex associé à un entraîneur d'air, ce phénomène est inversé.

Avec 5% de latex, l'ajout de l'agent hydrofuge utilisé sans entraîneur d'air augmente l'adhérence qui ne dépend alors plus du degré d'imprégnation en eau de la brique.

Le degré d'imprégnation en eau et l'ajout des différents adjuvants modifient la pénétration du latex dans les pores de la brique. Cet effet dépend évidemment de la quantité de latex introduit, plus elle est importante, plus la pénétration est élevée. Une corrélation satisfaisante entre le taux de carbone mesuré dans la brique et l'adhérence a été établie.

Il apparaît que la consistance et la mouillabilité sont d'autres facteurs influençant la création de l'adhérence. En effet, lorsqu'il n'y a pas de latex ou lorsque seulement 2,5 % de latex sont ajoutés, les mortiers contenant 0,27 % d'EC n'ont pas la même consistance et donc pas la même aptitude à créer un bon contact entre le mortier et la brique que les mortiers contenant 0,18 % d'EC. D'ailleurs, l'adhérence peut être mesurée avec 0,27 % d'EC mais pas avec 0,18 % d'EC. Ce phénomène est accentué par le degré d'imprégnation en eau de la brique qui modifie la mouillabilité du mortier.

4.7. Essais de « longueur décollée »

4.7.1. Temps de fissuration

4.7.1.1. Temps de fissuration t

La Figure 4.83 et la Figure 4.84 présentent les temps de fissuration du mortier appliqué sur la brique dans les conditions de l'essai de « longueur décollée » présenté dans le chapitre 3 (paragraphe 3.2.2.1.4). Le temps de fissuration représente la durée nécessaire à partir de la mise en place du mortier pour atteindre la fissuration. La Figure 4.83 compare les deux degrés d'imprégnation en eau de la brique pour différentes formulations. La formulation ECA0.27LA2.5EA sur la brique 0 % apparaît une nouvelle fois singulière. On remarque que le temps de fissuration augmente avec l'accroissement du taux de latex.

Sans latex ou avec 2,5 % de latex, la **nature des EC influence également le temps de fissuration**. En effet les mortiers contenant ECB fissurent moins vite que ceux contenant ECA.

Avec 5 % de latex, la résistance à la fissuration augmente nettement. La formation du film de latex associé à l'augmentation de la déformabilité peut expliquer l'augmentation du temps de fissuration.

L'association d'EA au latex permet de créer un réseau de bulles spécifiques qui est susceptible de favoriser la relaxation des contraintes (paragraphe 2.3.3.4.3.). Avec 2,5 % de latex associé à EA, nous avons vu que le diamètre médian des pores était plus élevé que celui de la formulation correspondante sans EA. Le diamètre médian des pores avec la formulation ECA0.27LA5 est d'ailleurs similaire à la formulation ECA0.27LA2.5EA. Il en résulte une résistance accrue à la fissuration pour cette formulation. Le fait d'ajouter HY au mortier précédent diminue le diamètre médian des pores, parallèlement à l'amointrissement de la résistance à la fissuration. Enfin, **l'ajout d'EA à 5% de latex augmente également le diamètre médian des pores ainsi que le temps de fissuration.**

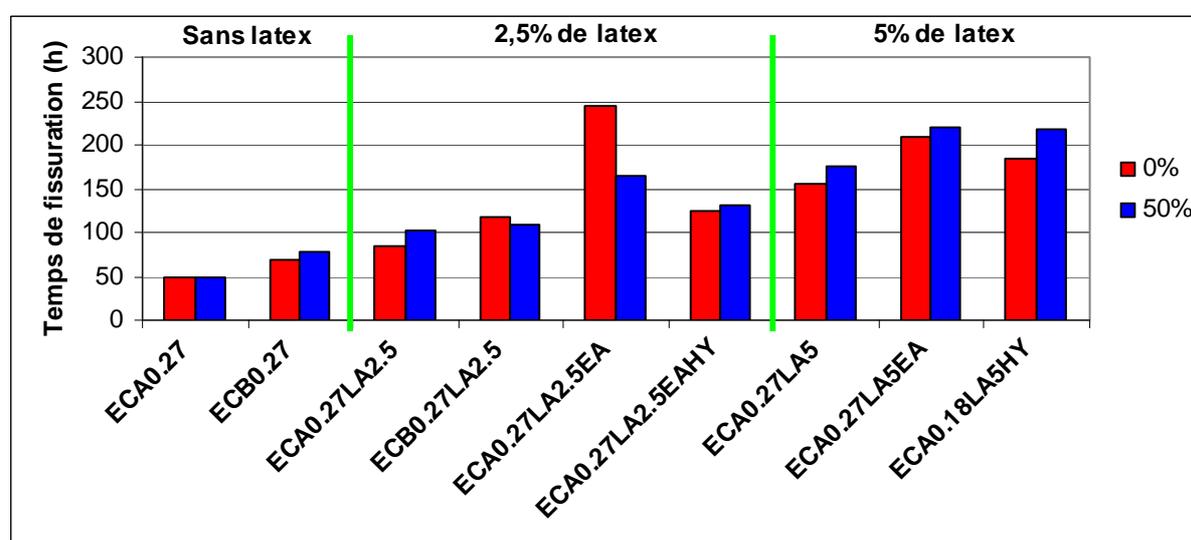


Figure 4.83 : temps de fissuration pour différents mortiers et degrés d'imprégnation de la brique

La Figure 4.84 regroupe les résultats obtenus pour un nombre plus important de mortiers au contact de la brique 0 %.

Sans latex ou avec 2,5 % de latex, les mortiers contenant 0,18 % d'ECA fissurent plus vite par rapport à leurs homologues contenant 0,27 % d'ECA. Or avec 0,27 % d'ECA, le mortier frais est plus consistant que le mortier contenant 0,18 % d'ECB. La consistance du matériau semble jouer un rôle important dans le phénomène de fissuration.

Par ailleurs, avec 5 % de latex et 0,18% d'ECA, la consistance est notablement améliorée par l'ajout de 5 % de latex, l'échéance de fissuration devient alors similaire entre les mortiers contenant les deux taux d'ECA. D'autres hypothèses permettent d'expliquer l'augmentation du temps de fissuration. La consistance, le diamètre médian des pores et la formation du film de latex sont autant de facteurs qui peuvent concourir à l'amélioration de la résistance à la fissuration.

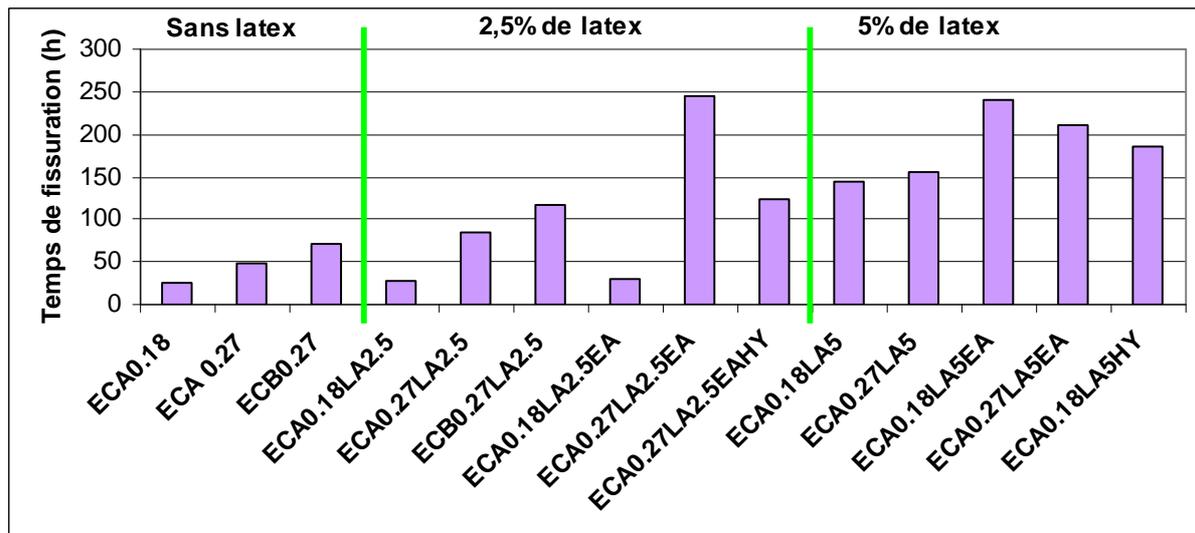


Figure 4.84 : temps de fissuration pour différents mortiers appliqués sur la brique 0%

Dans le paragraphe 4.7.1.2, nous allons vérifier certaines des hypothèses évoquées précédemment. Nous allons d'abord parler d'un phénomène se déroulant lorsque la fissuration apparaît : la déformation instantanée au moment de la fissuration.

4.7.1.2. Déformation instantanée à la fissuration ε_i

Lorsque les contraintes engendrées par le retrait empêché deviennent supérieures à la résistance en traction du matériau, la fissuration se produit. Cependant, des mortiers ayant la même résistance à la traction mais dont les modules de déformations diffèrent, ne fissureront pas en même temps. La comparaison des résistances en traction ne suffit donc pas à expliquer la meilleure résistance à la fissuration du mortier. Pour comparer deux mortiers il faut donc également vérifier si les déformabilités sont similaires. Par ailleurs, au moment de la fissuration, le mortier subit une déformation instantanée représentative des contraintes accumulées avant la rupture.

La Figure 4.85 présente la déformation instantanée au moment de la fissuration pour différents mortiers et degrés d'imprégnation en eau de la brique. La déformation du mortier au moment de la fissuration semble indépendante du support sur lequel il est appliqué.

La Figure 4.85 permet de différencier les formulations contenant du latex ou non. Dans le cas des mortiers contenant **2,5 % de latex**, ε_i est augmenté par l'ajout d'EA. **Cela confirme la capacité de ces formulations, ainsi que celles contenant 5 % de latex, à résister à la fissuration.** L'opposition entre le temps de fissuration et la déformation au moment de la fissuration est présentée dans la Figure 4.86. Globalement, les variations de la déformation semblent aller dans le même sens que le temps de fissuration. Les résultats obtenus avec la brique 50 % sont toutefois plus dispersés que ceux de la brique 0 %.

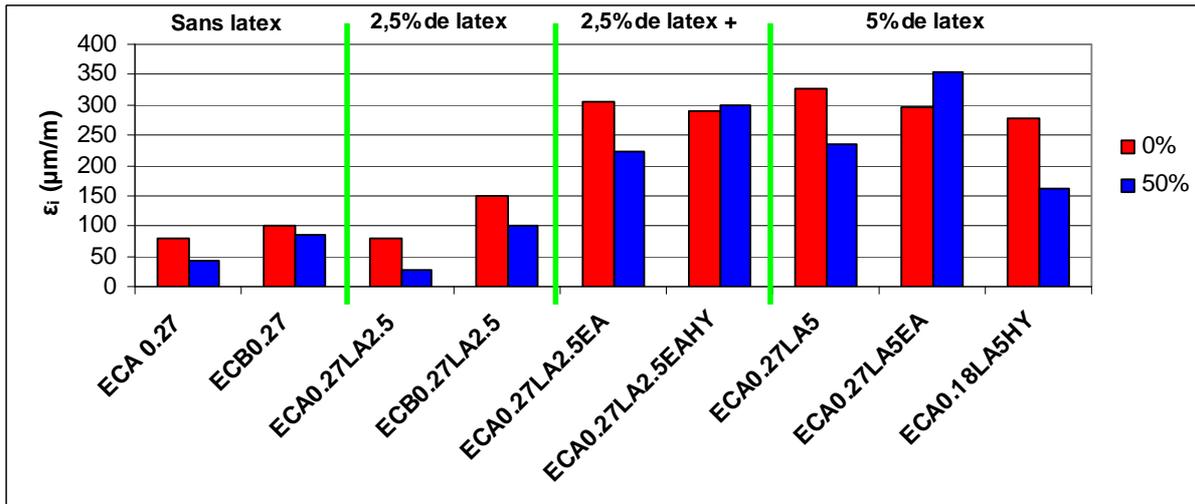


Figure 4.85 : déformation au moment de la fissuration pour différents mortiers et degrés d'imprégnation de la brique

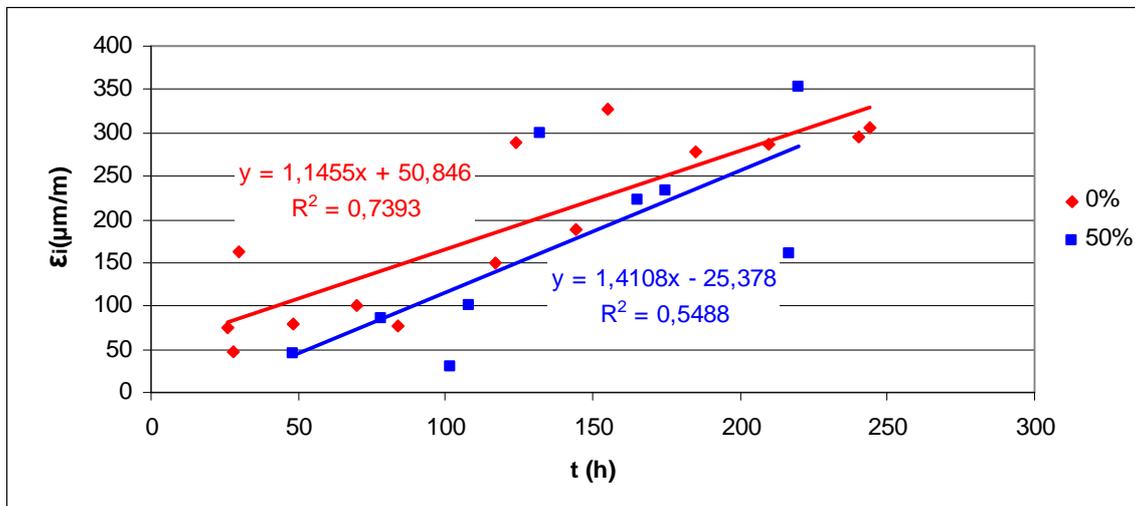


Figure 4.86 : relation entre la déformation instantanée et le temps de fissuration pour différents mortiers appliqués sur les briques 0 % et 50 %.

4.7.2. Caractérisation de la déformation à la rupture en flexion des mortiers appliqués sur la brique

L'essai de flexion trois points est réalisé sur des tranches de mortiers de $15 \times 5 \times 1$ cm prélevées dans la couche de mortier appliquée dans les conditions de l'essai « longueur décollée » (chapitre 3, paragraphe 3.2.2.1.5.). La Figure 4.87 montre un exemple de résultats obtenus avec cet essai. Ces essais sont réalisés à 3, 7 et 15 jours (resp. 72h, 168h et 360h). Ils permettent d'obtenir le module d'élasticité en flexion E_f par le calcul de la pente dans la partie linéaire de la courbe, la force à la rupture F et l'énergie de décohéation G_d par le calcul de l'aire sous la courbe F (flèche).

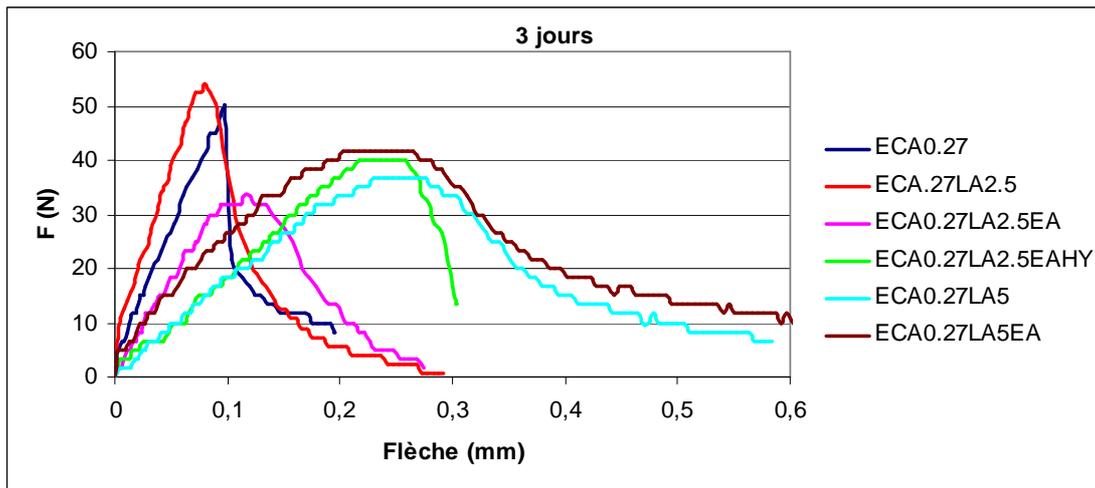


Figure 4.87 : courbes Force en fonction de la flèche obtenues avec l'essai de flexion trois points sur tranches de mortiers prélevés lors de l'essai « longueur décollée »

4.7.2.1. Module de déformation en flexion trois points

La Figure 4.88 et la Figure 4.89 présentent l'ensemble des modules obtenus pour les trois échéances (72h, 168h et 360h) pour différents mortiers sur brique 0 %.

Globalement, lorsque la quantité de latex augmente, le module de déformation diminue. Ces deux figures montrent également une diminution significative du module de déformation en flexion dès que 2,5 % de latex associé à EA sont ajoutés dans le mortier. Cette déformabilité plus élevée participe à l'augmentation de la résistance à la fissuration, c'est-à-dire à l'augmentation du temps de fissuration des mortiers contenant du latex. On parvient aux mêmes conclusions pour les mortiers appliqués sur des briques 50 %.

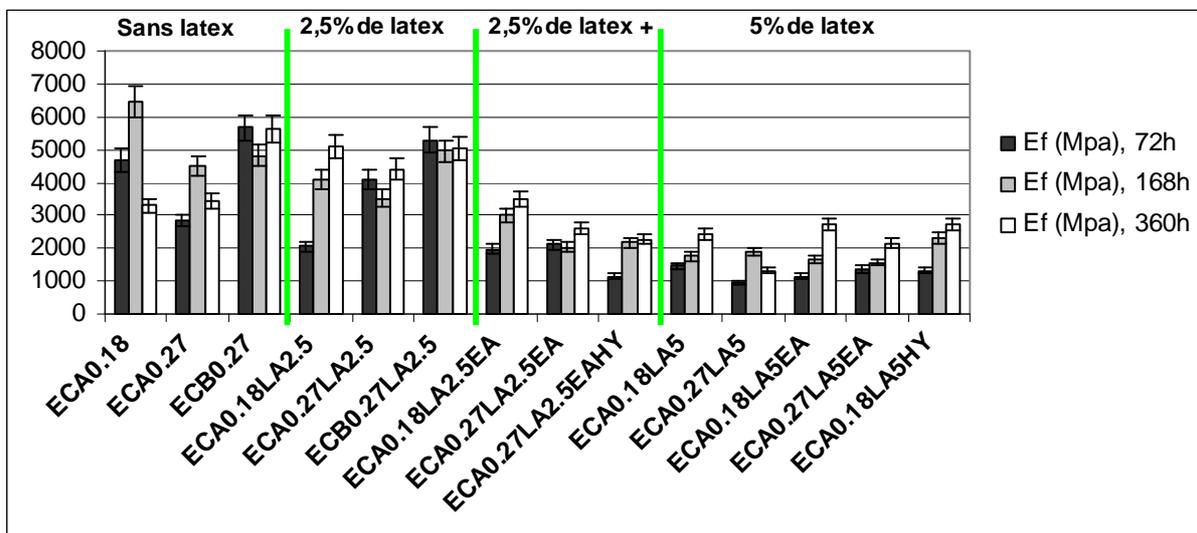


Figure 4.88 : module en flexion à 72 h, 168 h et 360 h pour différents mortiers appliqués sur la brique 0 %

La Figure 4.89 compare l'influence du degré d'imprégnation en eau de la brique pour différents mortiers, à l'échéance de 168h. Globalement, le degré d'imprégnation en eau n'influe pas de manière significative sur E_f , sauf pour les formulations sans latex ou avec 2,5

% de latex où le module est plus élevé sur la brique 50 %. Cela ne permet pas d'expliquer la différence de temps de fissuration pour ces mêmes formulations (Figure 4.83).

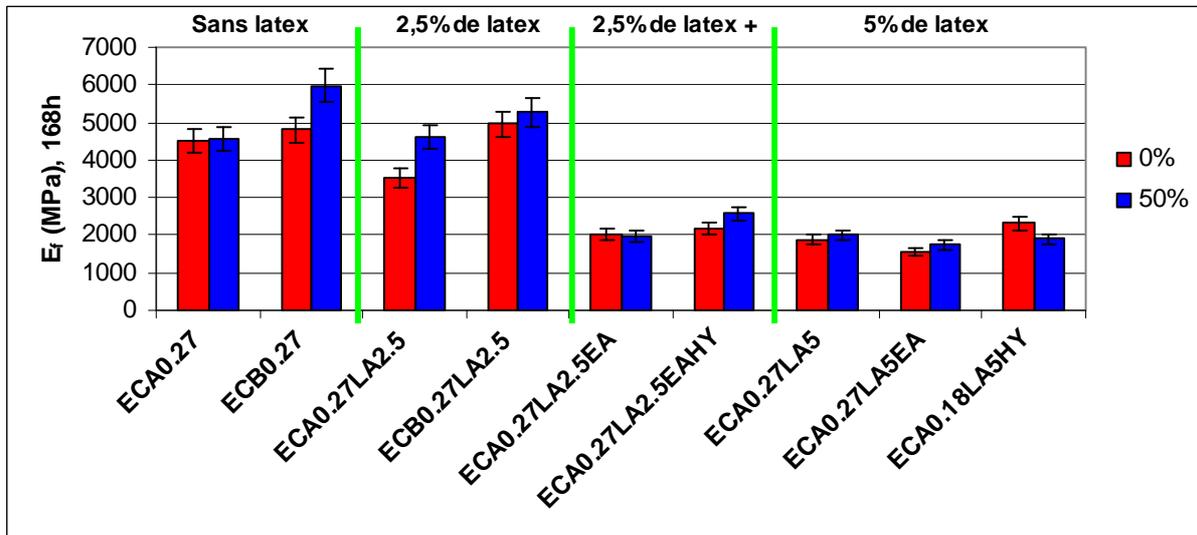


Figure 4.89 : module en flexion à 168 h pour différents mortiers et degrés d'imprégnation en eau de la brique

4.7.2.2. Force à la rupture F en flexion des mortiers appliqués sur la brique

La Figure 4.90 présente les forces à la rupture pour des mortiers coulés sur les briques 0 % et 50 % aux trois échéances.

Pour les mortiers contenant 2,5% de latex et EA ou 5 % de latex, les forces à la rupture diminuent par rapport aux formulations sans latex ou avec seulement 2,5 % de latex. Cela peut être associé à l'augmentation du diamètre médian des pores observée pour ces formulations.

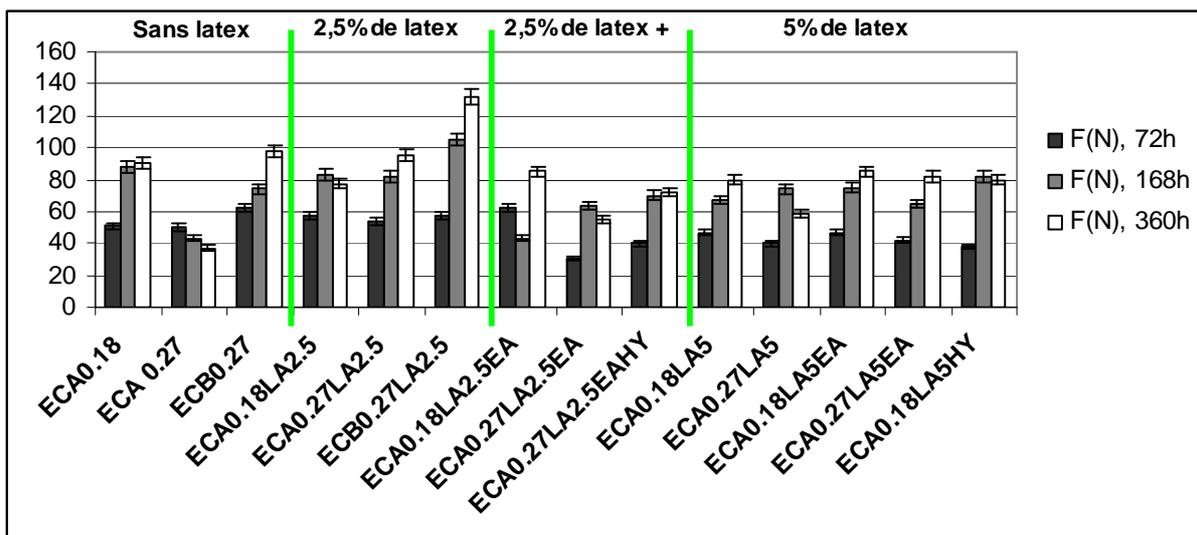


Figure 4.90 : force à la rupture en flexion à 72 h, 168 h et 360 h pour différents mortiers appliqués sur la brique 0 %

La Figure 4.91 compare l'influence du degré d'imprégnation en eau de la brique pour différents mortiers à l'échéance de 168h. Pour les formulations avec 2,5 % de latex associé à

EA et celles avec 5 % de latex associé ou non à EA, **le degré d'imprégnation en eau de la brique n'a pas d'influence sur la force à la rupture**. Par contre, pour les autres formulations, F est plus élevée sur la brique 50 % que sur la brique 0 %, ce qui peut expliquer l'augmentation du temps de fissuration sur la brique 50 % pour certaines de ces formulations (Figure 4.83)

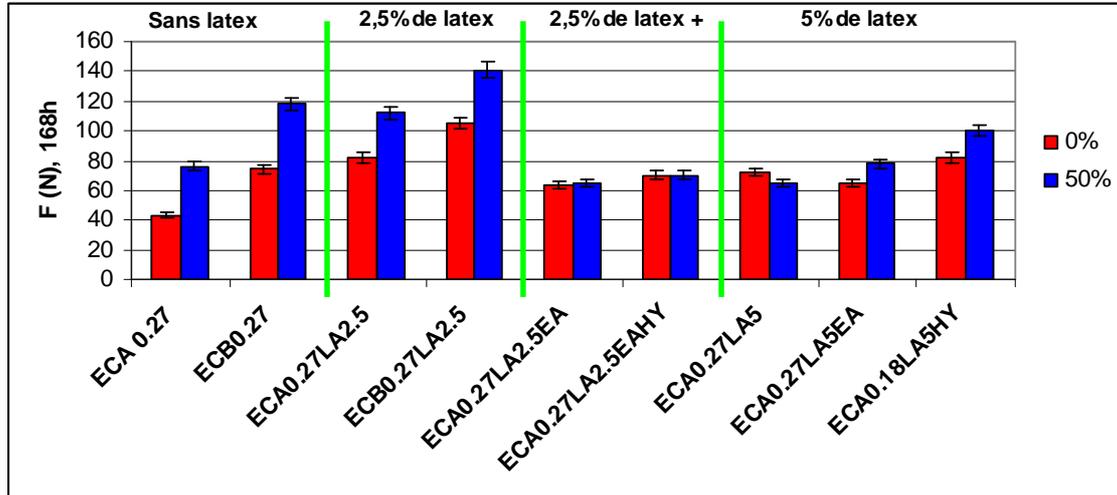


Figure 4.91: force à la rupture en flexion à 168 h pour différents mortiers et degrés d'imprégnation en eau de la brique

4.7.2.3. Energie de rupture G_r

Le calcul de G_r permet de visualiser l'aptitude à résister à la fissuration. La Figure 4.92 présente les valeurs de G_r obtenues pour les briques 0 %

Contrairement au module E_f et à la force à la rupture F , l'énergie de rupture G_r ne permet pas de distinguer de différences dans les formulations contenant 2,5 % de latex avec ou sans EA. Cependant, elle permet de distinguer l'influence du taux de latex. En effet, **avec 5 %, G_r est plus élevé qu'avec 2,5 %, ce qui met en évidence l'influence de la formation du film de latex sur la résistance à la fissuration du mortier et la modification du réseau poreux par l'ajout de latex associé ou non à EA.**

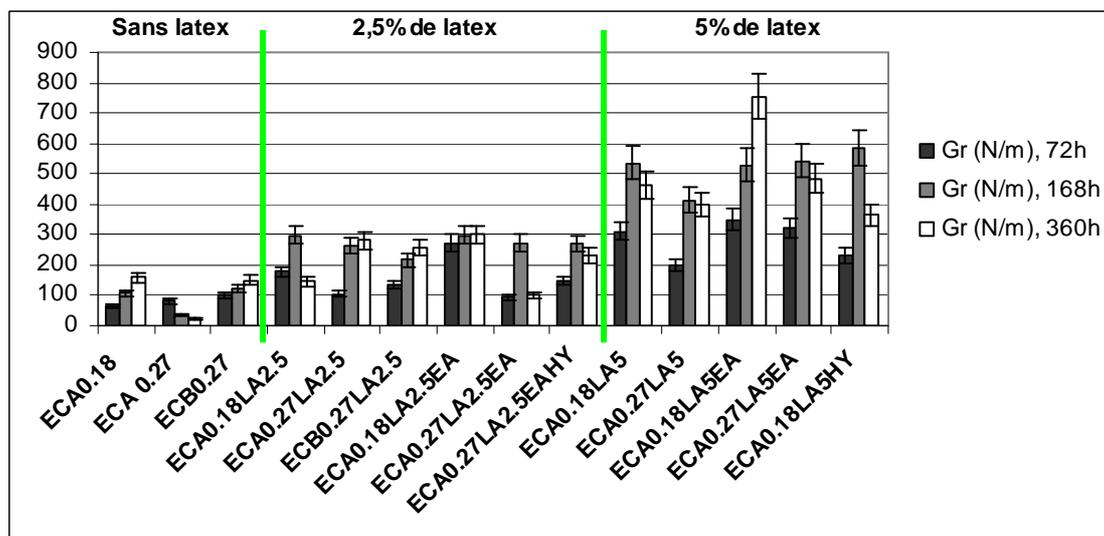


Figure 4.92 : énergie de rupture à 72 h, 168 h et 360 h pour différents mortiers appliqués sur la brique 0 %

La Figure 4.93 compare l'influence du degré d'imprégnation en eau sur G_r pour différentes formulations à l'échéance 168h. **L'énergie de rupture n'est pas significativement influencée par le degré d'imprégnation en eau de la brique.** Cependant, pour les formulations sans latex ou seulement 2,5 % de latex, G_r a une tendance à être supérieure pour la brique 50 % contrairement aux autres formulations dont le comportement est opposé. C'est à ce niveau que la distinction citée précédemment des formulations contenant 2,5 % de latex peut être remarquée (famille 2,5 % de latex +, Figure 4.93 et Figure 4.91). Cela contribue également à expliquer le changement apporté par la filmification plus importante du latex avec les formulations contenant 5 % de latex.

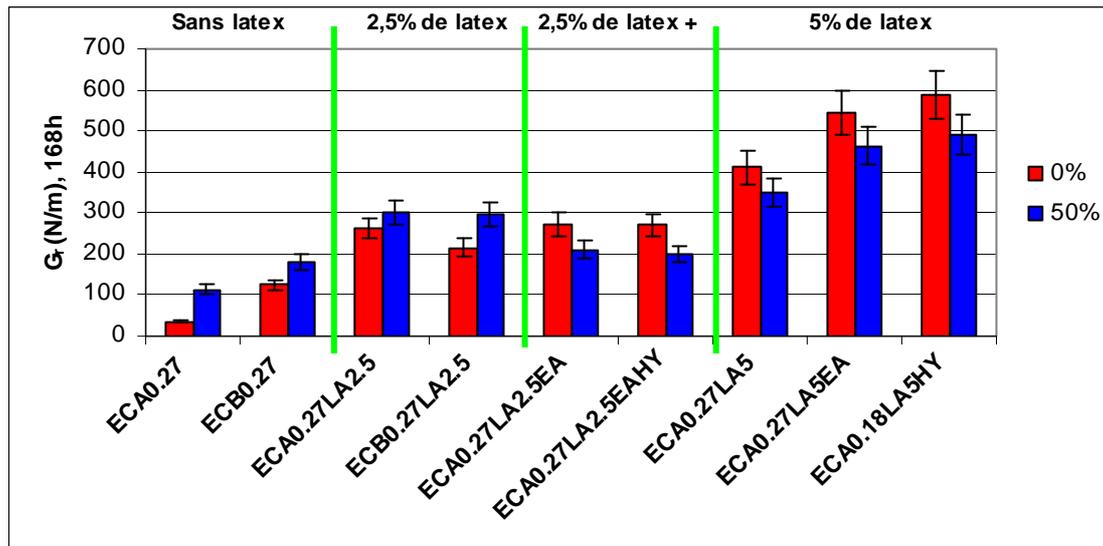


Figure 4.93 : énergie de rupture à 168 h pour différents mortiers et degrés d'imprégnation en eau de la brique

4.7.2.4. Contraintes à la rupture σ_f et module de déformation E_f au moment de la fissuration

A partir des valeurs obtenues lors des trois échéances, on peut tracer les courbes $\sigma_{f(t)}$ et $E_{f(t)}$ comme pour le module de déformation dynamique de la Figure 4.13. On peut ainsi en déduire la contrainte et le module de déformation au moment de la fissuration.

4.7.2.4.1. Brique 0 %

La Figure 4.94 oppose $\sigma_{f(t)}$ et $E_{f(t)}$ au moment de la fissuration au temps de fissuration (t) pour différents mortiers appliqués sur la brique 0 %.

Sans latex et avec 2,5 % de latex, avec ou sans EA, **plus la contrainte à la rupture au moment de la fissuration est élevée, plus la fissuration est retardée.** L'augmentation du taux d'ECA engendre une plus grande résistance du mortier, retardant ainsi la fissuration, ce qui est en accord avec les observations au MEB soulignant une plus faible cohésion du mortier contenant 0,18 % d'ECA (Figure 4.16). La nature des EC influence la valeur de contrainte à la rupture. En effet, l'échange d'ECA par ECB engendre une plus grande résistance en flexion et un décalage du temps de fissuration (ECA0.27 et ECB0.27 ou ECA 0.27LA2.5 et ECB0.27LA2.5).

L'influence de EA est notable pour les formulations contenant 0,27 % d'ECA. Dans ce cas de la formulation ECA0.27LA2.5, l'ajout d'EA fait chuter la contrainte à la rupture mais également le module de déformation. Le temps de fissuration est également allongé. Dans ce cas, c'est bien le module de déformation qui semble prépondérant vis-à-vis de la susceptibilité à la fissuration.

Avec 5 % de latex (Figure 4.95), la différence entre les deux taux d'ECA n'apparaît plus essentielle. L'ajout d'EA entraîne une meilleure résistance à la fissuration par l'augmentation de la résistance en flexion dans le cas des formulations contenant 0,18 % d'ECA et de la diminution du module de déformation avec 0,27 % d'ECA. L'ajout de HY à 5 % de latex et 0,18 % d'ECA montre bien l'effet du module de déformation sur la résistance à la fissuration. En effet, si on compare ECA0.18LA5EA et ECA0.18LA5HY, les deux mortiers ont des contraintes à la rupture similaires mais le mortier contenant HY possède un plus fort module de déformation ; il en découle une diminution du temps de fissuration.

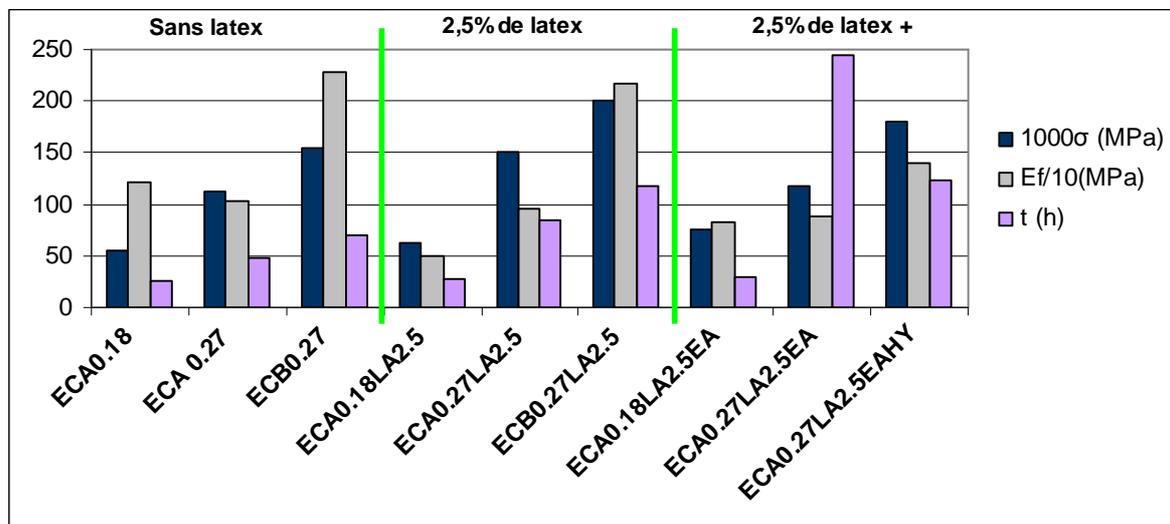


Figure 4.94 : contrainte à la rupture σ_f , module de déformation E_f et temps de fissuration t pour différentes compositions de mortier appliqué sur la brique 0%

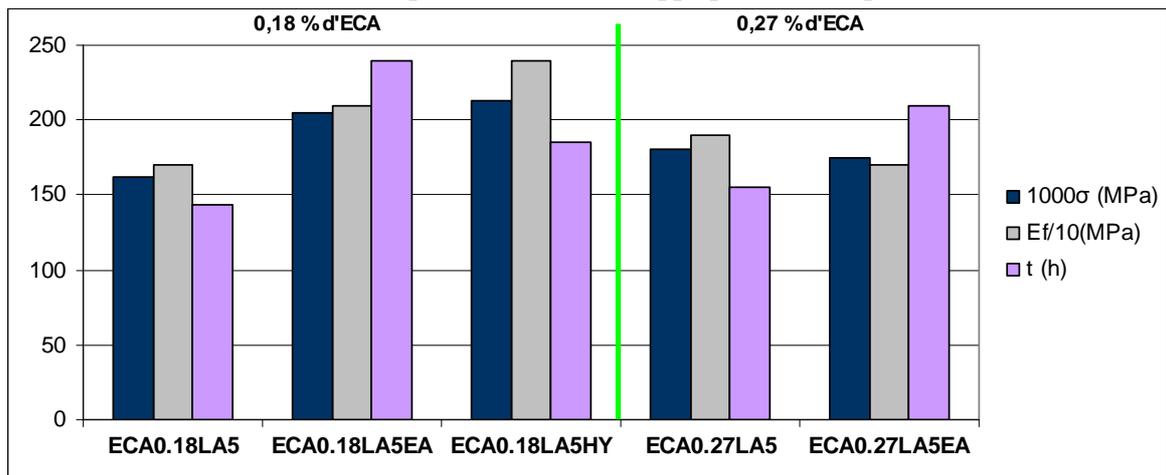


Figure 4.95 : $\sigma_{f(t)}$, $E_{f(t)}$ et t pour divers mortiers contenant au moins 5 % de latex et appliqués sur la brique 0 %

4.7.2.4.2. Brique 50 %

L'influence du module de déformation sur la fissuration peut se voir avec la Figure 4.96. Cette figure présente $\sigma_{f(t)}$, $E_{f(t)}$ au moment de la fissuration et le temps de fissuration (t) pour

des mortiers appliqués sur la brique 50 %. Avec 5 % de latex, les contraintes à la rupture ne sont pas forcément supérieures à celles des formulations en contenant moins mais les modules de déformation sont nettement inférieurs. Il en résulte un temps de fissuration plus élevé. On peut observer le même comportement avec les groupes de formulations contenant 2,5 % de latex avec ou sans EA. Dans le cas de la brique 50 %, pour l'ensemble il n'y a pas de corrélation des formulations entre la contrainte à la rupture et le temps de fissuration. Cela dénote l'influence de la formation du film de latex dans la matrice cimentaire qui est modifiée par le degré d'imprégnation en eau de la brique.

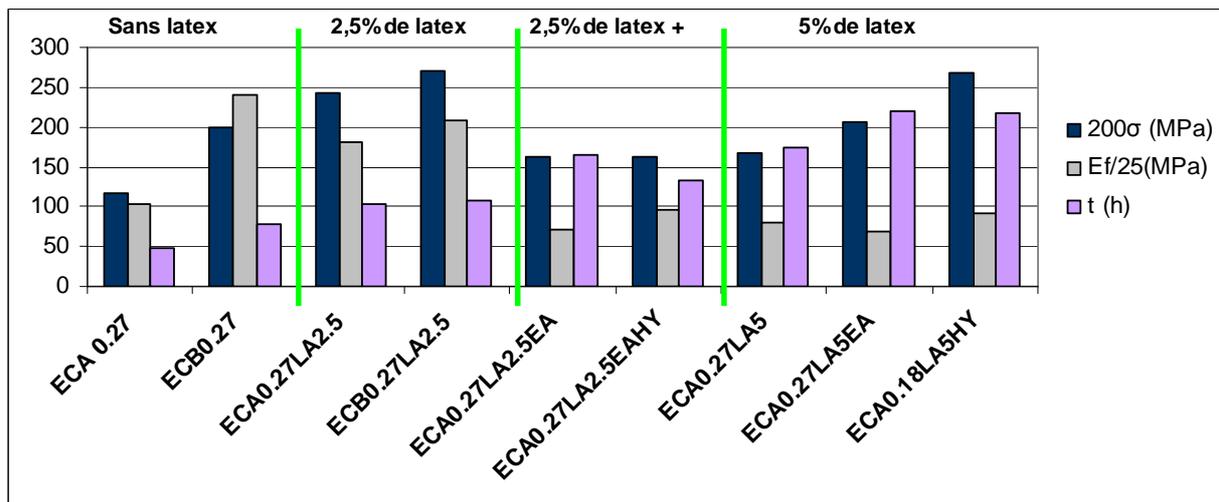


Figure 4.96 : contraintes à la rupture σ_f , module de déformation E_f et temps de fissuration t pour différentes compositions de mortier appliqué sur la brique 50%

4.7.2.4.3. Bilan

La relation entre le temps de fissuration et la contrainte à la rupture au moment de la fissuration est présentée dans la Figure 4.97. La relation entre le module et le temps de fissuration est présentée dans la Figure 4.98. Au niveau de l'influence de la contrainte à la rupture sur le temps de fissuration (Figure 4.97), il apparaît deux familles de formulations. La première est composée par les formulations sans latex et avec 2,5 % de latex, la seconde par les formulations contenant 2,5 % de latex et plus et 5 % de latex au moins. La première famille résiste moins à la fissuration que la seconde, les familles résistant le mieux étant celles possédant la plus grande résistance à la rupture, à savoir les formulations contenant au moins 5 % de latex. **Pour les deux familles, plus la contrainte à la rupture est élevée plus la résistance à la fissuration est importante.** De plus, les mortiers avec 2,5 % de latex (avec EA ou HY) et ceux contenant au moins 5 % de latex peuvent avoir des valeurs de contraintes à la rupture et de temps de fissuration similaires mais qui ont tendance à être moindre pour les mortiers contenant 2,5 % de latex et plus. La différence vient alors d'un module de déformation qui a tendance à être inférieur pour les mortiers contenant au moins 5 % de latex (Figure 4.98), permettant une plus grande déformabilité. Pour les formulations sans latex, on peut voir que même avec des modules faibles (zone 1 et 2 de la Figure 4.98), le temps de fissuration est peu important du fait d'une plus faible résistance à la rupture. Dans la zone 2 de la Figure 4.98, les temps de fissuration plus importants sont à associer à la plus forte contrainte à la rupture de certaines formulations. Dans la zone 3 de la Figure 4.98, les plus faibles modules peuvent expliquer des temps de fissuration plus élevés, malgré une plus faible contrainte à la rupture. Enfin, dans la zone 4, les modules sont similaires, la résistance à la fissuration est à associer aux plus fortes contraintes à la rupture.

Le temps de fissuration apparaît donc prioritairement gouverné par la résistance à la rupture, puis par le module de déformation essentiellement pour les formulations contenant 2, 5 % de latex avec EA.

La Figure 4.98 souligne également les tendances déjà observées. La zone 1 rassemble les résultats des formulations contenant 0,18 % de latex (hors ajout de 5 % de latex), la zone 2 les résultats pour les mortiers contenant 0,27 % d'EC, la zone 3 les résultats pour les mortiers contenant 0,27 % d'EC et 2,5 % de latex au moins et la zone 4 les résultats des mortiers contenant 2,5 % de latex et plus, ainsi que les formulations avec au moins 5 % de latex. Les mortiers de la zone 1 sont moins consistants que ceux de la zone 2, ils fissurent plus tôt. Les mortiers de la zone 3 ont des formations de comatrice latex ciment et de film de latex possible, ils fissurent plus tardivement, cet effet étant accentué par EA. Enfin, les mortiers de la zone 4 ont des formations de film et de comatrice plus importantes, ils fissurent encore plus tard, cet effet étant également accentué par EA.

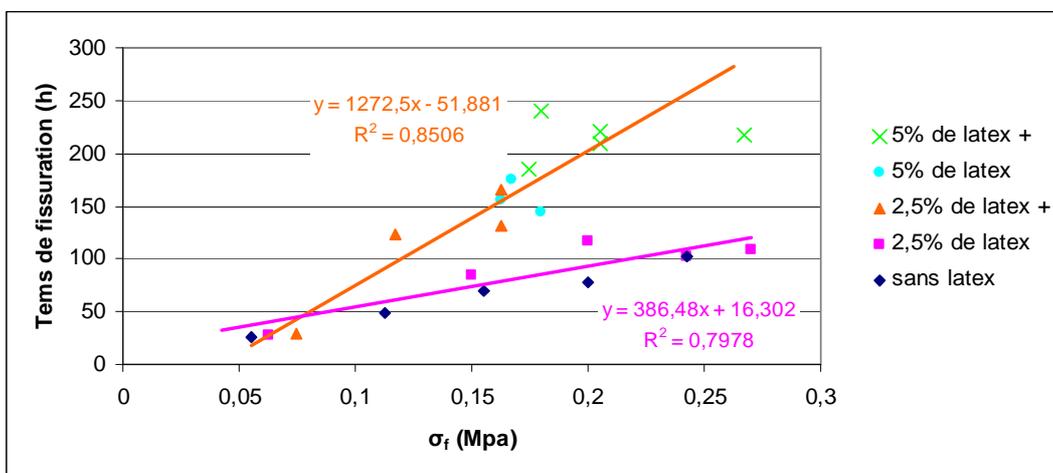


Figure 4.97 : relation entre temps de fissuration et contrainte à la rupture au moment de la fissuration pour des mortiers appliqués sur les briques 0 % et 50 %

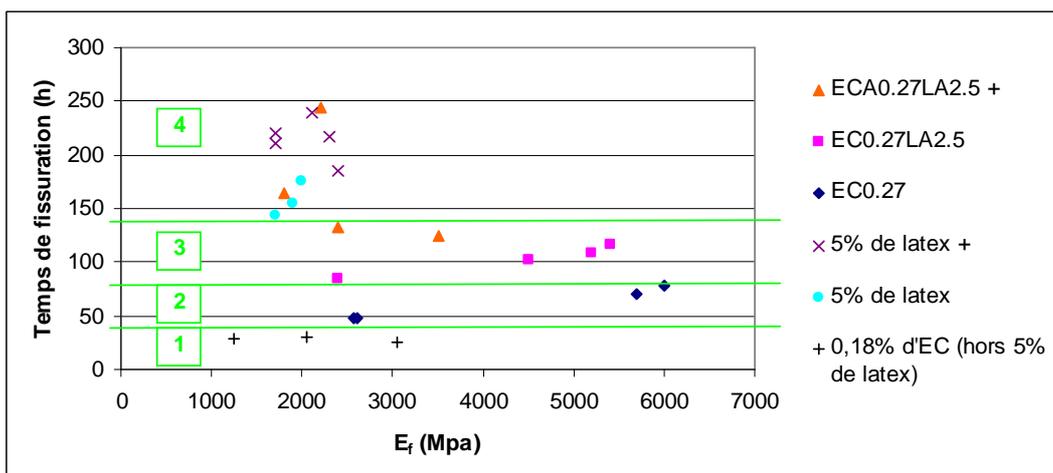


Figure 4.98 : temps de fissuration en fonction du module de déformation pour des mortiers appliqués sur les briques 0 % et 50 %

4.7.3. Oppositions entre temps de fissuration et autres grandeurs

4.7.3.1. Opposition entre le temps de fissuration et le retrait empêché à 23h

4.7.3.1.1. Brique 0 %

La Figure 4.99 oppose $R_{s(23h)}$ au temps de fissuration t pour différents mortiers appliqués sur la brique 0 %.

Sans latex ou avec 2,5 % de latex avec ou sans EA, plus le taux de retrait empêché est faible, plus le temps de fissuration est élevé. Avec 5 % de latex, ce n'est plus le cas ; les interactions avec le latex et la filmification peuvent expliquer ces résultats.

Pour le mortier ECA0.27LA2.5EA, $R_{s(23h)}$ est le plus faible de toutes les formulations, la contrainte à la rupture est correcte et le module de déformation est un des plus bas, il en résulte un temps de fissuration le plus important de toute les formulations.

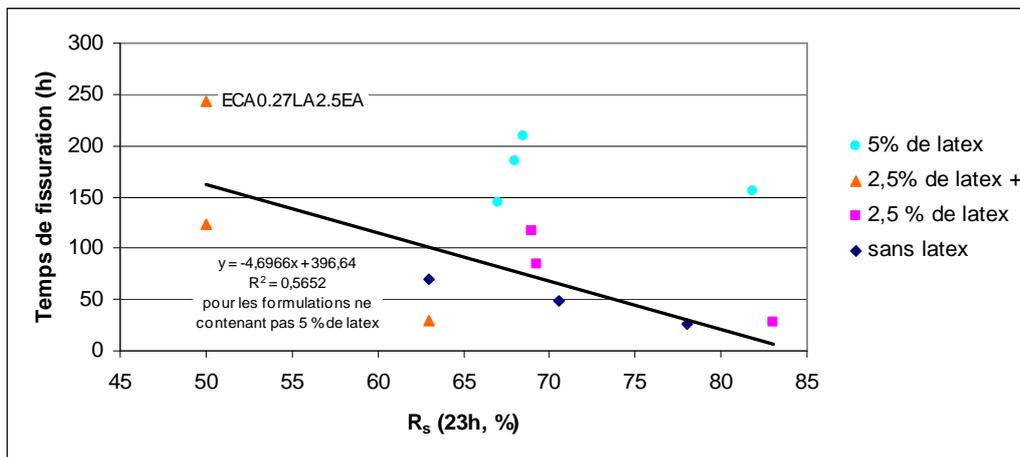


Figure 4.99 : temps de fissuration en fonction du taux de retrait empêché à 23h (brique 0%)

4.7.3.1.2. Brique 50 %

La Figure 4.100 oppose $R_{s(23h)}$ au temps de fissuration t pour différents mortiers appliqués sur la brique 50 %. Cette figure confirme que pour les formulations contenant pas ou peu de latex, plus le taux de retrait empêché est faible plus le temps de fissuration est élevé.

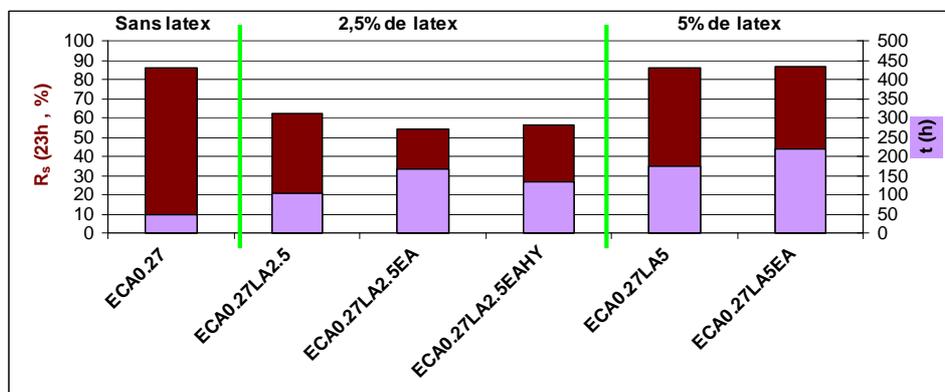


Figure 4.100 : opposition entre taux de retrait empêché et temps de fissuration pour différents mortiers appliqués sur la brique 50 %

4.7.3.2. Opposition entre le temps de fissuration t et l'énergie de G^*

La Figure 4.101 oppose le temps de fissuration à l'énergie de décollement pour des mortiers appliqués sur la brique 0 %. Nous avons vu dans les paragraphes 4.2 et 4.6.2.2 que la formation de film de latex est plus importante avec 5 % de latex et que G^* peut être reliée à cette formation. L'opposition entre G^* et le temps de fissuration peut donc montrer l'influence de la filmification du latex dans la matrice cimentaire sur le temps de fissuration. Les grandes énergies de décollement sont associées au taux important de latex et aux temps élevés de fissuration. Le film de latex et la comatrice latex-ciment jouent donc un rôle important dans la résistance à la fissuration. Les formulations contenant 0,27 % d'ECA, du latex et EA ont les temps de fissuration les plus élevés montrant ainsi le rôle de la relaxation de contraintes engendré par le réseau de bulles spécifique. On peut distinguer 2 familles de formulations, la première concernant les mortiers avec 2,5 % de latex, et la seconde avec 2,5 % de latex et plus ainsi que 5 % de latex.

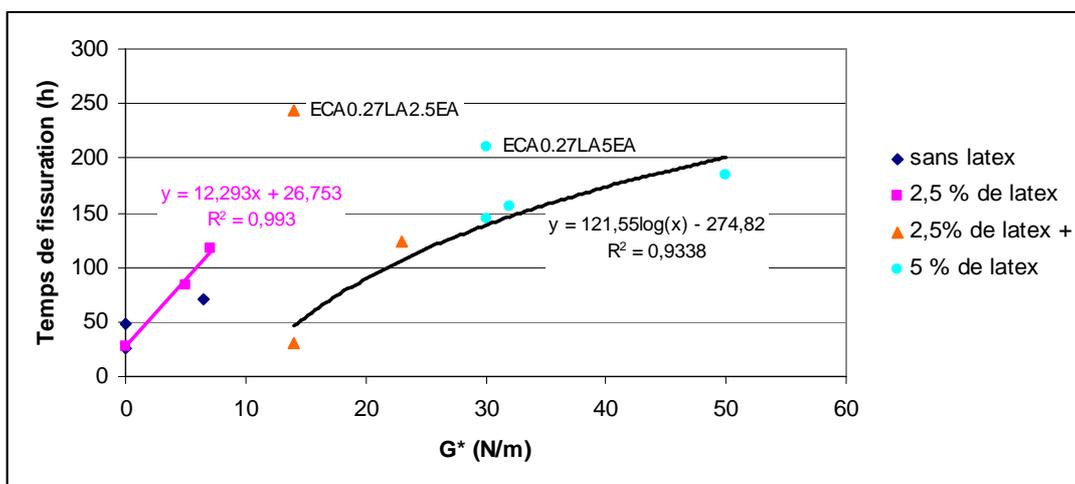


Figure 4.101 : temps de fissuration en fonction de G^* (brique 0 %)

La Figure 4.102 relie le temps de fissuration et l'énergie de décollement pour des mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA appliqués sur la brique 50 %. Sur la brique 50 %, une **corrélation** unique, indépendante du type d'addition, apparaît **entre le temps de fissuration et G^*** (et donc entre le temps de fissuration et la filmification).

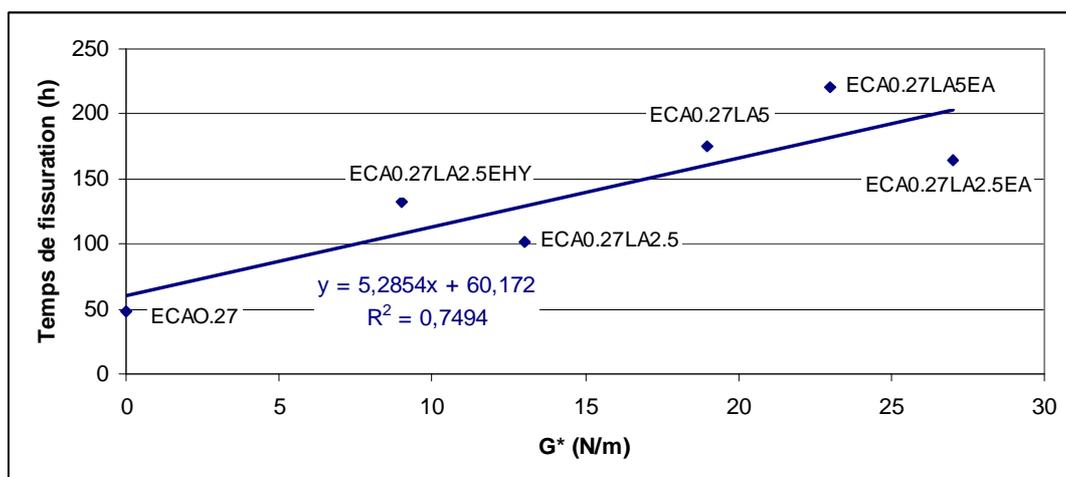


Figure 4.102 : temps de fissuration en fonction de G^* (brique 50 %)

5. Conclusions

L'objectif de ce travail a consisté à étudier l'influence de l'ajout dans un mortier d'éthers celluloses, d'un latex, d'un entraîneur d'air et d'un agent hydrofuge sur deux indicateurs de durabilité, l'adhérence et la fissuration. Le support de pose retenu est de la brique avec deux degrés d'imprégnation en eau. Les principaux paramètres déterminants vis-à-vis de l'adhérence et de la fissuration ont également été caractérisés à savoir les retraits au jeune âge et à long terme (28 jours), les résistances en compression et en flexion ainsi que les modules de déformation. Une procédure particulière a été développée pour accéder aux variations dimensionnelles du mortier appliqué sur le support et pour quantifier le taux d'empêchement du retrait. Afin de mieux appréhender l'influence des paramètres de formulation et du taux d'imprégnation en eau du support sur les indicateurs de durabilité (adhérence et fissuration), des caractérisations complémentaires ont également été réalisées. Il s'agit essentiellement de caractérisations microstructurales (porosité, hydratation, observations au MEB).

Caractéristiques générales

Les différents adjuvants ont une influence sur l'ensemble des caractéristiques mesurées. Le Tableau 5.1 récapitule ces influences. Globalement, la *mva* à l'état frais diminue avec le taux d'adjuvants alors qu'en même temps, la porosité totale augmente. La nature des EC modifie les résistances en flexion et en compression qui sont plus élevées pour les mortiers contenant ECB par rapport aux mortiers contenant ECA. La cohésion du matériau apparaît meilleure avec ECB. Par ailleurs, l'ajout de latex augmente la résistance en flexion mais diminue la résistance en compression, l'ajout d'EA ou de HY accentuant ce phénomène. Enfin, le module dynamique est plus élevé pour les mortiers contenant ECB et diminue significativement avec l'addition du latex dans le mortier.

Tableau 5.1 : caractéristiques générales

Adjuvants	<i>mva</i> à l'état frais	<i>mva</i> à 28 jours	Porosité à l'eau	Perte de masse	Rf	Rc	Edyn
Taux d'EC qui augmente	-	-	- seul + avec latex	+	-	+	-
Nature d'EC	=	=	ECB < ECA	ECB < ECA	ECB > ECA	ECB > ECA	ECB > ECA
Latex	--	--	+	+	+	-	--
EA (avec EC et latex)	-	-	+ avec 2,5% de latex = avec 5% de latex	=	= avec 2,5% de latex - avec 5% de latex	-	-
HY (avec EC et latex)	= avec EA + seul	?	+ avec EA	=	- avec EA	- avec EA	= avec EA + sans EA

Observations au MEB, Distribution porosimétrique, Hydratation

Le Tableau 5.2 récapitule l'influence des adjuvants et de l'imprégnation en eau de la brique sur la formation du film de latex et de la comatrice ciment-latex, sur la distribution porosimétrique, sur la porosité totale et sur l'hydratation des différents mortiers. Les observations au MEB ont montré que la quantité d'EC influence la cohésion du matériau. De plus, la formation du film de latex est influencée par le type d'EC et par EA. En effet, en présence d'EA, le film semble plus fragile que celui formé sans EA. Par ailleurs, la distribution porosimétrique est plus fine avec ECB. Le diamètre médian des pores augmente avec l'addition du latex, ce phénomène étant accentué par l'addition d'EA, alors que HY

diminue de nouveau le diamètre médian des pores. La porosité totale mesurée par intrusion de mercure est plus faible avec ECB qu'avec ECA, elle augmente avec l'ajout des autres adjuvants. De plus, le mortier appliqué sur la brique semble mieux hydraté avec ECB par rapport aux mortiers contenant ECA. Enfin, l'addition de latex augmente les teneurs en portlandite et en calcite, soulignant une meilleure hydratation et une carbonatation plus élevée.

Tableau 5.2 : influence des adjuvants et de l'imprégnation en eau du support sur la microstructure et sur l'hydratation des mortiers

Adjuvants	Observations au MEB	Distribution porosimétrique	Porosité totale	ATG
Taux d'EC	Microfissuration avec 0,18 %	Elargissement avec le taux qui diminue	Plus grande avec un taux plus élevé	=
Nature d'EC	Films de latex + présents avec ECB	Diminution du diamètre médian avec ECB, Réseau spécifique de bulles pour chaque EC	Plus faible avec ECB	Plus de portlandite avec ECB
Latex	Comatrice ciment-latex Film de latex continu	Avec 5 %, élargissement du pic principal, nouvelle classe de pore	Augmentation	Augmentations des teneurs en portlandite et en calcite
EA	Film de latex parsemé de trou et plus fin Modification de la pénétration du latex dans la brique	Accentue l'effet du latex	Augmentation	=
HY	Modification de la pénétration du latex dans la brique	Diminue l'effet de EA	Augmentation	=
Imprégnation en eau de la brique	Modification de la pénétration du latex dans la brique	=	=	=

Retraits, retrait empêché, évaporation et temps de prise

Le Tableau 5.3 résume l'influence des adjuvants et du degré d'imprégnation en eau de la brique sur les retraits au jeune âge et à long terme, ainsi que sur l'évaporation, le temps de prise et le taux de retrait empêché à 23 heures. Le retrait au jeune âge est conditionné par l'évaporation et la consistance lorsque le mortier contient peu de latex ($\leq 2,5$ %). De plus, la mouillabilité semble influencer le retrait au jeune âge. Par ailleurs, lorsque le mortier contient plus de latex (5 %), les formations du film de latex et de la comatrice latex-ciment sont les facteurs influents responsables de l'augmentation du retrait au jeune âge. Le temps de prise est d'ailleurs représentatif de ces formations. L'augmentation du retrait à long terme semble essentiellement due à la carbonatation plus importante engendrée par le latex. Les autres ajouts ne modifient pas le retrait à long terme. Enfin, le taux de retrait empêché est influencé par l'ensemble des adjuvants mais pas par le degré d'imprégnation en eau de la brique.

Tableau 5.3 : retraits, évaporation et temps de prise

	Retrait au jeune âge	Evaporation /Temps de prise	R _s (23h)	Retrait à long terme
Taux d'EC qui augmente	Augmentation	-/+	Diminution	=
Nature d'EC	ECB < ECA	=/ ?	ECB < ECA	=
Latex	Augmentation	+/+	Augmentation	Augmentation
EA	Dépend du taux de latex et du type d'EC	?/ ?	Diminution avec 2,5 % de latex Avec 5 %, dépend du type d'EC	=
HY	Dépend de la présence d' EA	?/ ?	Dépend d'EA et du taux d'EC	=
Imprégnation en eau de la brique	Peu d'influence	=/=	Peu d'influence	=

Adhérence et fissuration

Le Tableau 5.4 présente l'influence des adjuvants et du degré d'imprégnation en eau de la brique sur l'adhérence et la fissuration. Sans latex, une meilleure hydratation, la capacité de créer un bon contact avec le support, une porosité plus fine et une meilleure cohésion du mortier sont autant d'éléments qui favorisent l'adhérence. La fissuration est quant à elle gouvernée par la résistance à la rupture découlant de la porosité plus fine et de la meilleure cohésion.

Tableau 5.4 : adhérence et fissuration

	Adhérence	Temps de fissuration	Facteurs influents sur l'adhérence / la fissuration
Taux d'EC qui augmente	Augmentation	Augmentation	Plus consistant, mouillabilité différente, meilleure cohésion
Nature d'EC	Meilleure avec ECB	ECB > ECA	<u>Avec ECB :</u> Meilleure hydratation, porosité plus fine, meilleure cohésion, plus grande résistance à la rupture
Latex	++	++	<u>Avec 2,5 % :</u> Film de latex, R _s (23h) / résistance à la rupture <u>Avec 5 % :</u> Film de latex et pénétration du latex dans la brique / résistance à la rupture
EA	Dépend du taux de latex et de l'imprégnation en eau de la brique	+	<u>Avec 2,5 % de latex</u> R _s (23h) plus faible, module de déformation <u>Avec 5 % de latex</u> film de latex et pénétration du film de latex dans la brique / plus grande résistance à la rupture et module de déformation plus faible
HY	Dépend du taux de latex et de la présence d'EA	=	Film de latex, pénétration du film de latex. Compacité, cohésion améliorées et mouillabilité modifiée
Imprégnation en eau de la brique	Avec HY sans EA, pas d'influence	Peu d'influence	Pénétration du film de latex, mouillabilité modifiée

L'ajout de latex engendre une meilleure adhérence et une plus grande résistance à la fissuration malgré un taux de retrait empêché plus important (avec 5 % de latex). En effet, plus la quantité de latex est importante, meilleure est l'adhérence. L'adhérence est alors conditionnée par les capacités de formation du film de latex et de pénétration du latex dans la

brique. Selon l'adjuvant associé au latex et le degré d'imprégnation en eau de la brique, le contact entre le support et le mortier est modifié ainsi que la mobilité des particules de latex et leur faculté à coalescer. Il en découle des pénétrations de latex dans la brique et des formations de film différentes, conduisant alors à des adhérences plus ou moins élevées. Par ailleurs, la résistance à la fissuration est également plus élevée avec l'ajout de latex. Dans ce cas, la fissuration est contrôlée par la plus grande résistance à la rupture engendrée par la formation de film de latex et la meilleure cohésion. Le réseau de bulles spécifique aux EC et stabilisé par EA permet en outre de relaxer les contraintes internes favorisant ainsi la diminution de la susceptibilité à la fissuration. Avec 2,5 % de latex et EA, le module de déformation plus faible semble être le facteur contrôlant la fissuration. Dans ce cas, avec 0,27 % d'ECA, le taux de retrait empêché est également le plus faible de toutes les formulations. La résistance à la fissuration pour cette formulation est également une des plus importantes. Enfin, le retard de prise engendré par 5 % de latex maintient le mortier dans une phase plastique sur une durée plus longue lui permettant ainsi de mieux résister aux contraintes en décalant l'établissement des pressions capillaires par rapport au retrait par exemple.

Perspectives

Une étude rhéologique des différents mortiers permettrait de préciser le rôle de la viscosité et de la consistance des mortiers sur le retrait au jeune âge, sur l'adhérence et sur la fissuration. La caractérisation de la mouillabilité des mortiers par rapport à un support absorbant serait également essentielle afin d'évaluer la part de ce paramètre (en particulier dans la création de l'adhérence).

Enfin, l'influence des facteurs environnementaux (température, hygrométrie, vitesse du vent, carbonatation, cycles gel-dégel, cycles humidification-séchage) sur les phénomènes et les deux indicateurs de durabilité que nous avons étudiés pourrait également être analysée afin de compléter la base de données.

A partir de la base de données ainsi constituée, un modèle inverse statistique pourrait être proposé sur la base de réseau de neurones artificiels. Ce modèle validé dans le périmètre de l'étude pourrait permettre de prévoir le comportement d'une couche de mortier vis-à-vis des deux indicateurs ciblés.

6. Annexes

6.1. Fiches produits

6.1.1. Ciment

La Figure 6.1 présente la fiche technique du ciment utilisé dans notre travail.

Principaux (%)		Secondaires (%)		Sulfate de calcium (%)		Additifs (%)	
Clinker	96	Calcaire (LL)	3,2	Gypse	3	Agent de mouture	TEA 0,04
		Filler (F)	0,8			Autres	Sels chlorés 0,027
						Agent réducteur de Cr VI	Sulfate d'Etain 0,021

	Valeur usine moyenne	Limites applicables à chacun des résultats (Réf : NF EN 197-1)		Limites applicables à chacun des résultats (Réf : annexe 1 du règlement de certification NF002)	
		minimum	maximum	minimum	maximum
Résistance à la compression 1 jour (MPa)	28,7				
Résistance à la compression 2 jours (MPa)	41	28		28	
Résistance à la compression 7 jours (MPa)	55,4				
Résistance à la compression 28 jours (MPa)	64,4	50		50	
Début de prise (min)	148	40		60	
Stabilité (mm)	1,1		10		10
Masse volumique (g/cm ³)	3,14				
Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	4474				
Q12h (J/g)	287				
Q41h (J/g)	354				

Caractéristiques chimiques (%)								
MAXI : Valeurs limites applicables à chacun des résultats (Réf : NF EN 197-1, NF P 15-318)								
	Valeur usine			Valeur usine			Valeur usine	
	moyenne	MAXI		moyenne	MAXI		moyenne	MAXI
SiO ₂	18,70		S--	0,01	0,20	Insolubles	0,89	5,00
Al ₂ O ₃	6,20		Cl-	0,03	0,10	CO ₂	1,04	
Fe ₂ O ₃	2,35		Perte au feu	1,40	5,00	CaO libre	0,94	
CaO	63,67		TiO ₂	ND		Alcalins actifs	0,61	
MgO	2,65		MnO	ND				
K ₂ O	0,71		P ₂ O ₅	0,29				
Na ₂ O	0,15		Non dosé	0,62				
SO ₃	3,22	4,50						
Total : 100								

Ces valeurs, extraites de notre autocontrôle, permettent de vérifier la conformité de notre produit aux spécifications normalisées et donnent une indication pour les caractéristiques complémentaires. Elles ne constituent pas un engagement sur les résultats à venir.

Caractéristique modifiée / fiche précédente ND : non dosé Révision N° : 14 du 31/01/2005

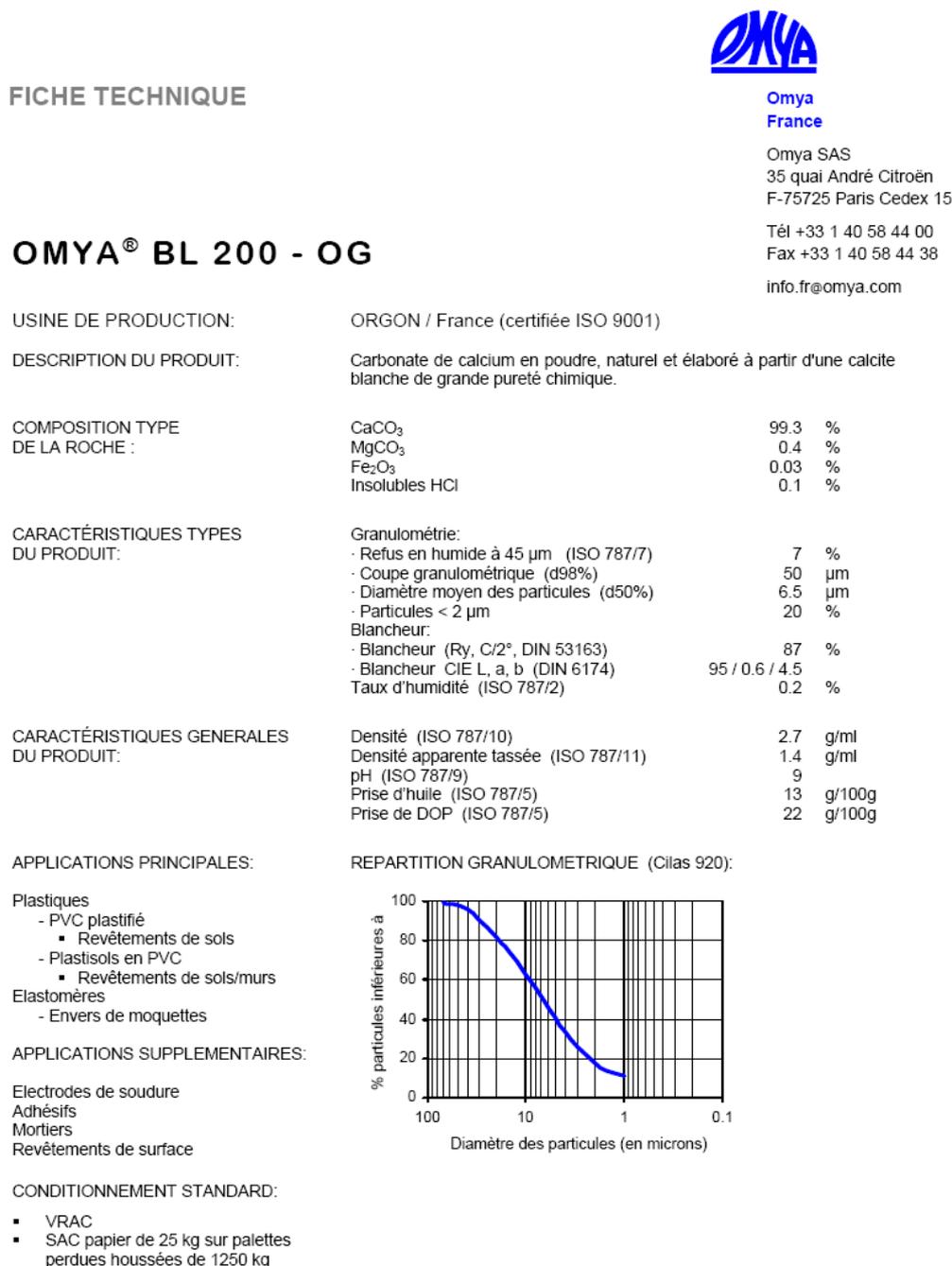
Ingénieur Technico-commercial : Jean-Louis MARSAC
 Direction des Ventes Sud-Ouest
 7, rue Jean-de-Guerlins 31103 TOULOUSE
 Téléphone : 05 62 11 53 33
 Télécopie : 05 61 41 14 51
 Direction des : www.lafarge-ciments.fr

Martres : livraison en sacs et en vrac

Figure 6.1 : fiche produit du ciment de Martres

6.1.2. Filler calcaire

La Figure 6.2 présente la fiche technique du filler calcaire utilisé dans notre travail.



Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 23.09.2005
6-PRODINFO : FROG 10320 1_F
version : 000

Figure 6.2 : fiche produit du filler calcaire

6.1.3. Sable

La Figure 6.3 présente la fiche technique du sable utilisé dans notre travail.

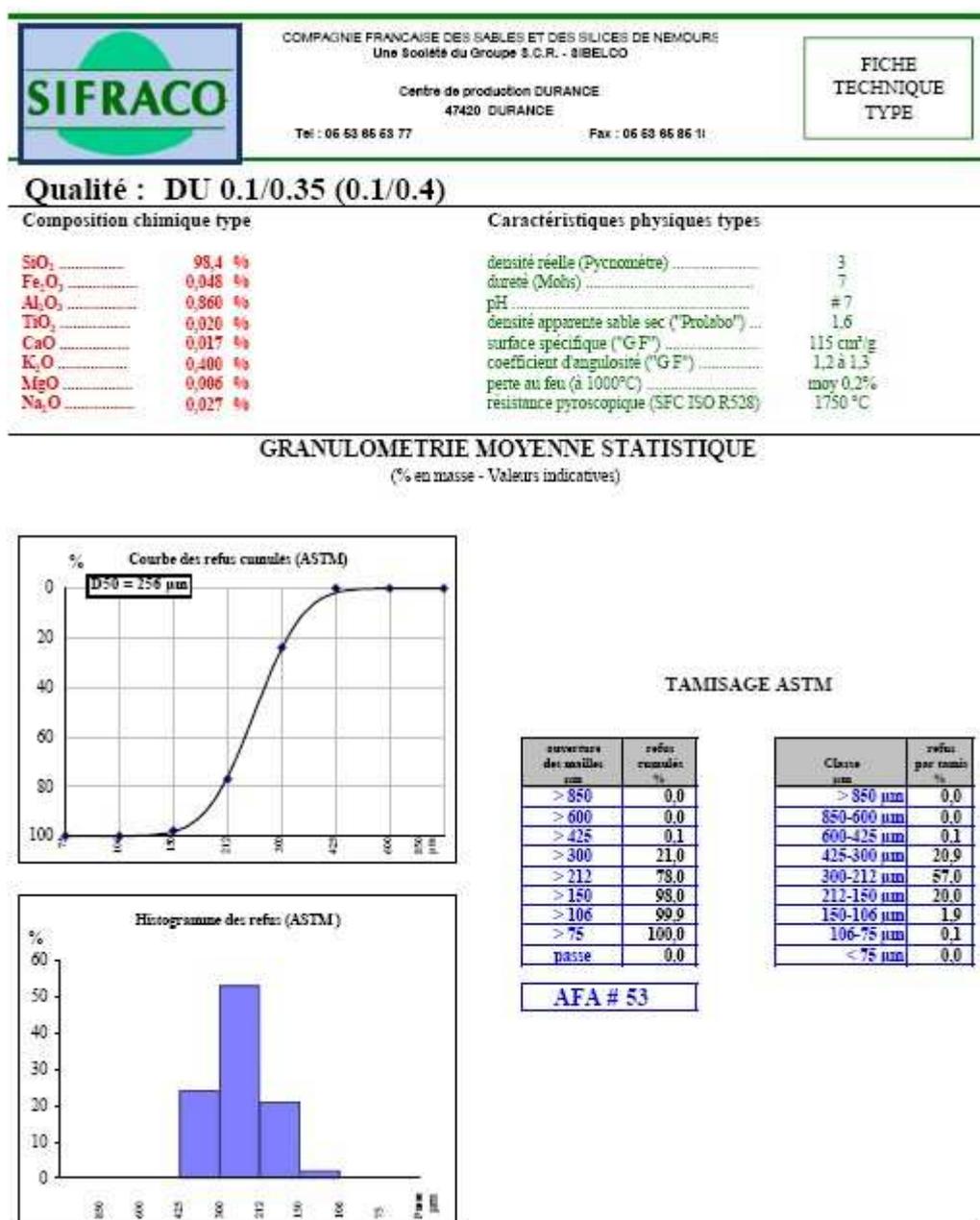


Figure 6.3 : fiche produit du sable

6.2. Analyse granulométrique laser

6.2.1. Théorie

L'analyse granulométrique est l'opération consistant à étudier la répartition des différents grains d'un échantillon, en fonction de leurs caractéristiques (masses, dimensions...). Elle est déduite de l'interaction entre un ensemble de particules et le faisceau incident par analyse de la tâche de diffraction du faisceau.

La granulométrie laser est une technique fondée sur la diffraction de la lumière. D'après la théorie de Fraunhofer, on considère des particules sphériques non poreuses et opaques. Ces particules ont un diamètre supérieur à la longueur d'onde. Les particules sont suffisamment éloignées les unes des autres. Les particules sont animées d'un mouvement aléatoire. Les particules diffractent la lumière avec la même efficacité quelle que soit leur taille. Lorsqu'un faisceau laser éclaire une particule, on peut observer des franges de diffraction. Selon Fraunhofer, l'intensité du rayonnement diffracté et l'angle de diffraction sont fonction de la taille des particules. Plus la particule est petite, plus l'angle de diffraction est grand. La théorie de Mie complète et remplace la théorie de Fraunhofer pour les particules inférieures à 100 μm .

Deux modes de dispersion sont possibles, par voie sèche et par voie humide. Dans notre cas, l'expérience est fondée sur la théorie de Mie. Il faut alors prendre en compte les indices de réfraction de l'échantillon et du milieu dispersant. Les particules sont également supposées sphériques.

Le liquide dispersant doit être transparent à la longueur d'onde utilisée, neutre chimiquement, et d'indice de réfraction différent de celui de la particule. Il ne doit pas dissoudre la particule. Dans le cas des éthers cellulose, la dispersion se fait dans de l'éthanol.

Les particules ne sont pas analysées individuellement, mais dans leur ensemble. Il est nécessaire de faire appel à des algorithmes de traitement d'image pour convertir le signal en informations granulométriques, distribution en taille et nombre de particules correspondant à chaque taille. La grandeur mesurée est un « diamètre équivalent de diffraction ».

La norme française NF 13320 [Norme 00] précise la théorie et les bonnes conditions d'utilisation des granulomètres laser.

6.2.2. Résultats pour ECA

La Figure 6.4 présente les résultats de granulométrie laser pour ECA.

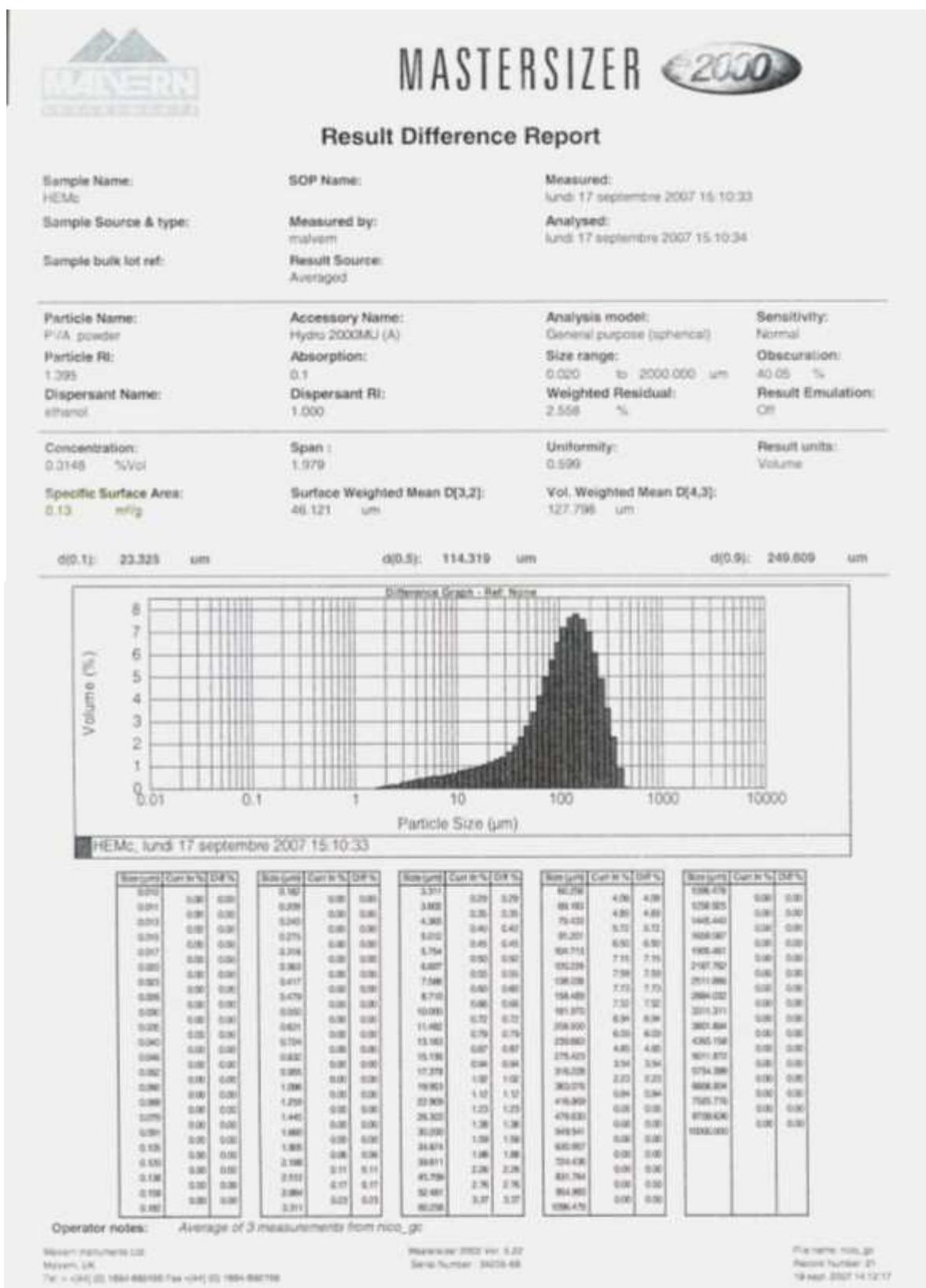
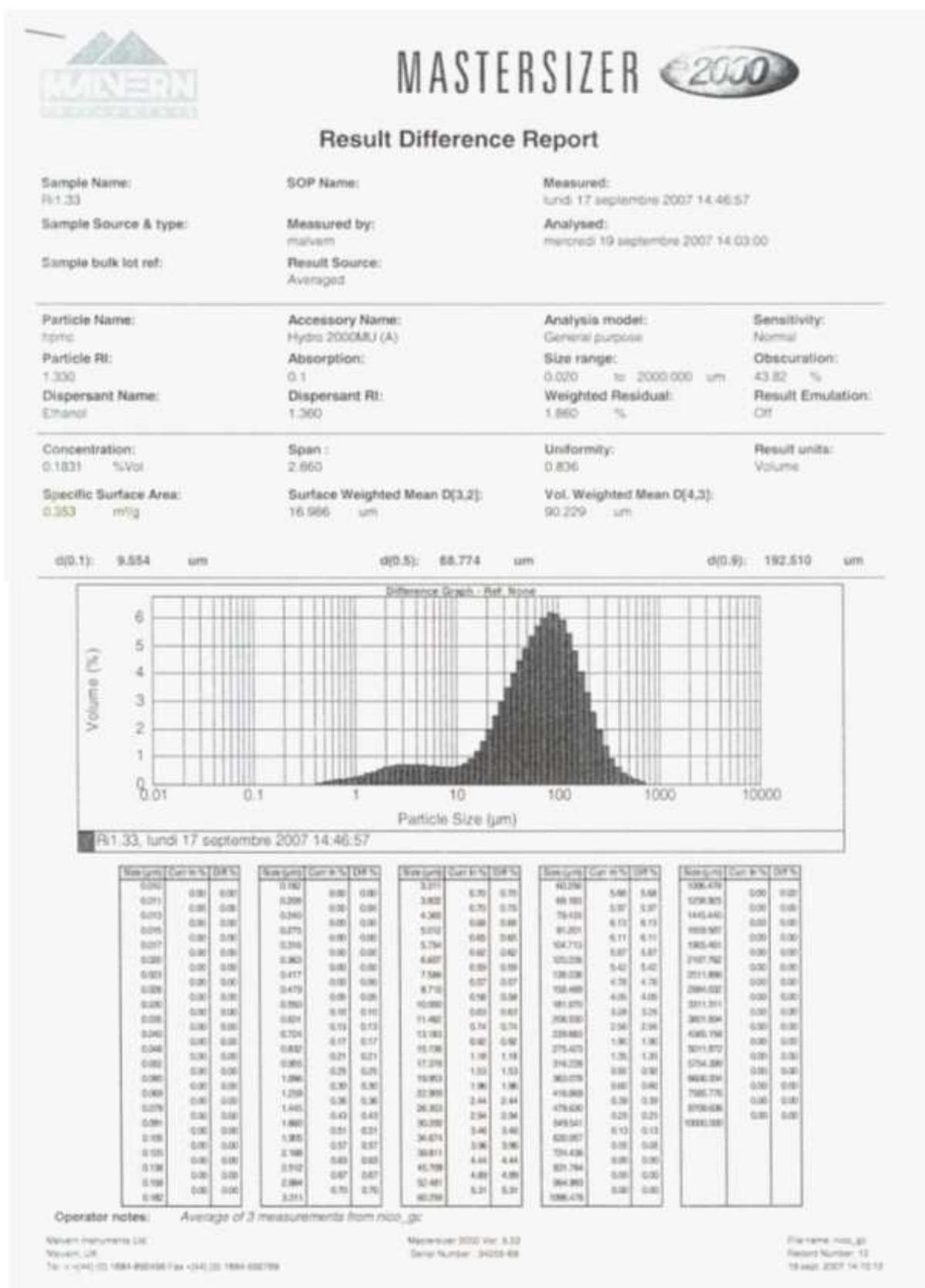


Figure 6.4 : résultats de granulométrie laser pour ECA

6.2.3. Résultats pour ECB

La Figure 6.5 présente les résultats de granulométrie laser pour ECB.



6.3. Porosimétrie au mercure

6.3.1. Supports

La Figure 6.6 présente le volume cumulé et la distribution porosimétrique obtenus par intrusion et extrusion de mercure pour la brique utilisée dans notre travail.

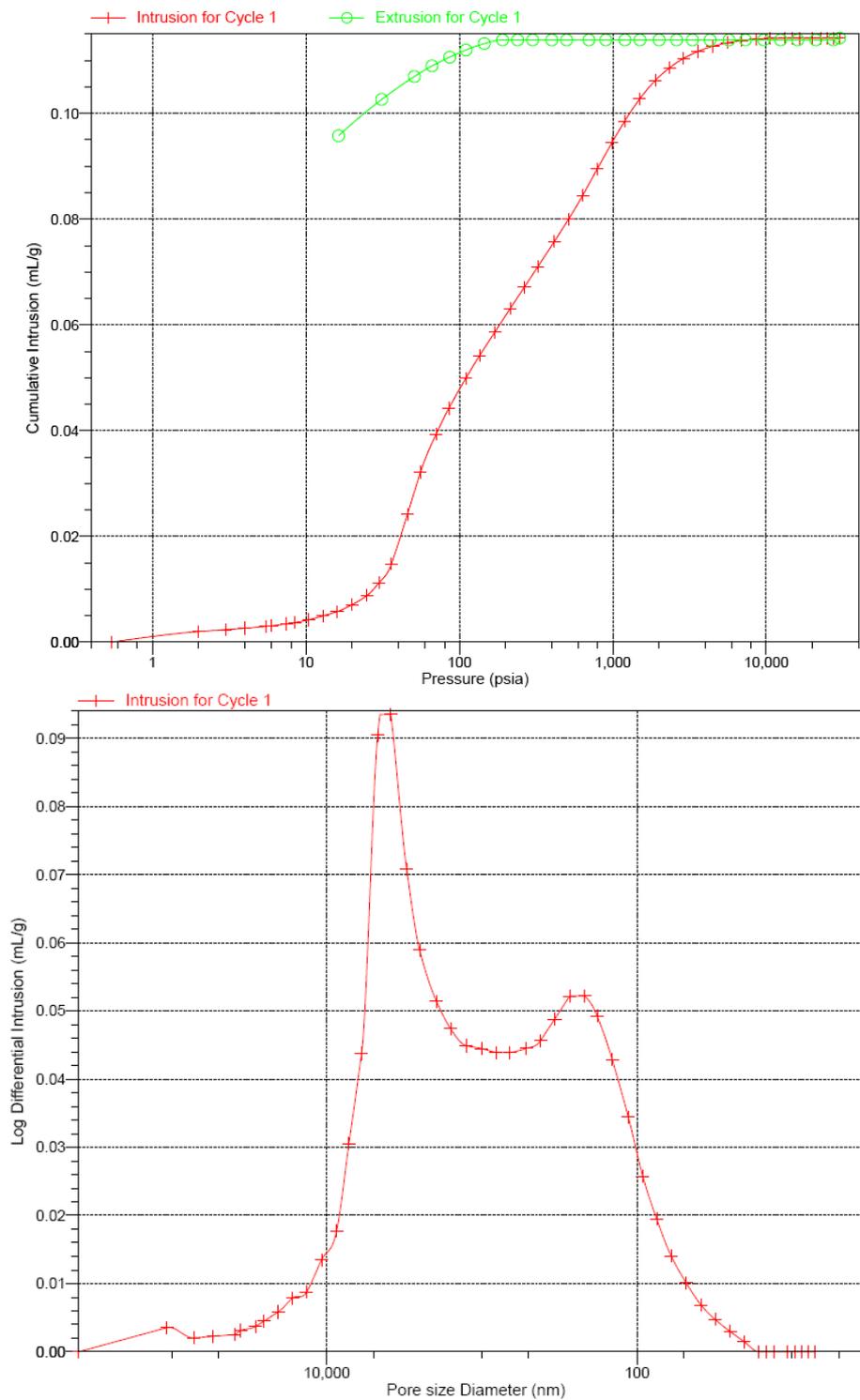


Figure 6.6 : résultats de l'essai de porosité au mercure pour la brique, volume cumulé (en haut) répartition porosimétrique en bas

La Figure 6.7 présente le volume cumulé et la distribution porosimétrique obtenus par intrusion et extrusion de mercure pour le béton utilisé comme support.

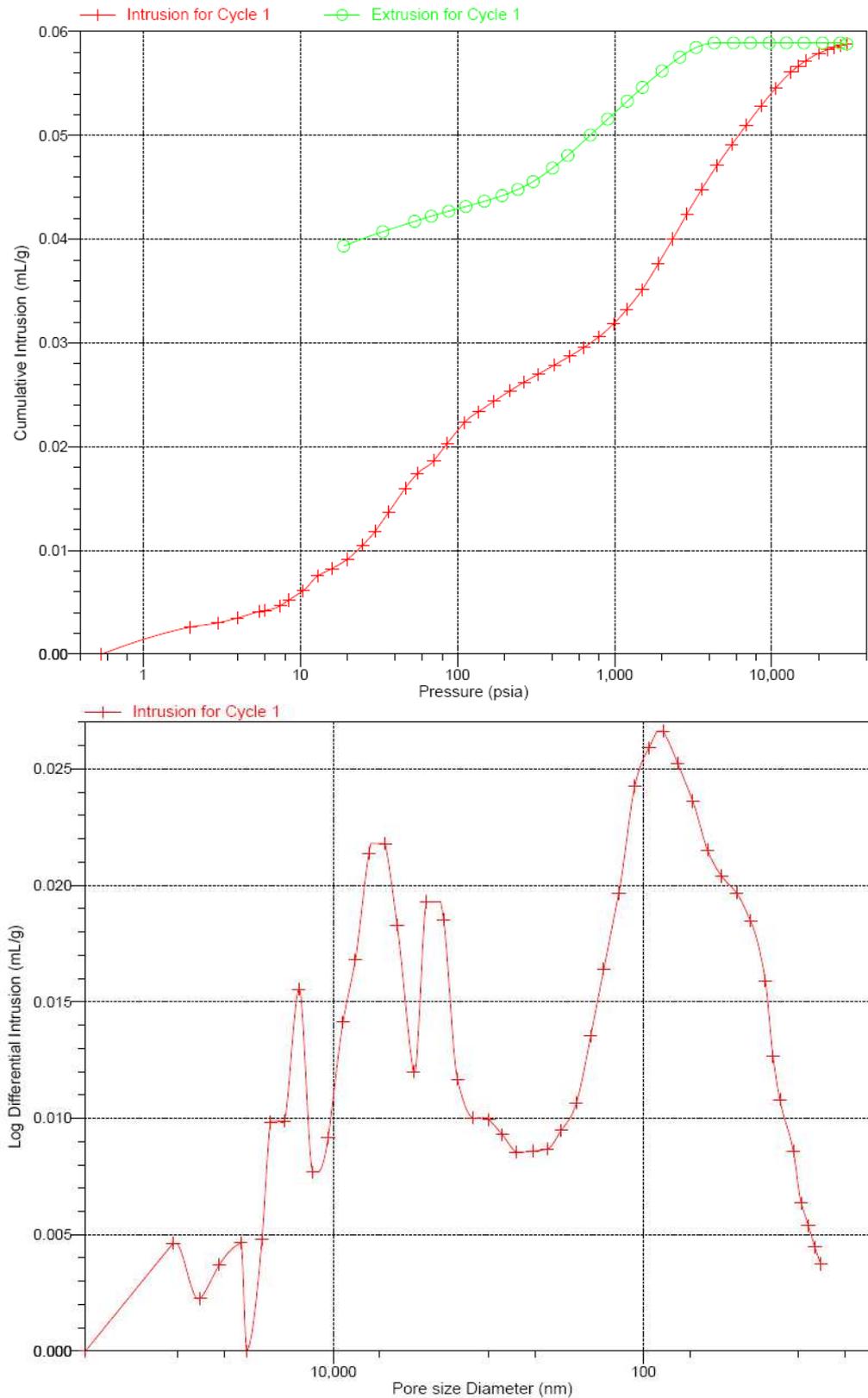


Figure 6.7 : résultats de l'essai de porosité au mercure pour le béton, volume cumulé (en haut) répartition porosimétrique en bas

La Figure 6.8 présente le volume cumulé et la distribution porosimétrique obtenus par intrusion et extrusion de mercure pour la dalle CEN.

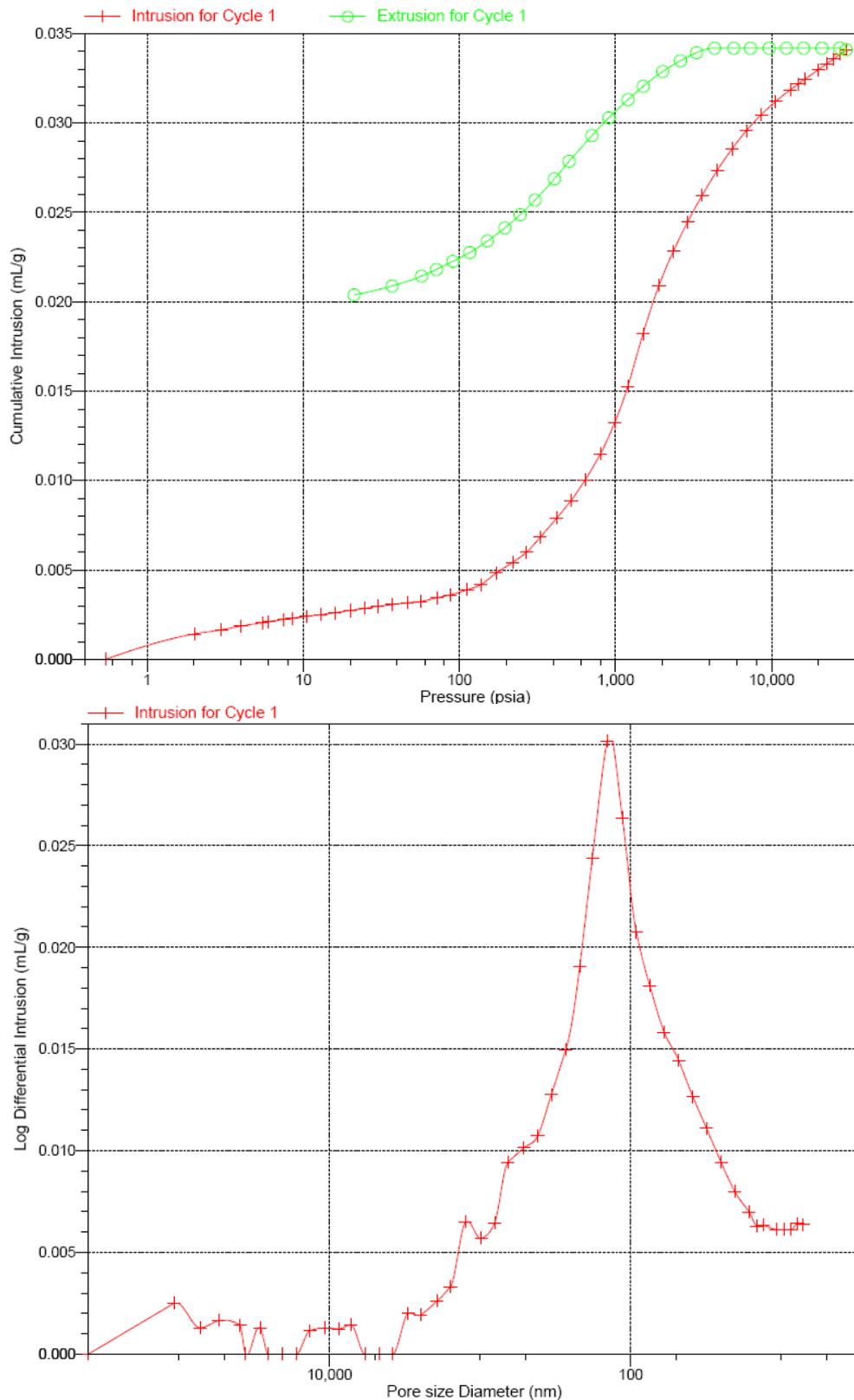


Figure 6.8 : résultats de l'essai de porosité au mercure pour la dalle CEN, volume cumulé (en haut) répartition porosimétrique en bas

6.3.2. Mortiers appliqués sur la brique 50 %

La Figure 6.9 et la Figure 6.10 présentent les distributions porosimétriques de mortiers appliqués sur la brique 50 %.

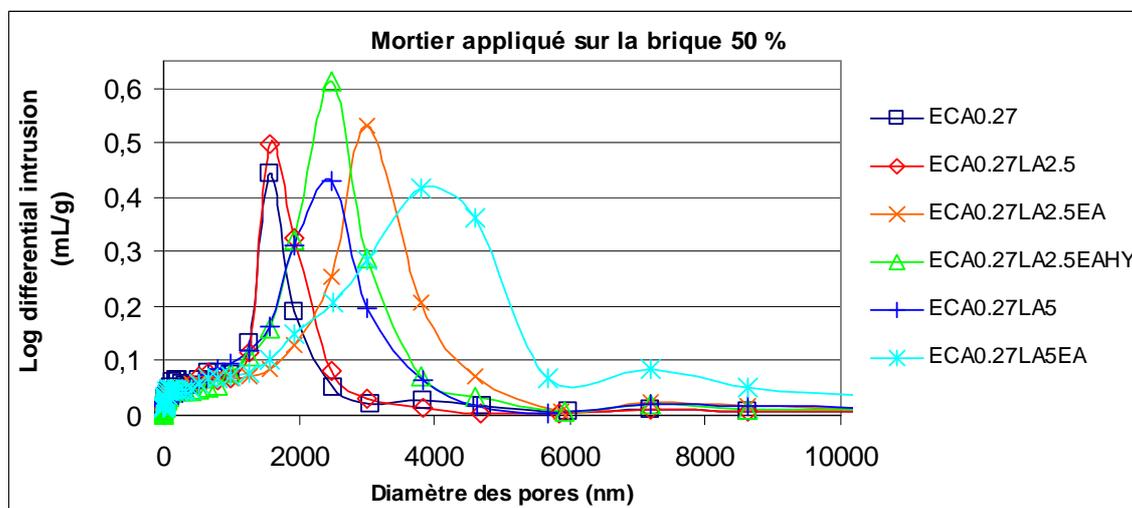


Figure 6.9 : distribution porosimétrique de différents mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA appliqués sur la brique 50 %

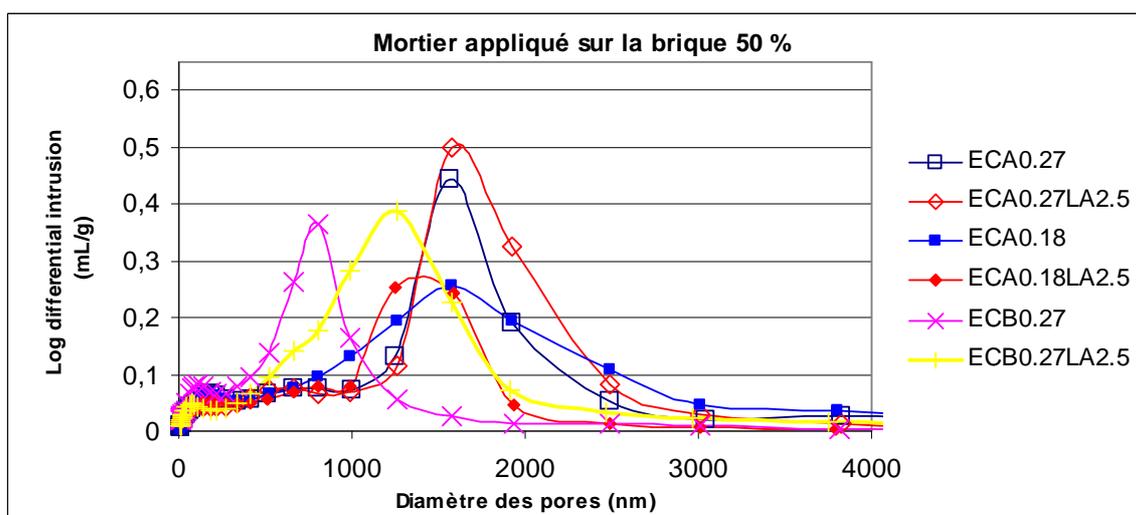


Figure 6.10 : distribution porosimétrique de différents mortiers appliqués sur la brique 50 %, comparaison des types d'EC et de leur proportion dans le mortier

6.4. Intervalles de température de décomposition de la portlandite

Les Figures 6.12 à 6.14 présentent les intervalles de températures de décomposition de la Portlandite pour différentes formulations de mortiers.

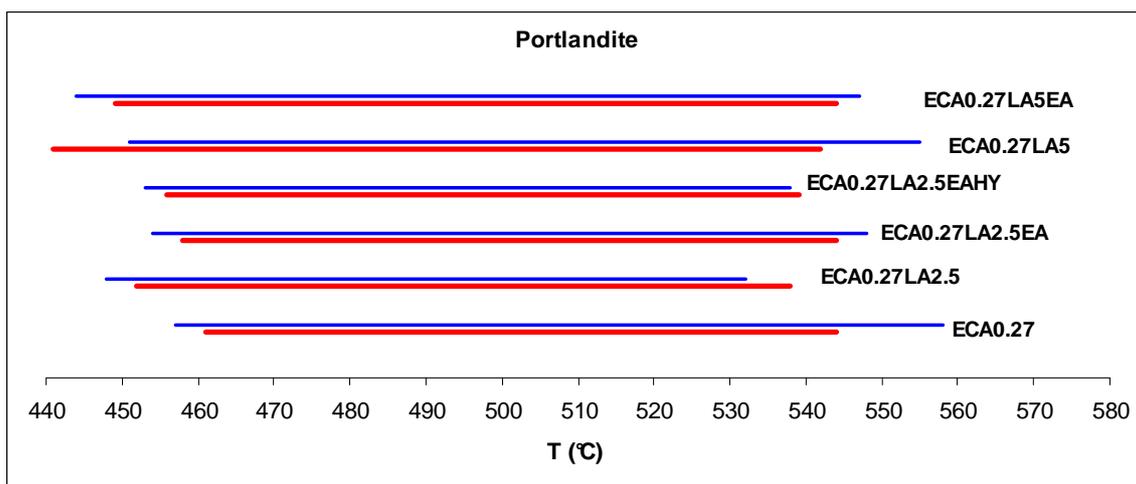


Figure 6.11 : intervalles de température de décomposition de la Portlandite pour les formulations contenant au moins 0,27 % d'ECA (en rouge brique 0%, en bleu brique 50%)

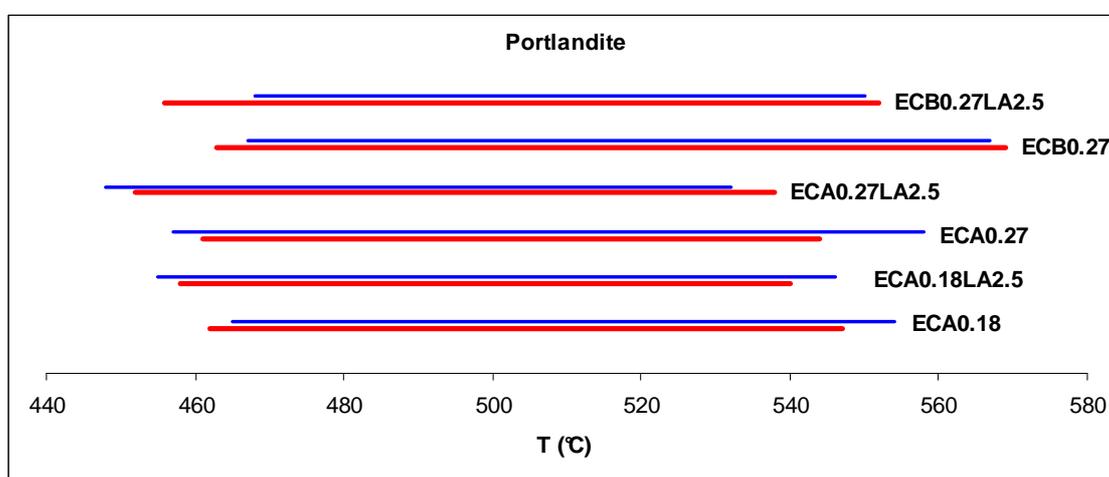


Figure 6.12 : intervalles de température de décomposition de la Portlandite pour les formulations contenant 0,18 % d'ECA ou 0,27 % d'EC avec ou sans latex (en rouge brique 0%, en bleu brique 50%)

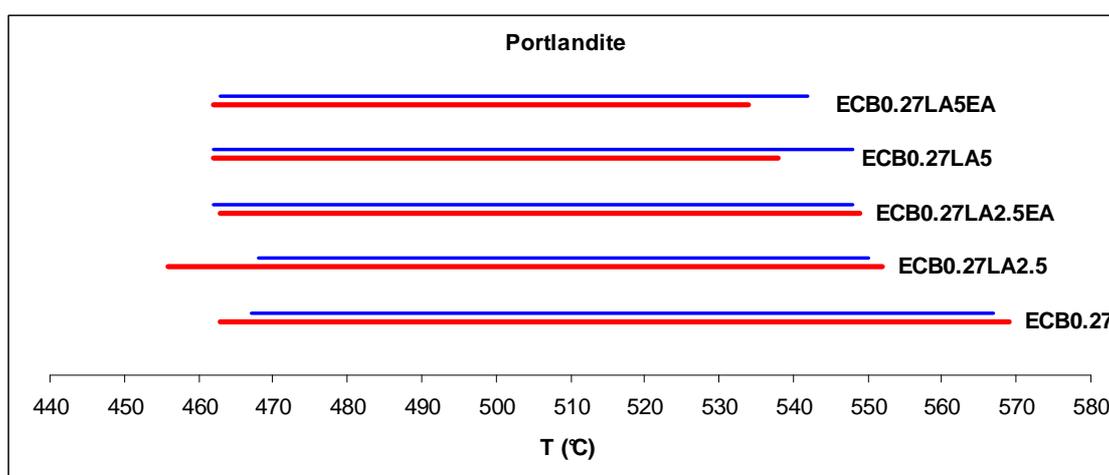


Figure 6.13 : intervalles de température de décomposition de la Portlandite pour les formulations contenant au moins 0,27 % d'ECB (en rouge brique 0%, en bleu brique 50%)

6.5. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le principe de fonctionnement d'un MEB est totalement différent de celui d'un microscope optique. Un faisceau d'électrons appelés électrons primaires est focalisé sur l'échantillon à observer à l'aide de lentilles électromagnétiques (Figure 6.14). L'intensité des électrons réémis par la surface de l'échantillon dépend de l'orientation et de la composition du matériau observé. Ces électrons sont collectés par un détecteur et amplifiés pour donner une image sur l'écran d'observation. Le pouvoir de résolution du MEB varie en fonction de la taille de la zone observée et du type d'électrons réémis. En effet, lorsqu'un faisceau d'électrons est bombardé sur la surface d'un matériau, plusieurs signaux sont réémis dont (Figure 6.15) :

- les électrons rétrodiffusés, qui sont des électrons primaires incidents ayant subi suffisamment d'interactions élastiques avec les atomes de l'échantillon. La détection de ces électrons permet soit de mettre en évidence la topographie de l'échantillon, soit d'obtenir des images en contraste chimique (variations locales du numéro atomique Z). La résolution avec ces électrons se situe entre 1 et 4 μm ,
- les rayons X, produits par l'interaction des électrons primaires avec les électrons des couches électroniques profondes des atomes de l'échantillon. Il est possible de détecter ces rayons, de mesurer l'énergie des raies caractéristiques et ainsi de déterminer le numéro atomique Z des atomes cibles. Le volume analysé est de l'ordre du μm^3 ,
- les électrons Auger, produits par l'interaction des électrons primaires avec des électrons des couches électroniques des atomes cibles. Ils permettent l'observation superficielle de l'échantillon.

Si les échantillons sont conducteurs, ils ne nécessitent aucune préparation. Par contre, lorsqu'on travaille avec des matériaux cimentaires, les échantillons nécessitent une métallisation à l'or ou au carbone par vaporisation sous vide ou pulvérisation cathodique. Cependant, des microscopes électroniques « basse pression » permettent l'observation sans métallisation préalable mais avec moins de précision. Dans les deux cas, il est nécessaire que les échantillons soient plans et polis pour obtenir des images de définition satisfaisante. Couplé à un EDS (Energy Dispersive Spectrometer), le MEB permet des analyses chimiques sur de très petits volumes.

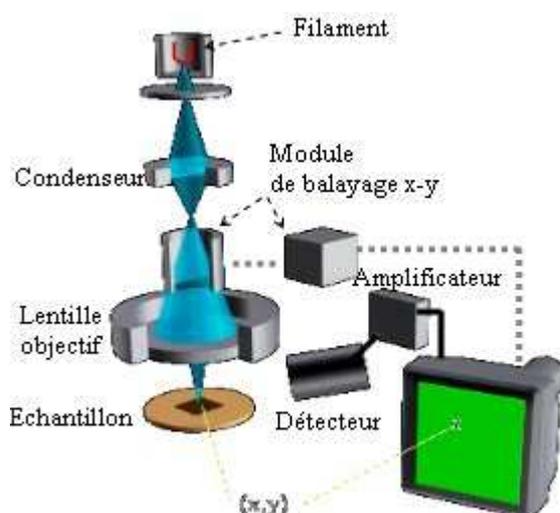


Figure 6.14 : schéma illustrant les constituants d'un MEB [Baïlon 00]

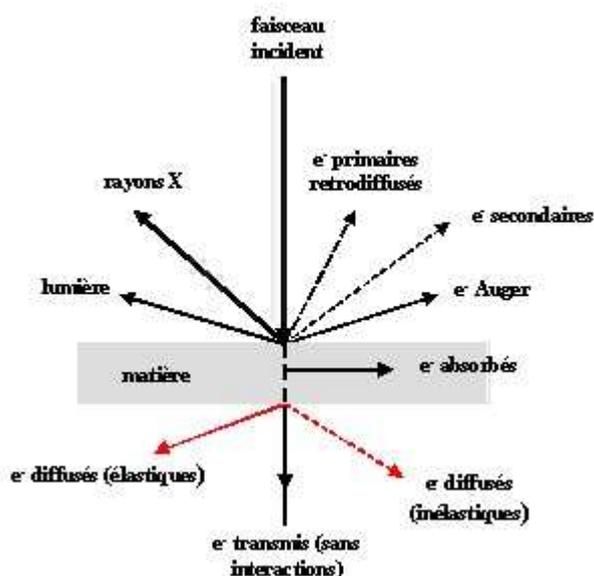


Figure 6.15 : types de rayons réémis, absorbés et transmis lors d'un bombardement d'électrons sur un échantillon de matière

6.6. Retrait libre et retrait sur briques

La Figure 6.16 présente les courbes de retrait libre obtenues pour l'ensemble des formulations de mortier étudiées.

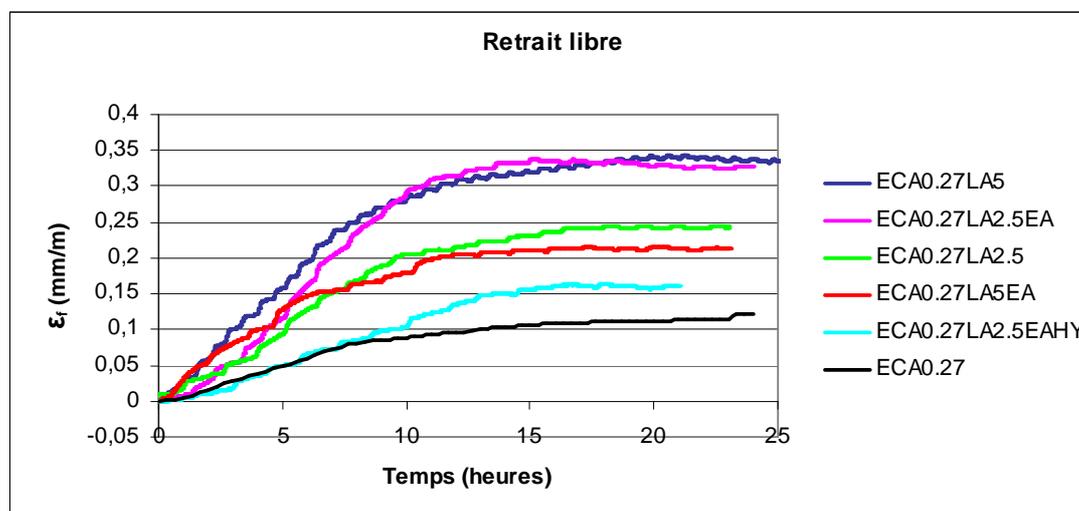


Figure 6.16 : retrait libre pour différents mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA

La Figure 6.17 présente les retraits non adhérents et adhérents au jeune âge pour l'ensemble des mortiers appliqués sur la brique 0 %.

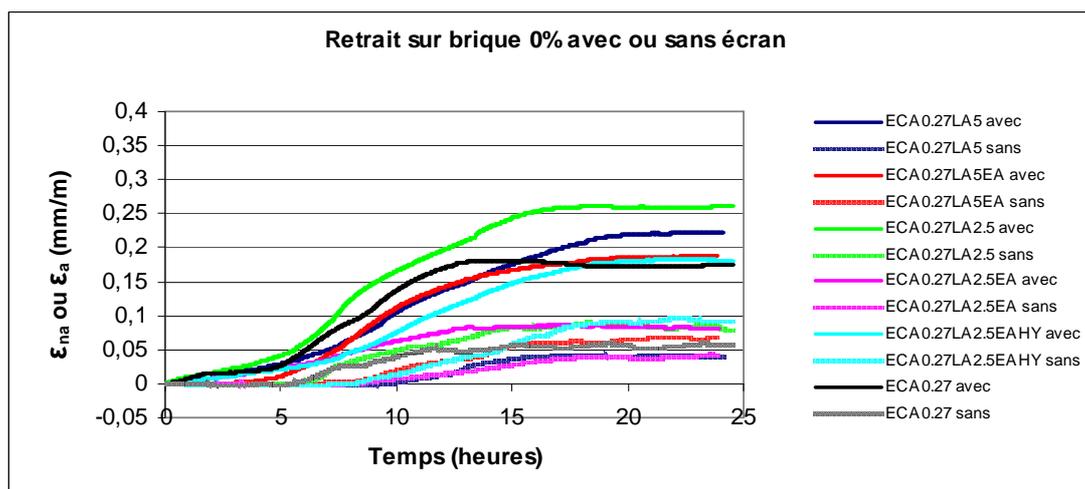


Figure 6.17 : retrait non adhérent et adhérent de différents mortiers appliqués sur la brique 0 %

La Figure 6.18 présente les retraits non adhérents et adhérents au jeune âge pour l'ensemble des mortiers appliqués sur la brique 50 %.

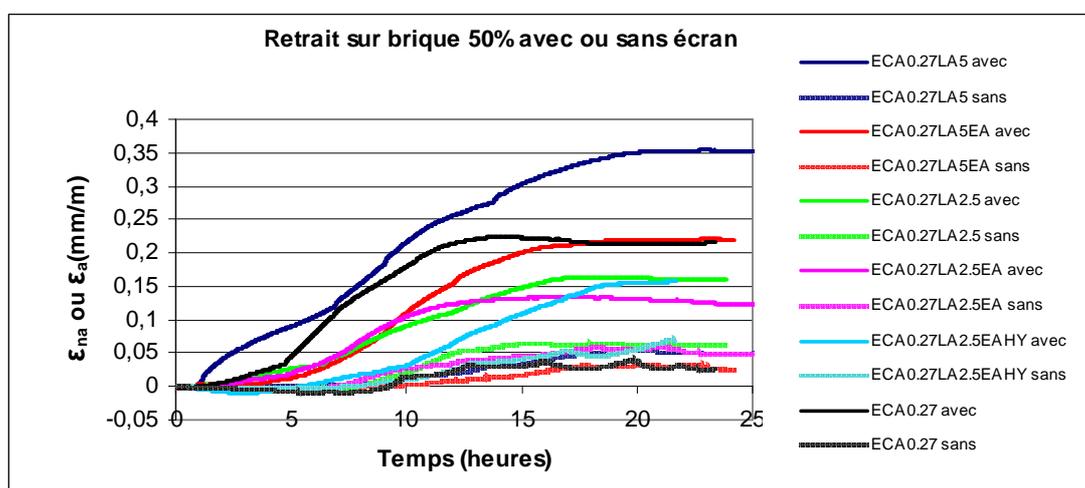


Figure 6.18 : retrait non adhérent et adhérent de différents mortiers appliqués sur la brique 50 %

6.7. Temps de prise

Les essais sont réalisés à l'aide de l'aiguille de Vicat donnant deux repères pratiques, le début de prise et la fin de prise. L'essai consiste à suivre l'évolution de la consistance du mortier au cours du temps. L'appareil utilisé est un appareil automatisé suivant la norme EN 196-3 [Norme 06]. L'appareil de Vicat est équipé d'une aiguille de 1,13 mm de diamètre. Sous l'effet d'une charge de 300 g, le début de prise est marqué par l'arrêt de l'aiguille dans le mortier à une distance de $4 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ du fond de moule. On mesure alors le temps de début de prise. Le temps de fin de prise est celui au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce pas plus de 0,5 mm dans le mortier. Dans nos essais, le temps de fin de prise est appelé temps de prise. L'intervalle de descente de l'aiguille est de 10 minutes.

7. Références bibliographiques

- [**Afridi 95**] M.U.K. Afridi, Y. Ohama, M.Z. Iqbal, K. Demura. Water retention and adhesion of powdered and aqueous polymer-modified mortars. *Cement & Concrete composite*, vol. 17, 1995, pages 113-118.
- [**Afridi 03**] M.U.K. Afridi, Y. Ohama, K. Demura, M.Z. Iqbal. Development of polymers film by the coalescence of polymer particules in powdered and aqueous polymer-modified mortars. *Cement and Concrete Research*, vol. 33, 2003, pages 1715-1721.
- [**Almeida 05**] A. Etuko Feuzicana de Souza Almeida, E.P. Sichieri. Study of the adherence between polymer-modified mortars and porcelain stoneware tiles. *Materials Research*, vol. 8, n°3, 2005, pages 245-249.
- [**Almeida 07**] A. Etuko Feuzicana de Souza Almeida, E.P. Sichieri. Experimental study on polymer-modified mortars with silica fume applied to fix porcelain tile. *Building and Environment*, vol. 42, 2007, pages 2645-2650.
- [**Anagnostopoulos 02**] C.A. Anagnostopoulos, A.C. Anagnostopoulos. Polymer-cement mortars for repairing ancient masonries mechanical properties. *Construction and Building Materials*, vol. 16, 2002, pages 379-384.
- [**Austin 99**] S. Austin, P. Robins, Y. Pan. Shear bond testing of concrete repairs. *Cement and Concrete Research*, vol. 29, 1999, pages 1067-1076.
- [**Bailon 00**] J.P. Bailon, J.M. Dorlot. *Des Matériaux*. Presses Internationales Polytechnique, troisième édition, ISBN 2-553-00770-1, 2000, 736 pages.
- [**Bajeux 03**] G. Bajeux. Pathologies d'enduit : la liste du CEBTP. *Applitec n° 43*, mars/avril 2003, pages 23-24.
- [**Banthia 93**] N. Banthia, M. Azzabi, M. Pigeon. Restrained shrinkage cracking in fibre-reinforced cementitious composites. *Materials and Structures*, vol. 26, 1993, pages 405-413.
- [**Banthia 96**] N. Banthia, C. Yan, S. Mindess. Restrained shrinkage cracking in fiber reinforced concrete: a novel technique. *Cement and Concrete Research*, vol. 26, n°1, 1996, pages 9-14.
- [**Barluenga 04**] G. Barluenga, F. Hernandez-Olivares. SBR latex modified mortar rheology and mechanical behaviour. *Cement and Concrete Research*, vol. 34, 2004, pages 527-535.
- [**Baroghel-Bouny 94**] V. Baroghel-Bouny. Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes, analyse, interprétations. Thèse de Doctorat, ENPC, Paris, 1994, 467 pages.
- [**Baroghel-Boouny 01**] V. Baroghel-Bouny. Effect of mix-parameters on autogenous deformations of cement pastes. *Microstructraal interpretations. Concrete Science and Engineering*, vol. 3, n°9, 2001, pages 23-38.
- [**Baron 71**] J. Baron. Fissuration du béton par hydratation locale du ciment. Rapport de recherche n°15, LCPC, mai 1971, 103 pages.
- [**Baron 82**] J. Baron , R.Sauterey. Les retraits de la pâte de ciment, le béton hydraulique : connaissance et pratique. Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1982, 350 pages.
- [**Baron et Ollivier 92**] J. Baron, J.P. Ollivier. La durabilité des bétons, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. ISBN 2-285978-184-6, 1992, 453 pages.
- [**Baron et Ollivier 97**] J. Baron, J.P. Ollivier. Les bétons. Bases et données pour leur formulation. *Constructions Bétons*, Association de l'industrie des liants hydrauliques, Ecoles française du béton, Edition Eyrolles. ISBN : 2-212-01316-7. 1996, 522 pages.
- [**Bentur 03**] A. Bentur, K. Kolver. Evaluation of early age cracking characteristics in cementitious systems. *Materials and Structures*, vol. 36, 2003, pages 183-190.
- [**Bertrand 04a**] L. Bertrand. <http://www.insa-lyon.fr/mateis/index.php?Rub=98>, Laboratoire MATEIS 2004.
- [**Bertrand 04b**] L. Bertrand, S. Maximilien, R. Guyonnet. Wedge splitting test: a test to measure the polysaccharide influence on the adhesion of mortar on its substrate. *Proceedings 11th International Congress on Polymer Concrete*, Berlin, Allemagne, 2004, 8 pages.

- [**Betioli 07**] A.M. Betioli, D.A Silva, M.A. Cincotto, J.H. Filho, R.G.Pileggi. EVA polymer influences in Portland cement pastes consolidation. VII SBTA, Simposio Brasileiro de Technonlogica das Armagassas, 2007.
- [**Bhattacharya 00**] A. Bhattacharya. Radiation and industrial polymers. Progress in Polymer Science, 2000, vol. 25, pages 371-401
- [**Bissonnette 99**] B. Bissonnette, P. Pierre, M. Pigeon. Influence of key parameters on drying shrinkage of cementious materials. Cement and Concrete Research, vol. 29, 1999, pages 1655-1662.
- [**Bissonnette 00**] B. Bissonnette, M. Pigeon. Le comportement viscoélastique du béton en traction et la compatibilité déformationnelle des réparations. Materials and Structures, vol. 33, 2000, pages 108-118.
- [**Bonin 05**] K. Bonin, The function of polymer dispersion powder in cement based dry mix products. Wacker Polymer Systems GmbH & Co. KG, 2005.
- [**Boutti 07**] S. Boutti, M. Urvoy, I. Dubois-Brugger, C. Graillat, E. Bourgeat-Lami, R. Spitz. Influence of low fractions of styrene/butyl acrylate polymer latexes on some properties of ordinary Portland cement mortars. Macromolecular Materials and Engineering, vol.292, pages 33-45.
- [**Branch 02**] J. Branch, D.J. Hannant, M. Mulheron. Factors affecting the plastic shrinkage cracking of high-strength concrete. Magazine of Concrete Research, vol. 54, n°5, 2002, pages 347-354.
- [**Brandt 01**] F. Brandt, D. Bosbach. Bassanite ($\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$) dissolution and gypsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) precipitation in the presence of cellulose ethers. Journal of Crystal Growth, vol. 233, pages 837-845.
- [**Brocken 98**] H.J.P. Brocken, M.E. Spiekman, L. Pel, K. Kopinga, J.A. Larbi. Water extraction out of mortatr during brick laying: a NMR study. Materials and Structures vol. 31, 1998, pages 49-57.
- [**Buil 79**] M. Buil. Contribution de l'étude du retrait de la pâte de ciment durcissante. Rapport de recherche LPC n° 92, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 1979, 72 pages.
- [**Bureau 01**] L. Bureau, A. Alliche, P. Pilvin, S. Pascal. Mechanical characterization of styrene-butadiene modified mortar. Materials, Science and Engineering A, vol. 308, 2001, pages 233-240.
- [**Capener**] C.M.J. Capener. Effect of admixtures on the fresh and hardened properties of modern rendering system. Thèse d'ingénierie, Chalmers University of Technology, Göteborg, Sweden, 2004, 60 p.
- [**Chatterji 03**] S. Chatterji. Freezing of air-entrained cement-based materials and specific actions of air entraining agents. Cement Concrete Composite, vol. 25 (7), 2003, pages 759-765.
- [**Chausson 97**] H. Chausson, J.L. Granju. Rechargement minces adhérents en béton renforcé de fibres métalliques. Revue Française de Génie Civil, n°2, 1997, pages 309-326.
- [**Chen 97**] P.W. Chen, X. Fu, D.D.L. Chung, *ibid* , vol.94 (2), 1997, 147 pages.
- [**Chew 99**] M.Y.L. Chew. Adhesion of tile for external cladding. Structural Survey, vol. 17, n° 1, 1999, pages 12-17.
- [**Chung 04**] D.D.L. Chung. Review. Use of polymers for cement-based structural materials. Journal of Materials Science, vol. 39, 2004, pages 2973-2978.
- [**Çolak 04**] A. Çolak. Properties of plain and latex modified Portland cement pastes and concrete with and without superplasticizer. Cement and Concrete Research, vol. 35, 2005, pages 1510-1521.
- [**Colville 99**] J. Colville, A. M. Amde, M. Miltenberger. Tensile bond strength of polymer modified mortar. Journal of Materials in Civil Engineering, fevrier 1999, 5 pages.

- [**Courard 00**] L. Courard. Parametric study for the creation of the interface between concrete and repair products. *Materials and Structures*, vol 33, 2000, pages 65-72.
- [**Courard 02**] L. Courard. Evaluation of thermodynamic properties of concrete substrate and cement slurries modified with admixtures. *Materials and Structures*, vol.35, 2002, pages 149-155.
- [**Courard 04**] L. Courard, B. Bissonnette. Essai dérivé de l'essai d'adhérence pour la caractérisation de la cohésion superficielle des supports en béton dans les travaux de réparation: analyse des paramètres d'essai. *Materials and Structures*, vol. 37, 2004, pages 342-350.
- [**CRD-C 49**] CRD-C 61-89A. Test method for determining the resistance of freshly mixed concrete to washing out in water. *Handbook for Concrete and Cement (with quarterly supplements)*, US Army Engineer Waterways Experimental Station, Vicksburg, MS, 1949.
- [**Cusson 05**] D. Cusson, L. Mitchell, R. Glazer, T. Hoogeveen. Early performance of structural concrete slabs treated with a hydrophobic admixture. *CONCREEP 7 Workshop on Creep, Shrinkage, and Durability of Concrete and Concrete Structure*, Nantes, France, 12-14 septembre 2005, pages 257-262.
- [**Damidot 92**] D. Damidot, A. Nonat. Investigation of the C_3S hydration and setting of the cement. *Rilem*, 1992, pages 23-24.
- [**Darque-Cerreti 03**] E. Darque-Ceretti, E. Felder. *Adhésion et adhérence*. CNRS édition, Sciences et Technique de l'ingénieur, 2003, ISBN 2271060923, 388 pages.
- [**Del Campo**] M. Del Campo. A new method to study early age volume changes on the neat cement paste. *Bulletin RILEM* 4, 1959, pages 18-23.
- [**De Hass 75**] G.D. De Hass, P.C. Kreuger, E.M.M.G. Niel, J.C. Slagter, H.N. Stein. The shrinkage of hardening cement paste and mortar. *Cement and Concrete Research*, vol. 5, 1975, pages 295-320.
- [**Dennington 97**] S.P. Dennington, J.W. Thompson. *Proceedings of the 10th International Congress on the Chemistry of Cement*, 1997, pages 3iii008.
- [**Détriché 83**] C.H. Détriché. Contribution à l'étude du comportement des couches minces de mortiers de liants hydrauliques, application aux enduits. Thèse de docteur d'état, Toulouse 1983.
- [**Dias 03**] W.P.S. Dias. Influence of mix and environment on plastic shrinkage cracking. *Magazine of Concrete Research*, vol. 55, n°4, 2003, pages 385-394.
- [**Do 03**] J. Do, Y. Soh. Performance of polymer-modified self-leveling mortars with high polymer-cement ratio for floor finishing. *Cement and Concrete Research*, vol. 33, 2003, pages 1497-1505.
- [**Du 05**] L. Du, K.J. Folliard. Mechanisms of air entrainment in concrete. *Cement and Concrete Research*, vol. 35, 2005, pages 1463-1471.
- [**Dupain 95**] R. Dupain, R. Lanchon, J.C. Saint-Arroman. *Granulat, sols, ciments et bétons. Caractérisation des matériaux de génie civil par les essais de laboratoire*. ISBN 2-7135-1471-1, 1995, 318 pages.
- [**Dupin 85**] I. Dupin. Etude expérimentale d'un « procédé d'isolation par l'extérieur par projection directe d'un enduit sur isolant poreux ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, 1985, 119 pages.
- [**Durekovic 90**] A. Durekovic, K. Popovic. Superplasticizer and air-entraining agent demand in OPC mortars containing silica fume. *Admixtures for Concrete, Improvement of properties, Proceedings of the International Symposium, RILEM, Barcelone, 1990*, pages 1-9.
- [**Emmons 94**] P.H. Emmons, A.M. Vaysburg. Factors affecting the durability of concrete repair : the contractor's viewpoint. *Constructions and Buildings Materials*, vol. 8, n°1, pages 5-16, 1994.

- [EMO 08] <http://www.euromortar.com/>. European Mortar industry Organisation, 2008.
- [Farhat 99] H. Farhat. Durabilité des réparations en béton de fibres : effets du retrait et de la fatigue. Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, France, 1999, pages.
- [Feldman 68] R.F. Feldman, P.J. Serada. A model for hydrated Portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties. *Materials and Structures*, vol.1(6), pages 510-520.
- [Folic 98] R. Folic, V.S. Radonjanin. Experimental research on polymer modified concrete. *ACI Materials Journal*, vol. 95, n° 4, 1998, pages 463-469.
- [Frattolillo 05] A. Frattolillo, G. Giovinco, M.C. Mascolo, A. Vitale. Effects of hydrophobic treatment on thermophysical properties of lightweight mortars. *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 30, 2005, pages 27-35.
- [Fu 96] X. Fu, D.D.L. Chung. Effect of methylcellulose admixture on the mechanical properties of cement. *Cement and Concrete Research*, vol. 26, n°4, 1996, pages 535-538.
- [Gallias 82] J.L. Gallias. Mouvement de l'eau et hydratation du liant dans une couche mince de mortier, application aux enduits extérieurs. Thèse de doctorat. Université Paul Sabatier, Toulouse, France, 1982.
- [Gartner 97] E.M. Gartner. A Proposed mechanism for the growth of C-S-H during the hydration of tricalcium silicate. *Cement and Concrete Research*, vol. 27, n°5, 1997, pages 665-672
- [Gemert 04] D. Van Gemert, E. Knapen. Recent Development of Concrete Polymer Composites in Belgium. 11th ICPIC Congress in Berlin, 2004.
- [Gomes 05] C.E.M. Gomes, O.P. Ferreira, M.R. Fernandes. Influence of Vinyl acetate-versatic vinylester copolymer on the microstructural characteristics of cement pastes. *Materials Research*, vol. 8, 2005, pages 51-56.
- [Goto 06] Influence des paramètres moléculaires du latex sur l'hydratation, la rhéologie et les propriétés mécaniques des composites ciment/latex. Thèse de doctorat de l'Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles, Université Paris VI, 2006, 201 pages
- [Grandet 71a] J. Grandet. Contribution à l'étude de la liaison entre la pâte de ciment Portland et les terres cuites. Thèse de doctorat-ingénierie de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, France, 1971, 60 pages.
- [Grandet 71b] J. Grandet, B. Thenoz. Introduction à l'étude de l'adhérence terre cuite pâte de ciment : mesure de l'eau échangée par succion entre les constituants. *Revue Terre Cuite*, vol. 48, 1971, pages 21-28
- [Grandet 72] J. Grandet, R. Javelas, B. Perrin, B. Thenoz. Rôle de l'ettringite dans la liaison de type mécanique entre la terre cuite et la pâte de ciment Portland. *Revue Terre Cuite*, vol. 53, 1972, pages 24-34.
- [Grandet 75] J. Grandet. Contribution à l'étude de la prise et de la carbonatation des mortiers au contact des matériaux poreux. Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, 1975, 287 pages.
- [Groot 88] C.J.W.P. Groot. Aspect of mortar-brick bond. *Proceedings 8th international Brick/Block Masonry Conference*, Dublin, 1988, pages 477-486.
- [Groot 99] C.J.W.P. Groot, L. Larbi. The influence of water flow (reversal) on bond strength development in young masonry. *Heron*, vol 44, n°2, 1999, pages 63-78.
- [Harmuth 95a] H. Harmuth. Investigation of the adherence and the fracture behaviour of polymer cement concrete. *Cement and Concrete Research*, vol. 25, n°3, 1995, pages 497-502.
- [Harmuth 95b] H. Harmuth. Stability of crack propagation associated with fracture energy determined by wedge splitting specimen. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 23, 1995, pages 103-108.

- [**Hassam 00**] K.E. Hassam, J.J. Brooks, L. Al-Alawi. Compatibility of repair mortar with concrete in hot-dry environment. *Cement and Concrete Composites*, vol. 23, 2000, pages 93-101.
- [**Hayakawa 86**] K. Hayakawa, T. Soshiroda. Effects of cellulose ether on bond between polymers and concrete, *Proceedings of international symposium organized by Rilem Technical committee 52*, 1986, Ed. By H.R. Sasse, pages 22-31.
- [**Hekal 99**] E.E. Hekal, M. Abd-El-Khalek, M. El-Shafey, F.S. Hashem. Mechanical and physico-chemical properties of hardened Portland cement pastes containing hydrophobic admixtures. Part 1: Compressive strength and hydration kinetics. *ZKG International*, vol. 52, n°12, 1999, pages 697-700.
- [**Hekal 00**] E.E. Hekal, M. Abd-El-Khalek, M. El-Shafey, F.S. Hashem. Mechanical and physico-chemical properties of hardened Portland cement pastes containing hydrophobic admixtures. Part 2 Physical properties and microstructure. *ZKG International*, vol. 53, n°3, 2000, pages 152-158.
- [**Holt 04**] E. Holt, M. Leivo. Cracking risks associated with early age shrinkage. *Cement and Concrete Composite*, vol. 26, 2004, pages 521-530.
- [**Holt 05**] E. Holt. Contribution of mixture design to chemical and autogenous shrinkage of concrete at early age. *Cement and Concrete Research*, vol. 35, 2005, pages 464-472.
- [**Igarashi 00**] S.I. Igarashi, A. Bentur, K. Kolver. Autogenous shrinkage and induced restraining stresses in high-strength concretes. *Cement and Concrete Research*, vol. 30, n°11, 2000, pages 1701-1707.
- [**Isberner 69**] A.W. Isberner. Properties of masonry cement mortars. *Designing Engineering and Constructing with Masonry Products*, edition F.B. Johnson, Gulf Publishing Company, Houston, 1969, pages 42-50.
- [**Janotka 96**] I. Janotka, J. Madejová, L. Stevula, D.M. Frt'alová. Behavior of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in the presence of the set styrene-acrylate dispersion. *Cement and Concrete Research*, vol. 26, 1996, pages 1727-1735.
- [**Jenni 03a**] A. Jenni Evolution microstructurale et propriétés physiques des mortiers polymère-modifiés. Université de Berne. 2003
<http://www.earthsci.unibe.ch/tectonics/Research/Elotex-KIT-1/A.Jenni/PhD.html>
- [**Jenni 03b**] A. Jenni Développement des poudres redispersables, imperméables à l'eau : analyse quantitative de microstructure. Université de Berne. 2003
<http://illite.unibe.ch/tectonics/Research/Elotex-KTI-1/>
- [**Jenni 05**] A. Jenni, L. Holzer, R. Zurbruggen, M. Herwegh. Influence on microstructure and adhesive strength of cementitious tile adhesive mortars. *Cement and Concrete Research*, vol. 35, 2005, pages 35-50.
- [**Jennings 00**] H.M. Jennings. A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste. *Cement and Concrete Research*, vol. 30, n°1, 2000, pages 567-572.
- [**Jingang 05**] W. Jingang, Z. Shuxiang, Y. Haiquin, K. Xiangzheng, W. Xikui, G. Zhongmao. Study of cement mortars modified by emulsifier-free latexes. *Cement & Concrete Composite*, vol. 27, 2005, pages 920-925.
- [**Jolicoeur 98**] C. Jolicoeur, M.A. Simard. Chemical admixture-cement interactions: Phenomenology and physico-chemical concepts. *Cement and Concrete Research*, vol. 20, 1998, pages 87-101.
- [**Jouan 05**] M.P. Jouan. Décollements de revêtements de façades posés au mortier-colle. *Qualité Construction*, n°91, juillet / août 2005, pages 26-31.
- [**Kampf 63**] L. Kampf. Factors affecting bond of mortar to brick. *Symposium on Masonry testing*, ASTM STP 320, American Society for Testing and Materials, Philadelphie, 1963, pages 127-142.

- [**Kardon 97**] J.B. Kardon. Polymer-modified concrete: Review. *Journal of Materials in Civil Engineering*, Mai 1997, pages 85-92.
- [**Khayat 95**] K.H. Khayat. Effects of antiwashout admixtures on fresh concrete properties. *ACI Materials Journal*, vol. 92 (2), 1995, pages 164-171.
- [**Khayat 96**] K.H. Khayat. Effects of anti-washout admixtures on properties of hardened concrete. *ACI Materials Journal*, vol. 93 (2), 1996, pages 169-183.
- [**Khayat 98**] K.H. Khayat. Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials-An overview. *Cement and Concrete Composites*, vol. 20, 1998, pages 171-188.
- [**Kim 97**] J. Kim, R. E. Robertson. Prevention of Air void formation in polymer-modified cement mortar by pre-wetting. *Cement and Concrete Research*, vol. 27 (2), 1997, pages 171-176.
- [**Kim 98**] J. Kim, R.E. Robertson. Effect of poly(vinyl alcohol) on aggregate-paste bond strength and the interfacial zone. *Advanced Cement Based Materials*, vol. 8 (2), 1998, pages 66-76.
- [**Kim 99a**] J. Kim, R.E. Robertson, A.E. Naam. Structure and properties of poly(vinyl alcohol)-modified mortar and concrete. *Cement Concrete Research*, vol. 29 (3), 1999, pages 407-415.
- [**Kim 99b**] J.K. Kim, Y.Y. Kim. Fatigue crack growth of high-strength concrete in wedge splitting test. *Cement and Concrete Research*, vol. 29, 1999, pages 705-712.
- [**Klemm 97**] A.J. Klemm, P. Klemm. The effect of the alternate freezing and thawing cycles on the pore structure of cementitious composites modified by MHEC and PVA. *Building and Environment*, vol. 32 (6), 1997, pages 509-512.
- [**Knapen 04**] E.Knapen, A. Bleedens, D. Van Gemert, F. Van Rickstal. Modification of cement concrete by means of polymer in solution. *Proceedings of 11th Congress on Polymers in Concrete*, Berlin, 2004, pages 83-90.
- [**Knapen 05**] E. Knapen, A. Bleedens, D. Van Gemert. Water-soluble polymeric modifiers for cement mortar and concrete.
[http://www.kuleuven.ac.be/bwk/materials/Publications/Proceedings %20of %20International %20Conferences/EK-IC007-2005_CONMAT05_EK.pdf](http://www.kuleuven.ac.be/bwk/materials/Publications/Proceedings%20of%20International%20Conferences/EK-IC007-2005_CONMAT05_EK.pdf)
- [**Knapen 06**] E. Knapen, D. Van Gemert. Influence of water-soluble polymers on the microstructure of cement mortars.
[http://www.kuleuven.ac.be/bwk/materials/Publications/Proceedings %20of %20International %20Conferences/EK-IC011-2006_BMC_8_Knapen.pdf](http://www.kuleuven.ac.be/bwk/materials/Publications/Proceedings%20of%20International%20Conferences/EK-IC011-2006_BMC_8_Knapen.pdf)
- [**Kolver 93**] K. Kolver, J. Sikuler, A. Bentur. Restrained shrinkage tests of fibre reinforced concrete ring specimens: effect of core thermal expansion. *Materials and Structures*, vol.26., 1993, pages 231-237.
- [**Kriegel 03**] R.Kriegel, R. Hellrung, A. Dimmig. Qualitative and quantitative analysis of selected organic additives in hardened concrete by thermal analysis and infrared spectroscopy. *Proceedings du 11^{ème} ICCO (Cement's Contribution to Development in the 21st Century)*, 2003, pages 257-269.
- [**Konrad 97**] J.M. Konrad, R. Ayad. An idealized framework for the analysis of cohesive soils undergoing desiccation. *Canadian Geotechnical Journal*, vol. 34, 1997, pages 477-488.
- [**Kronl f 95**] A. Kronl f, M. Leivo, P. Sipari. Experimental study on the basic phenomena of shrinkage and cracking of fresh mortar. *Cement and Concrete Research*, vol. 25, n  8, 1995, pages 1747-1754.
- [**Lamure 07**] A. Lamure. Adh sion et adh rence des mat riaux. [http://www.inp-toulouse.fr/tice/pdf/01Extrait Adhesion et Adherence.pdf](http://www.inp-toulouse.fr/tice/pdf/01Extrait_Adhesion_et_Adherence.pdf), 2007.
- [**Le Chatelier 1900**] H. Le Chatelier. Sur les changements de volume qui accompagnent le durcissement des ciments. *Bulletin de la soci t  de l'Encouragement pour l'Industrie Nationale*, 5^{ me} s rie, tome 5, 1900, pages 54-57.

- [Lefèvre 67] C. Lefèvre. Nouvelles méthodes pour la mesure des variations linéaires des mortiers et bétons frais. Annales de l'I.T.B.T.P, n°237, 1967.
- [Lejeune 91] C. Lejeune. Comportement à la fissuration des enduits d'imperméabilisation. Document interne CSTB. 1991. 15 pages.
- [Li 01] G. Li, H. Xie, G. Xiong. Transition zone studies of new-to-old concrete with different binders. Cement and Concrete Composite, vol. 23, 2001, pages 381-387.
- [Locker 80] F.W. Locker. Hydration of pure Portland cements. Rapport général du thème II, 7ème congrès de ciments de Paris, 1980.
- [Loukili 99] A. Loukili, A. Khelidj, P. Richard. Hydration kinetics, change of relative humidity and autogenous shrinkage of ultra-high strength Concrete. Cement and Concrete Research, vol. 29, n°4, 1999, pages 577-584.
- [Loukili 00] A. Loukili, D. Chopin, A. Khelidj, J.Y. Le Touzo. A new approach to determine autogenous shrinkage of mortar at early age considering temperature history. Cement and Concrete Research, vol. 30, 2000, pages 915-922.
- [Malatrait 92] M.C. Malatrait. Propriétés hydriques du mortier pour enduits de façade en relation avec sa structure poreuse. Mise en œuvre, durabilité. Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 1992, 282 pages.
- [Mansur 07] A.A.P. Mansur, D.B. Santos, H.S. Mansur. A microstructural approach to adherence of poly (vinyl alcohol) modified cement systems to ceramic tiles. Cement and Concrete Research, vol. 37, 2007, pages 270-282.
- [Maravelaki-Kalaitzaki 07] P. Maravelaki-Kalaitzaki. Hydraulic lime mortars with siloxane for waterproofing historic masonry. Cement and Concrete Research, vol. 37, 2007, pages 283-290.
- [Martinet 03] G. Martinet. Pathologies d'enduit : étude et diagnostic. Applitec n°43, mars/avril 2003, pages 22.
- [Medeiros 07] M. Medeiros, P. Helene. Efficacy of surface hydrophobic agents in reducing water and chloride ion penetration in concrete. Materials and Structure. Original Article, RILEM 2007. ISSN 1359-5997.
- [Merlin 05] F. Merlin, H. Guitoni, H. Mouhoubi, S. Mariot, F. Vallée, H. Van Damme. Adsorption and heterocoagulation of nonionic surfactants and latex particles on cement hydrates. Journal of Colloid and Interface Science, vol. 281, 2005, pages 1-10.
- [Messan 06] A. Messan. Contribution à l'étude du comportement au très jeune âge des structures minces en mortier. Thèse de doctorat de l'Université Montpellier II, 2006, 218 pages.
- [Mesbah 97] H.A. Mesbah. Amélioration du comportement des mortiers à base de granulats recyclés par adjonction de fibres. Thèse de doctorat de l'Université d'Artois, 1997, 223 pages.
- [Metalssi 06] O.O.Metalssi. Etude des couplages hydratation-échanges hydriques-carbonatation dans les mortiers modifiés polymères. Thèse de l'Université de La Rochelle, 2006, 196 pages.
- [Mitani 03] H. Mitani. Variations volumiques des matrices cimentaires aux très jeune âges : approche expérimentale des aspects physiques et microstructuraux. Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2003, 182 pages.
- [Monge 05] J. Monge, V. Lamour, M. Moranville. Influence of organic admixtures on the early age cracking of thin layers of mortars. CeREM Journal 2005, pages 21-31.
- [Morgan 95] D.R. Morgan. Compatibility of concrete repair materials and systems. Construction and Buildings Materials. Vol. 10, n°1, 1995, Pages 57-67.
- [Mounanga 03] P. Mounanga. Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques. Université de Nantes, 2003, 217 pages.

- [Müller 06] I. Müller. Influence of cellulose ethers on the kinetics of early Portland cement hydration. Thèse Université de Karlsruhe, 2006. 110 pages.
- [Nakayama 87] M. Nakayama, J.J. Beaudoin. Bond strength development between latex-modified cement paste and steel. *Cement and Concrete Research*, vol. 17, 1987, pages 562-572.
- [Nordmeyer 07] H. Nordmeyer, P. Taylor. Water-repellent performance in pouzzolanic and traditional mortars. *World of Coal Ash (WOCA)*, 7-10 mai 2007, Covington, Kentucky, USA.
- [Norme 84] BS 6319: Part 4. Slant shear test method for evaluating bond strength of epoxy systems, BSI, Londres, 1984.
- [Norme 98] NF EN 1324. Colles à carrelage. Détermination de l'adhérence par cisaillement d'un adhésif en dispersion. AFNOR 1998.
- [Norme 99] NF EN 1015-11. Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 11: Détermination de la résistance à la flexion et à la compression du mortier durci. AFNOR 1999.
- [Norme 00] NF ISO 13320-1. Analyse granulométrique. Méthodes par diffraction laser. Partie 1: principes généraux. AFNOR 2000
- [Norme 01a] NF EN 197-1. Ciment-Partie I : composition, spécification et critères de conformité pour ciments ordinaires. AFNOR 2001.
- [Norme 01b] NF EN 12004. Colles à carrelage. Définitions et spécifications. AFNOR 2001.
- [Norme 02] NF EN12004/A1. Colles à carrelage. Amendement A1. AFNOR 2002.
- [Norme 06] NF EN 196-3. Méthodes d'essais des ciments partie 3: détermination du temps de prise et de la stabilité. AFNOR 2006
- [O'Connor 01] S.M. O'Connor, S.H. Gehrke. Particle size distribution analysis as a characterization method for gel particles produced in suspension reactors. *Polymers*, vol. 42, 2001, pages 1541-1546.
- [Ohama 86] Y. Ohama. Adhesion of polymer modified mortars to ordinary cement mortar by different methods. *Proceedings ISAP 86, adhesion between polymers and concrete*, H.R. Sasse, Chapman and Hall, 1986, pages 719-729.
- [Ohama 87] Y. Ohama. Principle of latex modification and some typical properties of latex modified mortars and concretes, *ACI Materials Journal*, 1987, pages 511-518.
- [Ohama 90] Y. Ohama, K. Demura. Freeze-thaw durability of powdered and aqueous polymer mortars and effects of freezing-and thawing cycles on their pore structures. *Proceedings of the 6th International Congress on Polymers in Concrete*, Shanghai, page 253
- [Ohama 95] Y. Ohama. *Handbook of polymer-modified concretes and mortars*. Noyes Publications, 1995.
- [Ohama 98] Y. Ohama. Polymer based admixtures. *Cement and Concrete Composites*, vol. 20, 1998, pages 189-212.
- [Ohama 99] Y. Ohama, K. Demura. Adhesion between fresh polymethyl metacrylate mortar and fresh cement mortar or concrete. *Proceedings of the 2nd International RILEM Symposium. ISPAP'99, Adhesion between Polymers and Concrete*, 1999, pages 47-55.
- [Ollitrault-Ficher 98] R. Ollitrault-Ficher, C. Gauthier, G. Clamen, P. Boch. Microstructural aspects in a polymer modified cement. *Cement and Concrete Research*, vol. 28 (12), 1998, pages 1687-1693.
- [Ouyang 07] X. Ouyang, Y. Guo, X. Qiu. The feasibility of sythtic surfactant as an air entraining agent for he cement matrix. *Construction and Building Material*, 2007, <http://doi:10.1016/j.conbuilmat.2007.05.002>
- [Ouzit 90] M.A. Ouzit. Contribution à l'étude du comportement mécanique des enduits de façade à base de liants hydrauliques. Thèse de doctorat de l'Université Paris 6. 1986. 136 pages.

- [**Paiva 06**] H. Paiva, L.M. Silva, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira. Effects of a water-retaining agent on the rheological behaviour of a single-coat render mortar. *Cement and Concrete Research*, vol. 36, 2006, pages 1257-1262.
- [**Palmer 34**] L.A. Palmer, D.A. parsons. A study of the properties of bricks and their relationship to bond. *Journal of Research, National Bureau of Standards*, vol.12, 1934, pages 609-644.
- [**Pareek 86**] S.N. Pareek, Y. Ohama, K. Demura. Adhesion of bonded mortar to polymer-cement paste coated mortar substrate. *Proceedings 18 Rilem international conference, Interfaces in Cementitious Composite*, édité par J. Maso, 1986 pages 89-98
- [**Pareek 93**] S.N. Pareek. Improvement in adhesion of polymeric repair and finish materials for reinforced concrete structures. Thèse de l'Université de Nihon, College of Engineering, 1993.
- [**Pascal 02**] S. Pascal. Comportement mécanique de composites mortier-polymère. Thèse de doctorat de l'Ecole Centrale des Arts et Manufactures, Ecole Centrale Paris, 2002, 206 pages.
- [**Pascal 03**] S. Pascal, A. Alliche, P. Pilvin. Mechanical behaviour of polymer modified mortars. *Materials Science & Engineering A*, vol. 380, 2004, pages 1-8.
- [**PCA 94**] PCA, Portland Cement Association. *Masonry Information, Factors affecting bond strength of masonry*. 1994, 6 pages.
- [**Peng 07**] G.F. Peng, Q. Ma, H.M. Hu, R. Gao, Q.F. Yao, Y.F. Liu. The effect of entrainment and pozzolans on frost resistance of 50-60 MPA grade concrete. *Construction and Building Materials*, vol.21, 2007, pages 1034-1039.
- [**Perez 07**] O.E. Perez, C.C. Sanchez, A.M.R. Pilosof, J.M.R. Patino. Dynamics adsorption of hydroxypropyl methylcellulose at the air-water interface. *Food Hydrocolloids*, article in press, 2007, 16 pages.
- [**Peschard 02**] A. Peschard, L. Bertrand, P. Grosseau, B. Guilhot, R. Guyonnet, S. Maximilien, G. Fantozzi. Interactions ciments / polysaccharides dans les enduits. 2002. http://pem.utbm.fr/materiaux_2002/file/pdf/AF06011.PDF
- [**Pigeon 03**] M. Pigeon, G. Toma, J. Marchand, B. Bissonnette. Etude expérimentale du retrait endogène restreint au jeune âge. *Materials and Structures*, vol. 36, 2003, pages 666-672.
- [**Porosimètre 07**] <http://www.micromeritics.com/pdf/products/autoporeFinal.pdf>, 2007.
- [**Pourchez 06a**] J. Pourchez. Aspects physico-chimiques de l'interaction des éthers de cellulose avec la matrice cimentaire. Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines, 2006. 285 pages.
- [**Pourchez 06b**] J. Pourchez, A. Govin, P. Grosseau, R. Guyonnet, B. Guilhot, B. Ruot. Alkaline stability of cellulose ethers and impact of their degradation products on cement hydration. *Cement and Concrete Research*, vol. 36, 2006, pages 1252-1256.
- [**Pourchez 06c**] J. Pourchez, A. Peshard, G. Grosseau, R. Guyonnet, B. Guilhot, F. Vallée. HPMC and HEMC influence on cement hydration. *Cement and Concrete Research*, vol. 36, 2006, pages 288-294.
- [**Pourchez 06d**] J. Pourchez, P. Grosseau, B. Guilhot, R. Guyonnet, B. Ruot. Impact of cellulose ethers on the C₃S hydration.
- [**Pourchez 07**] J. Pourchez, J. Debayle, P.Grosseau, J.C. Pinoli, E. Pourchez, E. Boller, E. Maire. Structuration du réseau poreux des matériaux cimentaires frais par microtomographie par rayonnement synchrotron à acquisition rapide. Présentation aux Journées Annuelles de la SF2M 2007.
- [**Powers 35**] T.C Powers. Absorption of water by Portland cement paste during hardening process. *Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 27, n°7, 1935, pages 790-794.
- [**Powers 46**] T.C Powers, T. L. Brownyard. Studies of the Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste. *Journal Proceedings*, 1946 pages 101-132.

- [**Powers 68**] T.C. Powers. The properties of fresh concrete, John Wiley & Sons, New York, 1968, 664 pages.
- [**Putterman 99**] M. Putterman. Adhesion between polymers and concrete. Proceedings of the 2nd International RILEM Symposium, ISAP'99, edited by Ohama and M. Putterman, 1999, pages 235-246.
- [**Radocea 94**] A.Radocea. A model of plastic shrinkage. Magazine of Concrete Research, vol.46, 1994, pages
- [**Ramachandran 02**] V.S. Ramachandran, R.M. Paroli, J.J. Beaudoin, A.H. Delgado. Handbook of thermal analysis of constructions materials. Institute for Research in Construction, National Research Council of Canada. Noyes publications, William Andrew Publishing, Norwich, New-York, U.S.A, 2002, 680 pages, ISBN 0-8155-1487-5.
- [**Ramakrishnan 94**] V. Ramakrishnan. Properties and applications of latex-modified concrete. Advances in Concrete Technology, seconde editions, V.M. Malhotra ed. Canada.Ctr. for Mineral and Energy Technol., 1994, pages 839-890.
- [**Ray 95**] I. Ray, A.P. Gupta, M.Biswas. Effect of latex and superplasticiser on Portland cement mortar in the hardened state. Cement & Concrete Composite, vol. 17, 1995, pages 9-21.
- [**Rey 50**] M. Rey. Nouvelle méthode de mesure de l'hydratation des liants hydrauliques. Publication technique du CERILH, n°31, 1950, pages.
- [**Ribar 82**] J.W. Ribar. Water permeance of masonry : a laboratory study. Masonry: Materials, Properties and Performance, ASTM STP 778, Edition J.G. Borchelt, American Society for Testing and Materials, 1982, pages 200-220.
- [**RILEM 97**] RILEM TC 119-TCE. Avoidance of thermal cracking in concrete at early ages-Recommendations. Materials and Structures, vol.30, 1997, pages 451-461.
- [**RILEM 85**] Recommendation TL50-Fmc. Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of three-point bend tests on notched beams. Materials and Structures, vol.106, 1985, pages 285-290.
- [**Ritchie 63**] T. Ritchie, J.I. Davison. Factors affecting bond strength and resistance to moisture penetration of brick masonry. Symposium on Masonry Testing, ASTM STP 320, American Society for Testing and Materials, Philadelphie, 1963, pages 16-30.
- [**Robinson 88**] G.C. Robinson, R.H. Brown. Inadequacy of property specification in ASTM C 270, Masonry: Materials, design, construction and maintenance, ASTM STP 992, Edition H.A. Harris, American Society for Testing and Materials, Philadelphie, 1988, pages 7-17.
- [**Roncero 00**] J. Roncero, R. Guettu, I. Carol. Effect of chemical admixtures on the shrinkage of cement mortars. <http://www.ce.utexas.edu/em2000/papers/JRoncero.pdf> , 2007
- [**Rosario Veiga 98a**] M. Rosario Vega. A methodology to evaluate the cracking susceptibility of renders: Equipment, tests and criteria. Experimental data. 5th International Masonry Congress, Londres, 1998, 13 pages.
- [**Rosario Veiga 98b**] M. Rosario Vega, V. Abrantes. Improving the cracking resistance of rendering mortars. Influence of compositions factors. XXV IAHS World Housing Congress, Lisbonne, 1998, 11 pages.
- [**Rottstege 05**] J. Rottstege, M.Arnold, L. Herschke, G. Glasser, M. Wilhelm, H.W. Spiess, W.D. Hergeth. Solid state NMR and LVSEM studies on the hardening of latex modified tile mortar systems. Cement and Concrete Research, vol. 35, 2005, pages 2233-2243.
- [**Sá 05**] A.V. Sá, V.P Freitas. Influence of hygrothermal action on the durability of cementitious adhesives. 2005, 6 pages.
http://www.byv.kth.se/avd/byte/reykjavik/view_article.asp?param=ID&data=35
- [**Sabatier 04**] V. Sabatier. Rechargements minces adhérents à base cimentaire renforcés de fibres métalliques. Conditions de leur durabilité, modélisation et calcul. Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse III, 2004, 190 pages.

- [**Saija 95**] L.M. Saija. Waterproofing of Portland cement mortars with a specially designed polyacrylic latex. *Cement and Concrete Research*, vol. 25 (3), 1995, pages 503-509.
- [**Sakai 95**] E. Sakai, J. Sujita. Composite mechanism of polymer modified-cement. *Cement Concrete Research*, vol. 25 (1), 1995, pages 127-135.
- [**Sarkar 95**] N.Sarkar, L.C. Walker Hydration-dehydration properties of methylcellulose and hydroxypropylmethylcellulose. *Carbohydrate Polymers*, vol. 27, 1995, pages 177-185.
- [**Schulze 01**] J. Schulze, O. Killermann. Long term performance of redispersible powders in mortars. *Cement and Concrete Research* vol. 31, 2001, pages 357-362.
- [**Scrivener 89**] K.L. Scrivener. The microstructure of the concrete. *Materials Science of Concrete I*, edited by J.P. Skalny. American Ceramic Society, Westerville. 1989.
- [**Sellevoid 94**] E. Sellevoid, O. Bjontegaard, H. Justnes, P.A. Dahl. High performance concrete: early volume change and cracking tendency. *Proceedings of Thermal Cracking in Concrete at early Age*, éditeur R. Springenschmid, E&FN SPON, 1994, pages 243-258.
- [**Shah 98**] S.P. Shah, C. Ouyang, S. Marikunte, W. Yang, E.A. Becq-Girauton. Method to predict shrinkage cracking of concrete. *ACI Materials journal*, vol. 4, 1998, pages 339-346.
- [**Shaker 97**] F.A. Shaker, A.S. El Dieb, M.M. Reda. Durability of styrene-butadiene latex modified concrete. *Cement and Concrete Research*, vol. 27 (5), 1997, pages 711-720.
- [**Skalny 80**] J.P. Skalny, J.F. Young. Mécanismes d'hydratation du ciment Portland. Rapport général du thème II, 7ème congrès de ciments de Paris, 1980.
- [**Sickfeld 87**] J.Sickfeld, D.Neubert. Charakterisierung durch thermische analyse. *Forschung & Entwicklung*, n° 93, pages 347-351.
- [**Silva 01**] D.A. Silva, V.M. John, J.L.D. Ribeiro, H.R. Roman. Pore size distribution of hydrated cement pastes modified by polymers. *Cement and Concrete Research*, vol. 31, 2001, pages 1177-1184.
- [**Silva 02**] D.A. Silva, H.R. Roman, P.J.P. Gleize. Evidences of chemical interaction between EVA and hydrating Portland cement. *Cement and Concrete Research*, vol. 32, 2002, pages 1383-1390.
- [**Silva 05a**] D.A. Silva, P.J.M.. Monteiro. Hydration evolution of C₃S-EVA composites analyzed by soft X-ray microscopy. *Cement and Concrete Research*, vol. 35, 2005, pages 351-357.
- [**Silva 05b**] D.A. Silva, P.J.M.. Monteiro. Analysis of C₃A hydration using soft X-rays transmission microscopy: Effect of EVA copolymer. *Cement and Concrete Research*, vol. 35, 2005, pages 2026-2032..
- [**Silva 05c**] D.A. Silva, P.J.M.. Monteiro. ESEM analysis of polymeric film in EVA-modified cement paste. *Cement and Concrete Research*, vol. 35, 2005, pages 2047-2050.
- [**Silva 06**] D.A. Silva, P.J.M.. Monteiro. The influence of polymers on the hydration of Portland cement phases analysed by soft X-ray transmission microscopy. *Cement and Concrete Research*, vol. 36, 2006, pages 1501-1507.
- [**Singh 01**] N.B. Singh, S. Rai. Effect of poly(vinyl alcohol) on the hydration of cement with rice hush ash. *Cement and Concrete Research*, vol. 31 (2), 2001, pages 239-243.
- [**Slowik 04**] V. Slowik, E. Schlattner, T. Klint. Experimental investigation into early age shrinkage of cement paste by using fibre Bragg gratings. *Cement and Concrete Composite*, vol.26, 2004 pages 473-479.
- [**SNMI 08**] <http://www.snmi.org> . Syndicat National des Mortiers Industriels. 2008.
- [**Standard 03**] Standard C91 section 7.2 and 7.3. Specification for masonry cement: determination of water retention and air content. American Society for Testing and Materials, 2003.
- [**Su 91**] Z. Su, J.M Bijen, J.A. Larbi. Influence of polymer on the hydration of Portland cement. *Cement and Concrete Research*, vol. 21, 1991, pages 242-250.

- [**Su 95**] Z. Su. Microstructure of polymer cement concrete. PhD thesis. Delft University Press, The Netherlands, 1995, 189 pages.
- [**Su 96**] Z. Su, K. Sujata, J.M.J.M. Bijen, H.M. Jennings, A.L.A. Fraaij. The evolution of the microstructure in acrylate polymer-modified cement pastes at the early age of cement hydration. *Advanced Cement Based Materials*, vol. 3, pages 87-93.
- [**Sugo 96**] H.O. Sugo, A.W. Page, S.J. Lawrence. Influence of the macro & microstructure of air entrained mortar on masonry bond strength. *Proceedings of the 7th North American Masonry Conference*, Indiana, 1996, pages 230-241.
- [**Sugo 01**] H.O. Sugo, A.W. Page, S.J. Lawrence. The development of mortar/unit bond. *Proceedings of the 9th Canadian Masonry Symposium*, 2001.
- [**Sumathy 97**] C.T. Sumathy, M. Dharakumar, M. Saraoja, S. Saccubai. Modification of cement mortar by polymer latex. *Cement & Concrete Composite*, vol. 21, 1997, pages 1251-1257.
- [**Tamin 86**] P.F. Tamin. Etude du comportement mécanique des revêtements de façades-enduits. Thèse de doctorat en Sciences et Techniques du Bâtiment. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris. 1986, 138 pages.
- [**Taylor 87**] H.F.W. Taylor, A.B. Turner. Reactions of tricalcium silicate paste with organic liquids. *Cement and Concrete Research*, vol. 17, 1987, pages 613-623.
- [**Taylor 97**] H.F.W. Taylor. *Cement Chemistry*, second edition, Thomas Telford Publishing; ISBN 0 7277 2592 0
- [**Tarnarutskii 71**] G.M. Tarnarutskii, G.N. Shubert. Effect of complex surfactant on the principal physicommechanical properties of mortars and concrete. *Power Technology and Engineering*, vol. 5, n°7, 1971.
- [**Tazawa 95a**] E.I. Tazawa, S. Miyazawa. Influence of cement and admixture on autogenous shrinkage of cement paste. *Cement and Concrete Research*, vol.25, n°2, 1995, pages 281-287.
- [**Tazawa 95b**] E.I. Tazawa, S. Miyazawa, T. Kasai. Chemical shrinkage and autogenous shrinkage of hydrating cement paste. *Cement and Concrete Research*, vol.25, n°2, 1995, pages 288-292.
- [**Turcry 04**] P. Turcry. Retrait et fissuration des bétons autoplaçants : influence de la formulation. Thèse de doctorat de l'Ecole Centrale de Nantes et de l'université de Nantes, 2004, ??? pages.
- [**Vallée 99**] F. Vallée. Durabilité des composites polymères / ciment : applications au cas des enduits minces sur isolants. Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, 1999, 206 pages.
- [**Vallée 03**] F. Vallée. Interactions organo-minérales dans les mortiers industriels. *Cahiers du CSTB*. Livraison 440, juin 2003, cahier 3462, 11 pages.
- [**Weiss 01**] W.J. Weiss, S. Ferguson. Restrained shrinkage testing: the impact of specimen geometry on quality control testing for material performance assessment. *Proceedings of 6th International Conference CONCREEP*, éditeurs F.G. Ulm, Z.P. Bazant, F.H. Wittmann, Elseviers, 2001, pages 645-650.
- [**Venuat 89**] M. Venuat. Caractéristiques des liants et des bétons, mise en œuvre des coulis et mortiers. Tome 1, ISBN 2-281-11115-6, 284 pages. Tome 2, ISBN 2-281-11116-4, 220 pages. Editions du Moniteur, Paris.
- [**Weimann 03**] M.B. Weimann, V.C. Li. Drying shrinkage and crack width of engineered cementitious composites (ECC). *Proceedings of International Symposium "Brittle Matrix Composites"*, éditeurs A.M. Brandt, V.C. Li, I.H. Marshall, Warsaw, ZTUREK RSI and Whoodhead, 2003, pages 37-46.
- [**Weyer 05**] H.J. Weyer, I. Müller, B. Schmitt, D. Bosbach, A. Putnis. Time-resolved monitoring of cement hydration: influence of cellulose ethers on hydration kinetics. *NIMB Beam Interactions with Materials & Atoms*, vol. 238, 2005, pages 102-106.

- [**Whang 06**] R. Whang, X.G. Li, P.M Wang. Influence of polymer on cement hydration in SBR-modified cement pastes. *Cement and Concrete Research*, vol. 36, 2006, pages 1744-1751.
- [**Wittman 76**] F.H. Wittmann. On the action of capillary pressure in fresh concrete. *Cement and Concrete Research*, vol. 6, n° 1, 1976, pages 49-56.
- [**Xu 92**] A. XU. Structure of hardened cement-fly ash systems and their related properties. Thèse de Doctorat, Chalmers University of Technology, Goteborg, 1992, 195 pages.
- [**Yokoyama 94**] K. Yokoyama, S. Hiraishi, Y. Kasai, K. Kishitani. Shrinkage and cracking of high strength concrete and flowing concrete at early age. *Proceedings of 4th CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and other chemical admixtures in concrete*. V.M. Malhotra, Editeur, ACI SP-148, American Concrete Institute, 1994, pages 243-258.
- [**Zeng 96**] S.Zeng, R. Short, C.L. Page. Early-age hydration kinetics of polymer-modified cement. *Advanced in Cement Research*, vol. 8 (29), 1996, pages 1-9.
- [**Zhang 96**] D.S. Zhang. Air entrainment in fresh concrete with PFA. *Cement and Concrete Composite*, vol. 18, 1996, pages 409-416.
- [**Zhang 07**] R. Zhang. Polymer modified dry-mix tile adhesives. Wacker Polymer Material (Shangai) Co.,ltd, 2007.
- [http://www.hkpc.org/hkiemat/mastec05_program_notes/Mr. %20Richard %20Zhang_a.pdf](http://www.hkpc.org/hkiemat/mastec05_program_notes/Mr.%20Richard%20Zhang_a.pdf)
- [**Zhong 02**] S. Zhong, Z. Chen. Properties of latex blends and its modified cement mortars. *Cement and Concrete Research*, vol. 32, 2002, pages 1515-1524.

Liste des figures

Figure 1.1 : évolutions de la production de mortiers en France (a) [SNMI 08] et en Europe (b) [EMO 08]	2
Figure 1.2 : répartitions des différents mortiers en France et en Europe en 2007 [SNMI 07] [EMO 07]	3
Figure 2.1 : maillon de cellulose [Pourchez 6a]	14
Figure 2.2 : formule semi-développée d'un motif de MHPC [Pourchez 06a]	14
Figure 2.3 : formule semi-développée d'un motif de MHEC [Pourchez 06a]	14
Figure 2.4 : image in situ ESEM d'un éther de cellulose se gonflant	15
Figure 2.5 : viscosité apparente d'un mélange aqueux 0,01M de NaCl	18
Figure 2.6 : perte de masse d'un béton contenant ou non un MHPC	18
Figure 2.7 : résistance en compression à 34 jours pour des bétons en présence	19
Figure 2.8 : modèle du réseau poreux dans un mortier	19
Figure 2.9 : distribution porosimétrique de pâte de ciment	20
Figure 2.10 : principe de stabilisation d'un latex [Bonin 05]	21
Figure 2.11 : modèle d'interactions entre la matrice cimentaire et un latex lors de l'hydratation du ciment d'un mortier modifié latex [Gemert 04]	22
Figure 2.12 : (a) formation du film de latex et (b) mécanisme réactionnel entre un latex carboxylique et le ciment Portland [Ohama 98]	22
Figure 2.13 : schéma réactionnel entre un latex SBR et un grain de ciment (a) ionisation du carboxyle (b) interaction avec les ions de calcium dans la solution (c) liaison avec un grain de ciment [Zeng 96]	23
Figure 2.14 : rétention en eau de différents mortiers adjuvantés latex [Afridi 95]	25
Figure 2.15 : (a) résistances en flexion et en compression de mortiers modifiés latex en fonction du taux de substitution et du taux de latex, (b) résistances en fonction de la cure subie par le mortier et différents latex [Ohama 98]	25
Figure 2.16 : essai de flexion trois points sur des mortiers adjuvantés	26
Figure 2.17 : distribution porosimétrique d'un mortier. (a) sans latex SBR, (b) avec latex SBR [Ohama 87]	27
Figure 2.18 : épaisseur de carbonatation en fonction des conditions	27
Figure 2.19 : (a) motif du latex EVA, (b) motif de PVOH	28
Figure 2.20 : volume de la classe poreuse	30
Figure 2.21 : distribution porosimétrique obtenue	30
Figure 2.22 : taux d'absorption en eau pour différents mortiers	33
Figure 2.23 : absorption en eau d'un mortier en fonction de sa composition	33
Figure 2.24 : observations au MEB de mortiers modifiés latex et éther de cellulose	35
Figure 2.25 : distribution porosimétrique de pâtes de ciment contenant plus ou moins du latex EVA sans HEC (a) et avec HEC (b) [Silva 01]	36
Figure 2.26 : distribution porosimétrique de pâtes de ciment contenant plus ou moins du HEC sans latex EVA (a) et avec du latex EVA (b) [Silva 01]	36
Figure 2.27 : différents types de retrait [Holt 04]	37
Figure 2.28 : retrait horizontal, évaporation, affaissement et pression capillaire en fonction du temps au jeune âge, pour un mortier [Kronlöf 95]	39
Figure 2.29 : composantes du retrait au jeune âge [Kronlöf 95]	39
Figure 2.30 : appareil de mesure du retrait utilisé par Jensen [Jensen 95]	40
Figure 2.31 : appareil de mesure du retrait utilisé par Turcry [Turcry 04]	40
Figure 2.32 : appareil de mesure du retrait utilisé par Capener [Capener 05]	40
Figure 2.33 : appareil de mesure du retrait utilisé par Messan [06]	40

Figure 2.34 : évolution comparative des déformations différées en fonction des conditions d'ambiance : ϵ_{tse} = sans échange, ϵ_{txx} = hygrométrie	41
Figure 2.35 : retrait en fonction du taux de l'imprégnation en eau I (%) du support pour un mortier traditionnel.....	41
Figure 2.36 : allure des courbes de déformations [Détriché 83]	41
Figure 2.37 : retraits total et endogène en fonction du temps [Turcry 04].....	42
Figure 2.38 : retraits total et endogène en fonction du temps [Messan 06]	42
Figure 2.39 : perte d'eau d'une pâte de ciment	45
Figure 2.40 : retrait au jeune âge et évaporation pour des mortiers contenant 0,5 % de MHPC (F1) et 0,27 % de MHPC (F2) [Messan 06]	45
Figure 2.41 : retrait au jeune âge en fonction du temps	46
Figure 2.42 : paramètres influençant l'adhérence [Courard 00]	51
Figure 2.43 : compatibilité réparation / support.....	51
Figure 2.44 : adhérence en traction directe en fonction du taux IRA d'une brique [Groot 99]	53
Figure 2.45 : adhérence en traction directe en fonction de l'absorptivité des briques [Palmer 34].....	53
Figure 2.46 : adhérence d'un mortier sur une brique en traction directe en fonction du niveau de saturation de la brique [Grandet 72].....	53
Figure 2.47 : adhérence en traction et résistance en compression de mortiers coulés sur des briques en fonction du rapport E/C [Isberner 69]	53
Figure 2.48 : différent moyens de mesure pour quantifier l'adhérence	54
Figure 2.49 : essai d'adhérence en flexion 3 points [Chausson 97].....	55
Figure 2.50 : essai d'adhérence en flexion 4 points [Peschard 02].....	56
Figure 2.51 : essai d'adhérence en flexion 4 points [Anagnostopoulos 02]	56
Figure 2.52 : essai d'adhérence en cisaillement par compression [Austin 99]	56
Figure 2.53 : essai WST, Wedge Splitting Test [Harmuth 95 b]	57
Figure 2.54 : Essai WST selon la norme chinoise GB-8185 [LI 01]	57
Figure 2.55 : résultat de l'essai d'adhérence WST d'un mortier appliqué sur une pierre.....	58
Figure 2.56 : adhérence en traction directe et profil de rupture pour.....	59
Figure 2.57 : profil de rupture lors d'arrachement par traction directe.....	59
Figure 2.58 : essais en traction directe et cisaillement par compression,.....	60
Figure 2.59 : pull-off test de mortier adjuvanté latex pour différents taux,	61
Figure 2.60 : adhérence en flexion d'un ensemble brique mortier.....	61
Figure 2.61 : adhérence par traction directe d'un carreau collé sur un support	62
Figure 2.62 : adhérence par traction directe de différents carreaux d'un mortier avec un support pour différentes proportions de polymères [Bonin 05]	63
Figure 2.63 : principe du collage entre le mortier contenant du latex et un support poreux [Do 03].....	63
Figure 2.64 : observation au MEB de latex (flèche blanche) en contact avec du mortier [Bonin 05].....	63
Figure 2.65 : modèle de création de l'adhérence d'un mortier contenant un latex [Sakai 95].	64
Figure 2.66 : essai à l'anneau [Sellevold 94]	65
Figure 2.67 : essai sur plaque [Yokoyama 94].....	66
Figure 2.68 : essai unidirectionnel [Lejeune 91].....	66
Figure 2.69 : essai horizontal « actif » [Bentur 03].....	67
Figure 2.70 : essai longitudinal [Banthia 93]	67
Figure 2.71 : essai longitudinal sur support rugueux [Banthia 96]	68
Figure 3.1 : surface spécifique des particules d'EC obtenue par granulométrie laser	73
Figure 3.2 : presse pour les essais de flexion et de compression sur éprouvettes 4×4×16 cm.	76

Figure 3.3 : absorptivité des briques	77
Figure 3.4 : localisation des points d'arrachement, à gauche :.....	77
Figure 3.5 : grain de matière	78
Figure 3.6 : porosimètre mercure (à gauche) et pénétromètre (à droite) [Porosimètre 07].....	80
Figure 3.7 : distribution porosimétrique des supports : brique, béton et dalle CEN.....	80
Figure 3.8 : schéma illustrant la répartition de l'eau dans.....	81
Figure 3.9 : four ATG (système de pesée en partie haute	82
Figure 3.10 : perte de masse et courbe dérivée de cette perte pour.....	83
Figure 3.11 : moule utilisé pour l'essai de mesure du retrait au jeune âge [Détriché 83].....	86
Figure 3.12 : appareil de mesure du retrait au jeune âge en configuration « libre » (a), sur briques (b) et éprouvette après démoulage d'un essai sur brique sans et avec papier Joseph interposé entre la brique et le mortier (c)	87
Figure 3.13 : collage de plots sur les éprouvettes 1×15×40 cm (à gauche), mesure avec un rétractomètre du retrait après 24 heures pour les éprouvettes provenant des essais libres ou non adhérents.....	88
Figure 3.14 : moule pour briquettes 1×10×10 cm , réservations en PVC collées sur les.....	89
Figure 3.15 : principe de conception de l'éprouvette mixte mortier / brique mesurant 10×10×50 cm.....	89
Figure 3.16 : presse 50 KN, essai de flexion 4 points	90
Figure 3.17 : résultat de l'essai de flexion 4 points, description des paramètres	90
Figure 3.18 : essai de « longueur décollée »	91
Figure 3.19 : principe de l'essai de « longueur décollée »	91
Figure 3.20 : allure des courbes obtenues avec l'essai « longueur décollée »	92
Figure 3.21 : procédure expérimentale de mesures des déformations sur la face inférieure du mortier (au contact du papier Joseph) et sur sa face supérieure	92
Figure 3.22 : résultats de l'essai de « longueur décollée » pour les jauges collées.....	93
Figure 3.23 : (a) presse pour essai de flexion trois points sur des tranches de 1 × 4 × 15 cm prélevées dans la zone de longueur décollée; (b) capteur numérique pour la mesure de la flèche	93
Figure 3.24 : retrait libre entre 0 et 24 heures en fonction du temps	94
Figure 3.25 : retrait de 1 à 28 jours des éprouvettes 1×15×40 cm	95
Figure 3.26 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points du mortier CEReM coulé sur la dalle CEN.....	95
Figure 3.27 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points du mortier CEReM coulé sur brique 0 %.....	95
Figure 3.28 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points du mortier CEReM coulé sur les supports béton	96
Figure 3.29 : demi-éprouvettes béton, béton / mortier ; décollement suivant strictement l'interface	96
Figure 3.30 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points du mortier.....	96
Figure 3.31 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points d'un enduit	97
Figure 3.32 : courbes résultats de l'essai flexion 4 points d'un mortier colle.....	97
Figure 3.33 : ensemble des valeurs de G^* (N/m) pour.....	98
Figure 4.1 : masse volumique apparente à l'état frais pour différentes formulations.....	100
Figure 4.2 : masse volumique apparente (mva) à 28 jours, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm.....	101
Figure 4.3 : porosité accessible à l'eau pour différents mélanges, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm	102
Figure 4.4 : relation entre la porosité accessible à l'eau à 28 jours et la mva à l'état frais	102
Figure 4.5 : relation entre la porosité accessible à l'eau et la mva à 28 jours	103
Figure 4.6 : mva à 15 jours pour différentes formulations sur éprouvettes 4 × 4 × 16 cm	103

Figure 4.7 : perte de masse relative pour différentes formulations, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm	104
Figure 4.8 : perte de masse relative pour différentes formulations, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm	105
Figure 4.9 : relation entre perte de masse et mva à 15 jours.....	105
Figure 4.10 : relation entre perte de masse à 15 jours et porosité accessible à l'eau à 28 jours, selon le taux de latex présent dans les mortiers (sur le graphique, formulations « sans latex », avec « 2,5% de latex » ou « 5% de latex »).....	105
Figure 4.11 : résistances en flexion 3 points pour différentes formulations, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm.....	106
Figure 4.12 : résistances en compression pour différentes formulations, demi-éprouvettes 4 × 4 × 16 cm.....	107
Figure 4.13 : module de déformation dynamique, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm.....	107
Figure 4.14 : module de déformation dynamique, éprouvettes 4 × 4 × 16 cm.....	108
Figure 4.15 : images MEB, mortier ECA0.18LA5 appliqué sur brique 0 %. (a) film de latex entre pâte de ciment et granulat ; (b) cartographie de (a) par élément, le carbone (latex) est représenté en rouge ; (c) film de latex au niveau de l'empreinte d'un granulat ; (d) micro-décollement entre la brique et le mortier, le latex est localisé dans cette zone ; (e) film d'EC; (f) film d'EC dans un vide.....	109
Figure 4.16 : images MEB de mortiers appliqués sur brique 50%. (a) ECA0.18 ;.....	109
Figure 4.17 : image MEB près de l'interface entre le mortier et la brique 0 %. (a) et (b) ECB0.27LA5, film de latex ; (c) ECB0.27LA5, cristal de portlandite avec ECB n'ayant pas réagi avec l'eau ; (d) ECA0.27LA5EA, film de latex.....	110
Figure 4.18 : distribution porosimétrique de mortier appliqué sur la brique 0 %.....	111
Figure 4.19 : distribution porosimétrique de mortier appliqué sur la brique 0 %.....	112
Figure 4.20 : diamètre médian des pores en fonction de la formulation des mortiers.....	112
Figure 4.21 : porosité totale mesurée par intrusion de mercure en fonction de la formulation.....	113
Figure 4.22 : comparaison entre la méthode ATG sans balayage de diazote et avec.....	114
Figure 4.23 : comparaison entre la méthode ATG sans balayage de diazote et avec.....	114
Figure 4.24 : courbes ATG et DTG pour les formulations contenant 0,27 % d'EC.....	115
Figure 4.25 : pourcentages de portlandite et de calcite en fonction de la composition du mortier.....	116
Figure 4.26 : pourcentages de portlandite et de calcite en fonction de la composition du mortier.....	116
Figure 4.27: pourcentages en portlandite et en calcite pour 2 gâchages différents du mortier ECA0.27LA2.5 appliqué sur les briques 0 % et 50 %.....	116
Figure 4.28 : teneur en portlandite en fonction du taux de latex.....	117
Figure 4.29 : pourcentages de portlandite et de calcite en fonction de la composition du mortier.....	117
Figure 4.30 : pourcentages de portlandite et de calcite en fonction de la composition du mortier.....	118
Figure 4.31 : opposition entre la quantité de Portlandite et le diamètre médian des pores....	118
Figure 4.32: opposition entre la quantité de calcite et le diamètre médian des pores pour....	119
Figure 4.33 : intervalles de température de décompositions de la calcite.....	119
Figure 4.34 : intervalles de température de décompositions de la calcite.....	120
Figure 4.35 : intervalles de température de décompositions de la calcite.....	120
Figure 4.36 : variations dimensionnelles mesurées durant 23h pour deux mortiers.....	121
Figure 4.37 : retrait libre à 23h pour différents mortiers contenant ECA et ECB.....	122
Figure 4.38 : retrait libre à 23h pour différents mortiers contenant ECA ou ECB.....	122

Figure 4.39 : retrait libre à 23h pour différents mortiers contenant ECA ou ECB	123
Figure 4.40 : retrait libre à 23h pour différents mortiers contenant ECA ou ECB	123
Figure 4.41 : perte de masse et retrait libre à 23h pour différentes formulations	124
Figure 4.42 : perte de masse et retrait libre à 23h pour différentes formulations	125
Figure 4.43 : relation entre retrait libre et perte de masse à 23h	125
Figure 4.44 : temps de prise et retrait libre de différentes formulations de mortier.....	126
Figure 4.45 : corrélation entre le retrait libre et le temps de prise	126
Figure 4.46 : retrait libre au jeune âge	127
Figure 4.47 : retrait non adhérent (NA) et adhérent (A) sur brique 0 %	127
Figure 4.48 : retrait non adhérent (NA) et adhérent (A) sur brique 50 %	128
Figure 4.49 : retrait non adhérent à 23h pour des mortiers	129
Figure 4.50 : perte de masse et retraits libres, adhérents et non adhérents (pour briques 0 et 50 %), à 23h	129
Figure 4.51 : retrait adhérent à 23h pour différents mortiers contenant au moins	130
Figure 4.52 : retrait libre et retrait non adhérent sur brique 0% pour différents mortiers.....	131
Figure 4.53 : retrait non adhérent sur brique 0 %, comparaison des taux et	131
Figure 4.54 : retrait adhérent sur brique 0 %, comparaison des taux et	132
Figure 4.55 : taux de retrait empêché pour différents mortiers	132
Figure 4.56 : taux de retrait empêché de mortiers appliqués sur brique 0 %,	133
Figure 4.57 : taux de retrait empêché de mortiers appliqués sur brique 0 %,	133
Figure 4.58 : taux de retrait empêché pour différents mortiers	134
Figure 4.59 : retrait à 28j d'éprouvettes de mortiers	135
Figure 4.60 : perte de masse à 28j d'éprouvettes de mortiers	135
Figure 4.61 : perte de masse et retrait libre à 28 jours pour différents mortiers	136
Figure 4.62 : perte de masse et retrait non adhérent sur brique 0 % à 28j pour différents mortiers.....	136
Figure 4.63 : retrait mesuré à 28j en fonction du retrait mesuré à 23h	137
Figure 4.64 : retrait non adhérent sur brique 0 % en fonction de.....	137
Figure 4.65 : côté brique et côté mortier	138
Figure 4.66: énergie de décollement pour les mortiers contenant 0,18 % d'ECA.....	139
Figure 4.67: énergie de décollement pour les mortiers contenant 0,27 % d'ECA.....	140
Figure 4.68: énergie de décollement pour les mortiers contenant 0,27 % d'EC.....	140
Figure 4.69 : énergie de décollement pour l'ensemble des formulations testées et en fonction du degré d'imprégnation en eau de la brique	141
Figure 4.70 : micro-décollement entre le mortier et la brique 0 %	142
Figure 4.71: opposition entre l'énergie de décollement et le taux de carbone mesuré dans la brique.....	143
Figure 4.72 : relation entre l'énergie de décollement et le taux de carbone.....	143
Figure 4.73 : opposition entre l'énergie de décollement et le taux de retrait empêché.....	144
Figure 4.74 : relation entre l'énergie de décollement et le taux de retrait empêché pour les.	144
Figure 4.75 : opposition entre l'énergie de décollement et le taux de portlandite	145
Figure 4.76 : opposition entre l'énergie de décollement et le taux de calcite	146
Figure 4.77 : opposition entre le diamètre médian des pores et l'énergie de décollement ..	146
Figure 4.78 : opposition entre le diamètre médian des pores et l'énergie de décollement pour	147
Figure 4.79 : opposition entre le diamètre médian des pores et l'énergie de décollement pour	147
Figure 4.80: contrainte à la rupture obtenue par l'essai « pull-out » pour	148
Figure 4.81 : modes de rupture pour l'essai « pull-out » ; De-M-B : décohéation à l'interface	149

Figure 4.82 : contraintes à la rupture obtenues par l'essai "pull-out" et énergie de	149
Figure 4.83 : temps de fissuration pour différents mortiers et degrés d'imprégnation de la brique.....	151
Figure 4.84 : temps de fissuration pour différents mortiers appliqués sur la brique 0%	152
Figure 4.85 : déformation au moment de la fissuration pour différents mortiers et degrés ...	153
Figure 4.86 : relation entre la déformation instantanée et le temps de fissuration pour différents.....	153
Figure 4.87 : courbes Force en fonction de la flèche obtenues avec l'essai de flexion trois points sur tranches de mortiers prélevés lors de l'essai « longueur décollée »	154
Figure 4.88 : module en flexion à 72 h, 168 h et 360 h pour différents mortiers appliqués ..	154
Figure 4.89 : module en flexion à 168 h pour différents mortiers et degrés d'imprégnation	155
Figure 4.90 : force à la rupture en flexion à 72 h, 168 h et 360 h pour différents mortiers appliqués.....	155
Figure 4.91: force à la rupture en flexion à 168 h pour différents mortiers et degrés d'imprégnation	156
Figure 4.92 : énergie de rupture à 72 h, 168 h et 360 h pour différents mortiers appliqués .	156
Figure 4.93 : énergie de rupture à 168 h pour différents mortiers et degrés d'imprégnation	157
Figure 4.94 : contrainte à la rupture σ_f , module de déformation E_f et temps de fissuration t pour différentes compositions de mortier appliqué sur la brique 0%	158
Figure 4.95 : $\sigma_{f(t)}$, $E_{f(t)}$ et t pour divers mortiers contenant au moins 5 % de latex et appliqués	158
Figure 4.96 : contraintes à la rupture σ_f , module de déformation E_f et temps de fissuration t	159
Figure 4.97 : relation entre temps de fissuration et contrainte à la rupture au	160
Figure 4.98 : temps de fissuration en fonction du module de déformation pour des	160
Figure 4.99 : temps de fissuration en fonction du taux de retrait empêché à 23h (brique 0%)	161
Figure 4.100 : opposition entre taux de retrait empêché et temps de fissuration	161
Figure 4.101 : temps de fissuration en fonction de G^* (brique 0 %)	162
Figure 4.102 : temps de fissuration en fonction de G^* (brique 50 %)	162
Figure 6.1 : fiche produit du ciment de Martres.....	170
Figure 6.2 : fiche produit du filler calcaire.....	171
Figure 6.3 : fiche produit du sable.....	172
Figure 6.4 : résultats de granulométrie laser pour ECA	174
Figure 6.5 : résultats de granulométrie laser pour ECB	175
Figure 6.6 : résultats de l'essai de porosité au mercure pour la brique, volume cumulé	176
Figure 6.7 : résultats de l'essai de porosité au mercure pour le béton, volume cumulé.....	177
Figure 6.8 : résultats de l'essai de porosité au mercure pour la dalle CEN, volume cumulé	178
Figure 6.9 : distribution porosimétrique de différents mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA appliqués sur la brique 50 %	179
Figure 6.10 : distribution porosimétrique de différents mortiers appliqués sur la brique 50 %,	179
Figure 6.11 : intervalles de température de décomposition de la Portlandite pour les.....	180
Figure 6.12 : intervalles de température de décomposition de la Portlandite pour les formulations contenant 0,18 % d'ECA ou 0,27 % d'EC avec ou sans latex (en rouge brique 0%, en bleu brique 50%).....	180
Figure 6.13 : intervalles de température de décomposition de la Portlandite	180
Figure 6.14 : schéma illustrant les constituants d'un MEB [Baïlon 00]	181
Figure 6.15 : types de rayons réémis, absorbés et transmis	182
Figure 6.16 : retrait libre pour différents mortiers contenant au moins 0,27 % d'ECA.....	182

Figure 6.17 : retrait non adhérent et adhérent de différents mortiers appliqués sur la brique 0 %.....	183
Figure 6.18 : retrait non adhérent et adhérent de différents mortiers appliqués sur la brique 50 %.....	183

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : répartition des utilisations de polymères par activités en Europe (2004) [Knapen 04].....	3
Tableau 1.2 : répartition des utilisations des polymères dans le domaine des polymères pour la construction en Europe (2004) [Knapen 04]	3
Tableau 1.3 : répartition des utilisations des polymères dans les matériaux.....	3
Tableau 2.1: notations chimiques et cimentières des principaux constituants du ciment Portland	8
Tableau 2.2 : notations chimiques et cimentières des phases du ciment Portland	8
Tableau 2.3 : catégories de pores dans un mortier	11
Tableau 2.4 : rétention en eau d'éthers de cellulose [Pourchez 06c]	16
Tableau 2.5 : pathologies pour différents types de mortier et méthodes pour y remédier [Pareek 93]	49
Tableau 2.6 : paramètres influant sur l'adhésion de la future couche de mortier [Courard 00]	51
Tableau 2.7 : paramètres influents sur l'adhérence entre la brique.....	52
Tableau 2.8 : normes pour les essais d'adhérence [Courard 04].....	55
Tableau 2.9 : récapitulatif de l'influence des adjuvants (*maniabilité constante ou E/C constant), EC : éther cellulosique, EVA : éthyl vnyl acétate, EA : entraîneur d'air, HY : agent hydrofuge.....	70
Tableau 3.1 : compositions chimique et phasique du ciment obtenues respectivement	72
Tableau 3.2 : méthode de mélange du mortier	74
Tableau 3.3 : proportion des adjuvants dans les différentes formulations envisagées (A : addition, S: substitution par rapport au sable et au filler. ECX correspond à ECA ou ECB).....	74
Tableau 3.4 : niveaux de consistance observés lors de la préparation des mortiers.....	75
Tableau 3.5 : résultats des essais de traction directe par arrachement	77
Tableau 3.6 : résultats de la porosité mercure de différents supports	80
Tableau 3.7 : récapitulatif des essais d'adhérence entre le mortier CEReM et différents supports	95
Tableau 5.1 : caractéristiques générales	164
Tableau 5.2 : influence des adjuvants et de l'imprégnation en eau du support	165
Tableau 5.3 : retraits, évaporation et temps de prise	166
Tableau 5.4 : adhérence et fissuration	166

TITLE: Mortar-substrate interactions: decisive factors for performances and adhesion of a mortar

ABSTRACT

During the last forty years, mortars have become more and more complex. Nowadays, mortars are composed of hydraulic binders, many additives and polymers. The durability of a mortar applied as a thin layer (mm to cm) is closely related to the properties of the substrate. The aim of this study is to characterize the durability of the mortars in interaction with the substrates to which they are applied. As regards the mortar layer durability, the two indicators chosen are the adhesion to the substrate and the stress state in the mortar layer. These two indicators depend on many parameters, among which, the most important ones are the nature of the substrate and the mortar composition parameters. The work objectives consist in realizing a phenomenological study of the influence of these two parameters on both durability parameters described above and on other phenomena such as early age shrinkage.

KEYWORDS: mortar, polymer, admixture, substrate, adhesion, stress, shrinkage