



HAL
open science

Impact du séchage sur les propriétés d'adhérence entre un mortier et un support : influence de l'adjuvantation par des éthers cellulose

Thomas Mauroux

► **To cite this version:**

Thomas Mauroux. Impact du séchage sur les propriétés d'adhérence entre un mortier et un support : influence de l'adjuvantation par des éthers cellulose. Autre. Université de La Rochelle, 2011. Français. NNT : 2011LAROS350 . tel-00808633

HAL Id: tel-00808633

<https://theses.hal.science/tel-00808633>

Submitted on 5 Apr 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



UNIVERSITÉ DE LA ROCHELLE

ÉCOLE DOCTORALE
Sciences pour l'Environnement Gay Lussac

Laboratoire d'Étude des Phénomènes de Transfert et de l'Instantanéité : Agro-ressources
et Bâtiment

THÈSE

présentée par :

Thomas MAUROUX

Soutenance prévue le 16 décembre 2011
pour l'obtention du grade de Docteur de l'Université de La Rochelle

Discipline : Génie Civil

**Impact du séchage sur les propriétés d'adhérence entre un mortier et un
support – Influence de l'adjuvantation par des éthers cellulose**

Version provisoire

JURY :

M. Jean-Paul BALAYSSAC
M. Luc COURARD
M. Philippe GROSSEAU
M. Bertrand RUOT
M. Abdelkarim AÏT-MOKHTAR
M. Farid BENBOUDJEMA
M. Philippe TURCRY

Professeur, Université de Toulouse III, Rapporteur
Professeur, Université de Liège, Rapporteur
Dir. de recherche, Ecole des Mines de St Etienne, Examineur
Ingénieur, CSTB, Examineur
Professeur, Université de La Rochelle, Directeur de thèse
Maître de conférences, ENS Cachan, Co-Encadrant
Maître de conférences, Université de La Rochelle, Co-Encadrant

Résumé

L'évolution des propriétés d'adhérence dépend de la nature de l'adhésion entre le mortier et son support, mais également des conditions environnementales auxquelles l'ouvrage est exposé. Les mortiers de façade sont intrinsèquement soumis au séchage. Ce phénomène tend a priori à réduire la résistance du lien entre les matériaux par la limitation du développement de l'adhésion et par la création de contraintes de traction et de cisaillement. Ces dernières peuvent conduire à la fissuration voire à la désolidarisation du mortier. L'objectif de cette thèse est de comprendre les phénomènes initiateurs de cette fissuration et d'évaluer son impact sur l'adhérence. Le couplage entre hydratation et séchage, le dosage en éther de cellulose et la rugosité du support sont les principaux paramètres étudiés. Les dispositifs expérimentaux développés au cours de ces travaux mises en place révèlent que ces trois paramètres influencent significativement la fissuration des mortiers. Aucun lien clair n'a cependant pu être mis en évidence entre fissuration et adhérence.

Mots clés : éther de cellulose, fissuration, séchage, adhérence

Table des matières

Introduction	8
1. Etude bibliographique	10
1.1. Appétence, Adhésion et Adhérence	10
1.1.1. Mécanisme d'adhésion.....	10
1.1.2. Création du lien entre mortier et support	11
1.1.2.1. Impact de la mouillabilité.....	12
1.1.2.2. Impact de la rugosité	13
1.1.2.3. Transfert au travers de l'interface	14
1.1.3. Evolution du lien entre mortier et support.....	16
1.1.3.1. Développement des propriétés mécaniques	17
1.1.3.2. Retrait.....	18
1.1.3.3. Retrait restreint	20
1.1.3.4. Fluage	22
1.2. Mortier adjuvanté avec des éthers de cellulose.....	23
1.2.1. Comportement des éthers de cellulose dans des systèmes simples	23
1.2.2. Ether de cellulose en solution aqueuse	23
1.2.3. Interaction des éthers de cellulose avec des particules minérales.....	24
1.3. Impact des éthers de cellulose dans une matrice cimentaire	25
1.3.1. Impact sur les propriétés à l'état frais	25
1.3.1.1. Rhéologie	25
1.3.1.2. Hydratation	26
1.3.1.3. Rétention d'eau	28
1.3.2. Impact sur les propriétés à l'état durci	28
1.3.2.1. Microstructure	29
1.3.2.2. Présence des éthers dans le matériau durci	30
1.3.2.3. Rétention d'eau	31
1.3.2.4. Propriétés mécaniques	32
1.3.2.5. Retrait de dessiccation / retrait restreint	33
1.3.2.6. Adhésion / Adhérence	35
1.4. Synthèse	36
2. CARACTERISATION DES MORTIERS CEReM	38

2.1.	Compositions étudiées et propriétés à l'état frais	38
2.1.1.	Principe des mortiers CEReM	38
2.1.2.	Procédures de caractérisation à l'état frais	38
2.1.3.	Première composition étudiée : « mortier ECO,11% »	38
2.1.4.	Second type de compositions : mortiers « ECO,1% », « ECO,3% » et « ECO,4% »	39
2.2.	Etude de la cinétique d'hydratation	41
2.2.1.	Objectifs et démarche	41
2.2.2.	Protocoles expérimentaux	42
2.2.2.1.	Essai de calorimétrie semi-adiabatique	42
2.2.2.2.	Analyse thermogravimétrique (ATG)	44
2.2.3.	Résultats et discussion	48
2.2.3.1.	Cinétique d'hydratation du mortier ECO,11%	48
2.2.3.2.	Impact du dosage en éther de cellulose sur la cinétique d'hydratation	50
2.2.4.	Synthèse	54
2.3.	Etude du séchage et de son impact sur l'hydratation et la porosité	55
2.3.1.	Objectifs et démarche	55
2.3.2.	Protocoles expérimentaux	56
2.3.2.1.	Détermination de la cinétique de séchage par suivi de masse	56
2.3.2.2.	Etude de l'impact du séchage sur l'hydratation du ciment par ATG	57
2.3.2.3.	Porosité accessible à l'eau	58
2.3.3.	Résultats et discussion sur le mortier ECO,11%	58
2.3.3.1.	Cinétique de séchage	58
2.3.3.2.	Impact du séchage sur l'évolution de l'hydratation	59
2.3.3.3.	Porosité accessible à l'eau	63
2.3.4.	Impact du dosage en éther de cellulose	63
2.3.4.1.	Cinétique de séchage	63
2.3.4.2.	Porosité accessible à l'eau	65
2.3.5.	Synthèse	67
2.4.	Etude de l'isotherme d'adsorption de vapeur d'eau	67
2.4.1.	Objectifs et démarche	67
2.4.2.	Adsorption de vapeur d'eau : théorie et caractérisation	67
2.4.2.1.	Théorie de l'adsorption de vapeur d'eau	68

2.4.2.2.	Classification des isothermes	70
2.4.2.3.	Détermination de la surface spécifique	71
2.4.2.4.	Méthodes de mesure des isothermes d'adsorption.....	73
2.4.3.	Protocoles expérimentaux utilisés.....	75
2.4.3.1.	Etude préliminaire : comparaison des méthodes « statique » et « dynamique » .	75
2.4.3.2.	Protocole expérimental adopté	80
2.4.4.	Résultats et discussion.....	81
2.4.4.1.	Isotherme du mortier ECO,11%	81
2.4.4.2.	Impact du dosage en éther sur les isothermes	83
2.4.5.	Synthèse	89
2.5.	Etude du retrait libre de dessiccation	90
2.5.1.	Protocole expérimental	91
2.5.2.	Résultats et discussion.....	92
2.5.2.1.	Evolution du retrait de dessiccation au cours du temps	92
2.5.2.2.	Retrait de dessiccation en fonction de la perte en masse.....	95
2.5.3.	Synthèse	97
3.	CARACTERISATION MECANIQUE DES MORTIERS CEReM.....	99
3.1.	Etat de l'art et justification de la méthode de mesure développée	99
3.1.1.	Méthodes non destructives.....	99
3.1.2.	Limites des méthodes non-destructives pour l'étude des mortiers CEReM	101
3.1.3.	Méthode de mesure retenue	102
3.2.	Dispositif expérimental proposé.....	103
3.2.1.	Principe de la corrélation d'images.....	103
3.2.2.	Géométrie des éprouvettes.....	105
3.2.3.	Présentation du dispositif développé	107
3.3.	Analyse des erreurs systématiques de mesure	111
3.3.1.	Erreurs dues au dispositif d'essai	111
3.3.2.	Erreurs liées à l'algorithme de corrélation d'images.....	112
3.3.3.	Mouvement de corps rigide / hors plan	113
3.3.4.	Comportement du matériau	115
3.4.	Validation de l'essai développé	116
3.4.1.	Dispositif de comparaison	116

3.4.2.	Justesse de la mesure par DIC	118
3.4.3.	Validité de l'analyse inverse	121
3.4.4.	Répétabilité de l'essai	123
3.5.	Caractérisation mécanique des mortiers CEReM	125
3.5.1.	Propriétés mécaniques des matériaux en conditions endogènes	125
3.5.1.1.	Protocole expérimental	125
3.5.1.2.	Premières compositions	126
3.5.1.3.	Impact du dosage en éther de cellulose	129
3.5.2.	Etude de l'impact du séchage	131
3.5.2.1.	Protocole expérimental	132
3.5.2.2.	Résultats	132
3.6.	Synthèse	134
4.	ETUDE DU RETRAIT RESTREINT D'UNE COUCHE MINCE DE MORTIER SUR UN SUPPORT	136
4.1.	Synthèse bibliographique sur les essais de retrait restreint	136
4.1.1.	Essais linéiques	136
4.1.2.	Essais de retrait restreint en plaque	137
4.1.3.	Essais à l'anneau	138
4.1.4.	Essais de retrait restreint par un support	139
4.1.5.	Bilan	141
4.2.	Développement de dispositifs d'étude de l'impact du retrait restreint d'une couche mince de mortier coulé sur un support	142
4.2.1.	Dispositif de mesure du retrait libre	142
4.2.1.1.	Objectif	142
4.2.1.2.	Protocoles expérimentaux	142
4.2.1.3.	Analyse de la mesure du retrait libre par DIC	143
4.2.2.	Dispositif de caractérisation de la fissuration de surface induite par le retrait	146
4.2.2.1.	Objectif	146
4.2.2.2.	Protocole expérimental	146
4.2.2.3.	Champ de déplacement et localisation de la microfissuration	147
4.2.2.4.	Limite de la méthode	149
4.2.3.	Dispositif de caractérisation de la fissuration à l'interface mortier / support	150
4.2.3.1.	Objectif et démarche	150
4.2.3.2.	Protocole expérimental	151

4.2.3.3.	Développement et analyse de l'essai.....	152
4.3.	Etude expérimentale des mortiers CEReM.....	158
4.3.1.	Impact du support et du temps de décoffrage dans le cas du mortier EC0,11%.....	158
4.3.1.1.	Objectifs et démarche	158
4.3.1.2.	Impact du type de traitement de surface du support	159
4.3.1.3.	Impact du temps de décoffrage	162
4.3.2.	Evaluation de l'impact du dosage en éther de cellulose sur la fissuration.....	165
4.3.2.1.	Objectifs et démarche	165
4.3.2.2.	Impact du mode de mise en œuvre	166
4.3.2.3.	Impact de la quantité d'éther et du support	167
4.4.	Synthèse.....	170
5.	Caractérisation de l'adhésion et de l'adhérence.....	173
5.1.	Méthodes de caractérisation	173
5.1.1.	Description des essais existants	173
5.1.1.1.	Modes de chargement.....	173
5.1.2.	Description des essais adoptés	178
5.1.3.	Analyse critique des sollicitations appliquées lors des essais adoptés	180
5.1.3.1.	Analyse de l'essai pull-off.....	181
5.1.3.2.	Analyse de l'essai bi-surface.....	183
5.1.3.2.1.	Modélisation par éléments finis.....	183
5.1.3.2.2.	Observation par DIC.....	185
5.2.	Etude expérimentale des mortiers CEReM.....	187
5.2.1.	Impact du support et du temps de décoffrage dans le cas du mortier EC0,11%.....	187
5.2.1.1.	Détermination de l'adhésion.....	187
5.2.1.1.1.	Protocole expérimental	187
5.2.1.1.2.	Evolution de l'adhésion en fonction du type de surface	187
5.2.1.2.	Etude de l'adhérence	189
5.2.1.2.1.	Protocole expérimental	189
5.2.1.2.2.	Evolution de l'adhérence en fonction du type de surface	190
5.2.2.	Impact du mode de mise en œuvre sur l'adhésion et l'adhérence.....	193
5.2.3.	Impact du dosage en éther de cellulose	194
5.2.3.1.	Détermination de l'adhésion.....	194

5.2.3.2. Détermination de l'adhérence	195
5.3. Synthèse	198
Conclusion	200
Bibliographie.....	204
Annexe.....	220

Introduction

La compréhension des propriétés d'adhérence entre un mortier et un support est un enjeu majeur pour les industriels qui tentent au travers de formulations de plus en plus complexes d'améliorer les performances de leurs produits. Au-delà de l'appétence d'un mortier pour un support (compatibilités chimiques et physiques de deux matériaux), c'est la durabilité du lien entre les matériaux qui est recherchée. Or les mortiers sont soumis durant leur service à des sollicitations extérieures parfois sévères (séchage, gel/dégel, carbonatation, etc.) qui peuvent conduire à une perte d'adhérence.

Les enduits de façade sont généralement mis en place et soumis directement aux conditions environnantes sans étape de cure préalable. Suivant les conditions d'humidité extérieures, ces matériaux peuvent donc être soumis à un séchage précoce. Or la conservation du matériau à saturation au jeune âge est primordiale afin que ses propriétés mécaniques se développent de manière optimale. L'adhésion du matériau avec son support est également subordonnée à la bonne hydratation du ciment contenant dans le mortier. Le séchage de la couche de mortier conduit théoriquement au ralentissement voire à l'arrêt de l'hydratation, et du développement des propriétés mécaniques du mortier, et donc limite l'ampleur de la résistance d'adhérence par le mécanisme d'enchevêtrement. D'autre part, les déformations induites par le séchage du matériau vont conduire au développement de contraintes de traction dans le mortier qui peuvent aboutir à la fissuration voir au décollement de la couche de mortier. Si l'on reproduit le mode de mise en œuvre des enduits sur chantier, il est mal aisé de dé-corréler l'impact de l'hydratation (développement de l'adhésion et des propriétés mécaniques) de l'impact du séchage (retrait/fissuration).

Nos travaux ont pour objectif de mieux comprendre l'influence respective du séchage et de l'hydratation sur les phénomènes conduisant à l'altération du lien entre un mortier et un support.

Parmi les adjuvants organiques incorporés dans la composition des mortiers industriels, les éthers de cellulose sont couramment utilisés pour leur capacité de rétention d'eau et leur influence sur la rhéologie. Si leur impact sur les propriétés du mortier à l'état frais a été beaucoup étudié, leur influence sur le développement des propriétés mécaniques, sur le retrait de dessiccation ou sur l'adhérence reste encore mal connue.

Le second objectif de nos travaux est par conséquent l'étude de l'effet des éthers de cellulose sur ces phénomènes.

Nos recherches ont été menées sur un matériau « modèle » - le mortier CEReM - dont la composition avait été décidée au préalable lors d'échanges entre les partenaires du Consortium d'Etudes et de Recherches sur les Mortiers industriels (CSTB, Universitaires, Industriels).

Le mémoire est organisé de la manière suivante.

Au premier chapitre, une étude bibliographique est menée. Les concepts d'adhésion et d'adhérence y sont présentés, ainsi que les paramètres les influençant. Ce chapitre présente dans un second temps un état de l'art des connaissances sur les mortiers adjuvantés avec des éthers de cellulose.

Le deuxième et le troisième chapitre présentent les expériences permettant de caractériser les phénomènes et les propriétés gouvernant la fissuration due au retrait restreint. Un suivi de l'hydratation des mortiers étudiés a été mené afin d'évaluer l'évolution de la microstructure en présence ou en l'absence de séchage. L'évaluation des cinétiques de séchage et de la porosité a été ensuite conduite afin de comprendre l'impact des éthers sur les propriétés de transfert. Au cours de cette étude, l'analyse de la microstructure du mortier a été réalisée à l'aide d'isotherme d'adsorption d'eau (déterminée par une méthode « dynamique » ou DVS). Cette méthode étant encore peu utilisée, son utilisation a nécessité des études préliminaires. L'influence du taux d'éther et du temps de décoffrage sur la cinétique de retrait libre de dessiccation a ensuite été étudiée.

Le troisième chapitre présente le suivi des propriétés mécaniques de nos mortiers au cours de l'hydratation et du séchage. En raison de la faible résistance mécanique de nos mortiers au jeune âge, un essai a été développé afin de permettre une mesure précise de l'évolution du module d'élasticité. Ce chapitre détaille les essais préliminaires ayant permis de valider l'emploi de la technique mise au point. Des études paramétriques sur l'impact des éthers de cellulose et du séchage ont ensuite été menées.

Le quatrième chapitre présente le développement et l'utilisation d'un essai de retrait restreint. Le dispositif a été développé pour être le plus représentatif d'un cas réel, c'est-à-dire une couche d'enduit sur un mur en béton. Des essais ont été conduits afin de valider cette approche. Ensuite, la fissuration due au retrait restreint a été étudiée en fonction des paramètres suivants : état de surface du support, temps de décoffrage et dosage en éther.

Dans le dernier chapitre, l'adhésion et l'adhérence de nos mortiers sont évaluées en fonction de la rugosité du support et du taux d'éther. Les systèmes mortier/support utilisés au quatrième chapitre ont été réemployés afin d'évaluer l'impact de la fissuration sur l'adhérence.

1. Etude bibliographique

1.1. Appétence, Adhésion et Adhérence

La pérennité du lien existant entre un enduit de façade et son support est dépendant des processus amenant à la création de ce lien, mais est également liés aux conditions extérieures dans lesquels ceux-ci sont placés. Afin de comprendre la création et l'évolution du lien entre deux matériaux, il est nécessaire de présenter le distinguo existant entre les termes appétence, adhésion et adhérence.

La potentialité de lien entre un mortier et un support est appelé « appétence » par Courard (Courard, 1998). Ce terme traduit « l'envie » qu'ont deux matériaux à créer un lien. Ce sont les compatibilités chimiques, physiques et mécaniques intrinsèques aux deux matériaux qui caractérisent cette « envie ». La connaissance a priori de tous les paramètres pouvant influencer l'appétence permet de décrire qualitativement le lien entre les deux matériaux. En revanche, cela ne permet pas de prévoir la résistance à la rupture de ce lien. En effet, en raison du caractère hétérogène des matériaux et de l'impossibilité à quantifier l'impact liée à la mise en œuvre, seuls des résultats expérimentaux permettent, à l'heure actuelle, de quantifier cette résistance. Par ailleurs, l'appétence est un concept « statique » qui ne prend pas en compte l'aspect dynamique de la création du lien.

Les matériaux cimentaires sont des matériaux évolutifs dont les propriétés chimiques, physiques et mécaniques sont fortement dépendantes de l'environnement dans lesquels ils sont placés. Il en est de même du lien pouvant exister entre un mortier et un support. Afin de pouvoir différencier l'influence de chacune des charges environnementales auquel ce lien est soumis (séchage, carbonatation, ...), il est important de quantifier sa résistance dans des conditions endogènes. Pour cela, nous définissons le terme « adhésion » comme la résistance à rupture du lien lorsque celui-ci n'est soumis à aucune charge environnementale. A contrario, nous désignons par le terme « adhérence » la valeur de la résistance à rupture du lien lorsque celui-ci est soumis au séchage (seule charge environnementale étudiée dans nos travaux).

1.1.1. Mécanisme d'adhésion

Avant de décrire les divers paramètres influençant l'appétence entre deux matériaux, il est intéressant de comprendre les mécanismes expliquant l'adhésion. La Figure 1 décrit le mode fonctionnement de l'adhésion vis-à-vis de sollicitation cisaillement et d'arrachement. L'adhésion existant entre les deux matériaux est généralement expliquée par deux théories distinctes mais qui agissent de manière complémentaire.

- Le premier mécanisme est d'ordre mécanique et est désigné par le terme enchevêtrement (en anglais « mechanical interlock »). Le blocage mécanique a pour origine l'imprégnation du mortier à l'état frais dans les anfractuosités du matériau. Le durcissement progressif du matériau amène à la solidarisation de celui-ci avec le support.

- Le deuxième mécanisme, appelé théorie d'adsorption, est lié aux interactions intermoléculaires et/ou interatomiques se créant à l'interface entre les deux matériaux. Le tableau 1 répertorie les principaux types de liaisons pouvant être à l'origine de l'adhésion. Dans le cas des matériaux cimentaires, les principales liaisons créées sont de type « Van der Waals » et de type « pont d'hydrogène ». Ces liaisons, qui peuvent agir conjointement, dépendent fortement de la nature physico-chimique des matériaux mis en contact.

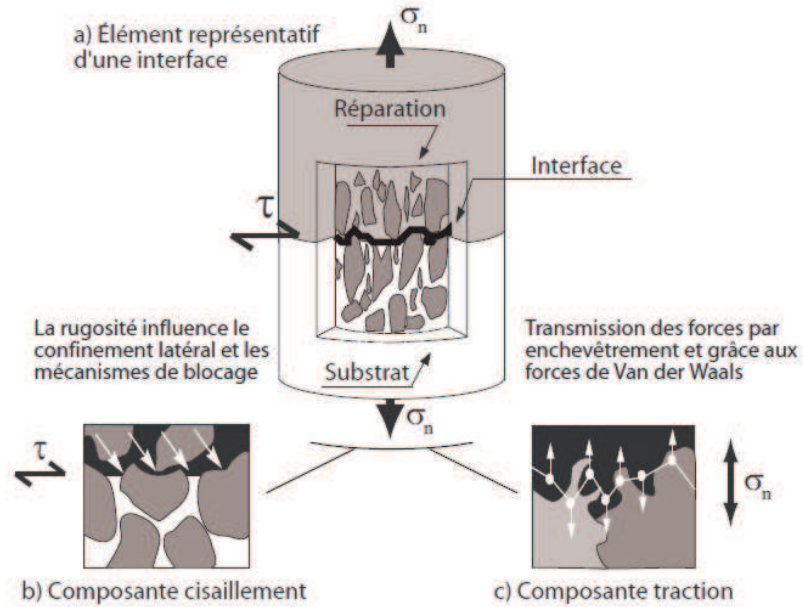


Figure 1 : Représentation schématique des mécanismes contrôlant l'adhésion (tiré de (Perez, 2005) basé sur les travaux de (Emmons, 1994))

Tableau 1 Energie de liaison des interactions physico-chimique conduisant à l'adhésion (Packham, 2005)

Type de liaison	Energie de liaison (kJ.mol ⁻¹)
<i>Liaison primaire</i>	
Ionique	600-1000
Covalente	60-80
Métallique	100-350
<i>Liaison secondaire</i>	
Hydrogène	~ 50
Van der Waals	
Interaction permanente dipole-dipole	5-20
force de dispersion (Force de London)	1-40

1.1.2. Création du lien entre mortier et support

Les mécanismes d'enchevêtrement et d'adsorption sont fortement dépendants de l'imprégnation du mortier liquide à/dans la surface du support. En effet, plus l'enduit pénètre profondément dans les anfractuosités du matériau meilleur l'adhésion mécanique sera. La surface de contact entre les deux matériaux sera également plus importante augmentant de fait les liaisons physico-chimiques entre les deux matériaux.

Les dimensions de la surface de contact, ou surface effective, impactent donc notablement l'adhésion. Cependant, après la mise en place de la couche de mortier, la mesure de cette surface est

impossible. Sa caractérisation se fait donc de manière indirecte en déterminant les paramètres affectant le recouvrement du support par le mortier.

1.1.2.1. Impact de la mouillabilité

Lorsqu'un liquide est placé à la surface d'un support, un équilibre thermodynamique se crée entre les trois phases présentes (liquide/solide/gaz). Il est conditionné par les tensions superficielles existant entre chacune de ces phases. L'étalement plus ou moins important du liquide sur le solide est caractérisé par la mesure de l'angle de contact (Figure 2). C'est l'angle que forme la tangente à l'interface liquide/gaz à l'intersection des trois phases avec la droite décrivant la phase solide. La loi de Young-Dupré permet de relier l'angle θ aux énergies libres de surface du mortier et du support :

$$\gamma_{sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cdot \cos(\theta)$$

Avec :

γ_{sv} : énergie libre de surface solide/vapeur (J/m²)

γ_{sl} : énergie libre de surface solide/liquide (J/m²)

γ_{lv} : énergie libre de surface liquide/vapeur (J/m²)

Du point de vue de la mouillabilité, l'appétence de deux matériaux peut donc être reliée à l'énergie libre de surface des matériaux. De récentes études ont été menées afin de quantifier ces paramètres dans le cas des matériaux cimentaires. Leur but était de déterminer l'impact de l'incorporation de superplastifiants sur la tension superficielle pour des bétons (Müller, et al., 2006) ou des mortier (Courad, 2011) et ainsi de juger de l'adhésion probable de ces matériaux avec des supports.

L'imprégnation du support ne peut se faire que lorsque le mortier est à l'état liquide. Il est donc évident que le temps de prise du mortier joue sur la capacité de celui-ci à s'insinuer dans les anfractuosités du matériau. De plus, compte tenu du mécanisme d'enchevêtrement, on comprend aisément que le développement de l'adhésion est lié à sa cinétique de durcissement.

La détermination de l'angle de contact par l'équation de Young-Dupré présuppose que la surface du support soit totalement lisse et homogène. Dans le cas de fluide homogène déposé sur des surfaces ayant une rugosité simple et contrôlée, l'impact de ces aspérités sur la mouillabilité peut être déterminé expérimentalement (Nakae H., 2005). Des relations analytiques (relation de Wenzel, équation de Cassie) permettent de décrire son impact sur l'angle de contact entre les deux phases. Cependant, les enduits de façade (matériaux hétérogènes) sont généralement coulés sur des substrats possédant des textures et des compositions physico-chimiques hétérogènes en surface. La complexité de ces surfaces rend quasiment impossible la quantification et la prédiction de la mouillabilité du support.

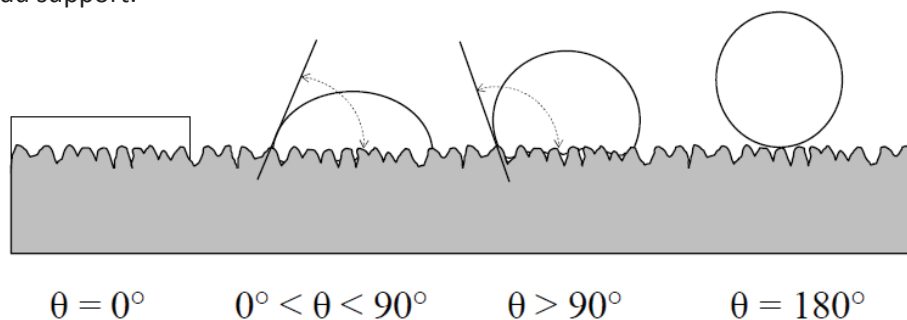


Figure 2 Angle de contact entre un liquide et un solide (Müller, et al., 2006)

1.1.2.2. Impact de la rugosité

L'augmentation d'irrégularités géométriques à la surface du support conduit à l'augmentation de la surface potentiellement en contact avec le mortier liquide : la surface spécifique. Cependant, la présence d'aspérités peut également conduire à une non imprégnation du support par le mortier. Des bulles d'air peuvent ainsi exister à l'interface entre les deux matériaux limitant la surface de contact entre les deux matériaux : la surface effective. Cette surface, primordiale pour l'obtention d'une bonne adhésion, est donc de manière indirecte affectée par la rugosité.

Pour les matériaux de réparation, de nombreuses études ont été menées afin de déterminer l'impact de la rugosité sur l'adhésion (Silfwerbrand, 1990) (Talbot, et al., 1994) (Abu-Tair, et al., 2000) (Grabacz, et al., 2005) (Santos, et al., 2007) (Santos, et al., 2007). Pour ce genre d'applications, abstraction faite de l'utilisation d'un agent de liaison, seul le mode d'enlèvement du béton (hydro-démolition, marteaux pneumatiques, jet de sable, etc) dans la zone à réparer permet d'augmenter l'appétence du support. Or le principal paramètre affecté par ces procédés est la rugosité du support (Fig. 3).

Depuis une vingtaine d'année, l'amélioration des moyens techniques a permis de mesurer de manière de plus en plus fine les profils de rugosité tout en évitant la détérioration de la surface lors de la mesure. Parmi ces méthodes, les plus couramment utilisées sont :

- la profilométrie mécanique (Courard, 1998) (Deelman, 1984) (Garbacz, et al., 2006) : déplacement linéique d'un palpeur sur la surface étudiée (précision de la mesure : 10 μm)
- la profilométrie laser (triangulation laser) (Müller, et al., 2006) (Garbacz, et al., 2006) (Wu, et al., 2000): balayage de la surface au moyen d'un faisceau laser, enregistrement de l'image diffracté par une caméra CCD et détermination de la hauteur des aspérités par triangulation (précision de la mesure : 1 μm)

La profilométrie laser permet d'effectuer des mesures sans contact (sans risque d'altération de la surface) sur l'ensemble de la surface. De plus, contrairement aux mesures par profilométrie mécanique qui ne peuvent être réalisées qu'en laboratoire, des dispositifs expérimentaux de triangulation laser ont été développés afin de pouvoir effectuer des mesures in situ (Maerz, et al., 2001).

La forme géométrique, la localisation et l'amplitude des aspérités à la surface sont pour un même profil fortement aléatoires. Les données brutes obtenues par profilométrie doivent donc être traitées afin d'obtenir des paramètres objectifs décrivant la rugosité.

Une première approche consiste à étudier la répartition statistique de la hauteur des aspérités à la surface. Une description statistique couramment utilisée est la courbe d'Abbott-Firestone (courbe de taux de portance) qui correspond à la densité de probabilité cumulée des profondeurs de creux. Cette représentation permet de juger la dispersion des altitudes des creux. L'écart de symétrie et l'écart d'étalement de la distribution par rapport à une gaussienne idéale peuvent être également calculés (Cornet, et al., 1998). Ces paramètres permettent de caractériser la géométrie du profil mesuré.

Pour un même profil, deux classes de rugosité sont généralement définis : la rugosité macroscopique, appelée « ondulation » dont les longueurs d'onde varie du mm au cm, et la rugosité microscopique, dont les longueurs d'onde varient de quelque μm au mm. Cette différenciation permet de distinguer la porosité aisément pénétrable par le mortier liquide de celle qui le sera moins. Afin d'obtenir les profils spécifiques à chaque classe de rugosité, un filtrage du profil brut est réalisé séparant les basses fréquences (ondulation) des hautes fréquences (rugosité microscopique). Le filtre

couramment utilisé est un filtre gaussien décrit dans la norme ISO 11562. L'utilisation de ce filtre passe par le choix d'une longueur d'onde de coupure ce qui induit de fait une part d'arbitraire. La description de ces profils passe principalement par le calcul de paramètres liés à l'amplitude et l'espacement des irrégularités (Tableau 2).

En raison du grand nombre de paramètres permettant de décrire la rugosité et le rôle complexe joué par la rugosité à la fois sur la mouillabilité et sur la surface spécifique, la détermination de son impact sur l'adhésion est difficile. Les études sur le sujet se bornent généralement à des études comparatives entre les différents traitements de surface et leur impact sur la rugosité et l'adhésion sans pouvoir toutefois quantifier l'impact de l'un sur l'autre. D'un point qualitatif, néanmoins, il est généralement admis que la rugosité favorise l'adhésion.

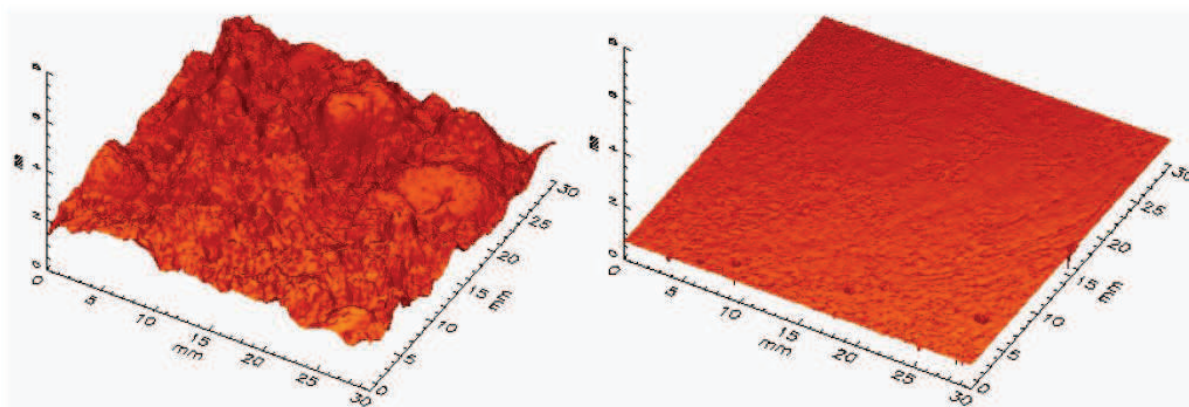


Figure 3 Profils de rugosité obtenu par triangulation laser pour une surface de béton ayant été traité par jet de sable (gauche) et pour une surface non traité (droite) (Müller, et al., 2006)

Tableau 2 Paramètres usuels permettant la caractérisation des profils de rugosités

Paramètres d'amplitude	Paramètres d'espacement
X_a : écart arithmétique moyen	X_{Sm} : écart arithmétique moyen
X_q : écart quadratique moyen	HSM : nombre des points hauts
X_t : hauteur totale du profil	(High Spot Count)
X_p : hauteur maximale des pics	
X_v : profondeur maximale des creux	

X : type de profil *W* : profil d'ondulation (Waviness)

R : profil de micro rugosité (Roughness)

1.1.2.3. Transfert au travers de l'interface

Les supports sur lesquels sont placés les enduits de façade sont généralement des matériaux poreux (parpaing, brique, béton). Lors de sa mise en contact avec le mortier à l'état liquide, un déséquilibre hydrique peut exister entre les deux matériaux et conduire à des échanges d'eau aux travers de l'interface. Le rôle joué par ces échanges dans la création du lien entre les deux matériaux est ambivalent : ils peuvent certes favoriser l'imbrication des deux matériaux mais ils modifient la teneur en eau de la couche de mortier accolé au support.

La présence de ce réseau poreux induit par succion capillaire la pénétration d'une partie de la phase liquide du mortier à l'état frais dans le support. La dépression capillaire conduit à la formation d'un ménisque de solution interstitielle du mortier dans les pores de surface. La surface effective entre les deux matériaux peut ainsi s'accroître, augmentant les sites de liaisons chimiques et les effets d'enchevêtrement. Ce mécanisme explique notamment les résultats obtenus par Saucier (Saucier, 1990). Son étude porte sur l'impact des modes de traitement des surfaces de béton sur leur adhérence avec des matériaux de réparation. Il observe de bonnes adhérences pour des surfaces sciées (rugosité faible) comparativement à des surfaces sablées (rugosité élevée). La structure poreuse interne aux supports et leurs conditions de conservations étant identiques, la pression capillaire exercée sur le mortier était identique pour les deux traitements de surface. Ce résultat ne peut donc être expliqué que par la divergence de la géométrie des pores en surface. Le sciage de la surface a en effet ouvert la porosité en contact avec le mortier. La morphologie des pores en surface en tant qu'entrée dans le réseau poreux joue donc un rôle primordial dans ce phénomène. Des résultats similaires ont été obtenus par Courard (Courard, et al., 2003) avec des barbotines. Comme dans le cas de la rugosité, la tension de surface des deux matériaux influence l'imprégnation de la porosité.

La captation de la solution interstitielle par le support amène cependant à un appauvrissement en eau de la couche de mortier en contact avec le support. Ce phénomène limite l'eau disponible pour l'hydratation du mortier à l'interface. Dans le cas de supports dont le taux d'absorption de l'eau est important (brique de terre cuite), on peut ainsi observer que le degré d'hydratation du mortier est nettement plus faible en bordure du support qu'au centre de l'enduit (Brocken, et al., 1998). La résistance en traction et le module d'Young de cette pellicule à l'interface sont donc amoindries. La non-hydratation du mortier à l'interface conduit également à la présence de vides entre les deux matériaux diminuant de fait leur surface de contact (Figure 4).

Mise à part la quantité d'eau potentiellement absorbable par le support, la cinétique des transferts entre les deux matériaux est primordiale vis-à-vis de l'hydratation de la couche de mortier. Celle-ci est fortement liée à la vitesse de prise du mortier qui gouverne la création du squelette solide qui limite le transfert de l'eau dans le support (Ince, et al., 2010).

Outre la distribution poreuse du support, les degrés de saturation des matériaux concourent à l'appétence entre deux matériaux. Ainsi, si le support est saturé, la pénétration du mortier à sa surface est limitée (Austin, et al., 1995). Cela peut conduire également à augmenter le rapport E/C du mortier à l'interface et donc modifier localement ses propriétés mécaniques (Silfwerbrand, et al., 1998). Le rapport E/C du mortier doit donc être fonction de capacité d'absorption du support sur lequel il est placé.

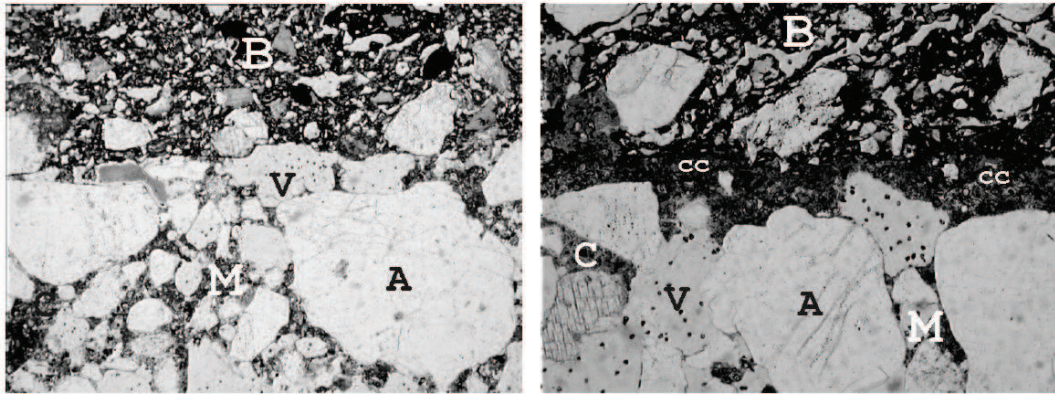


Figure 4 Photographie de l'interface entre un béton et une brique (B) (légende: M mortier, A granulat, V vide, cc couche de ciment partiellement hydratée) (tiré de (Groot, et al., 2010))

1.1.3. Evolution du lien entre mortier et support

La couche de mortier est soumise à des phénomènes inévitables (hydratation, séchage, carbonatation) qui peuvent conduire à une altération du lien entre les deux matériaux. En effet, les changements microstructuraux et/ou les mouvements hydriques qui accompagnent ces phénomènes conduisent à la contraction de la couche de mortier qui restreint par le support peut être responsable d'une perte d'adhérence du système. La Figure 5 répertorie divers phénomènes observés pour des matériaux de réparation.

Il est à remarquer que les mortiers de réparation ont pour objectif d'une part de limiter le transfert d'agent agressif pouvant conduire à la corrosion des aciers, d'autre part de pouvoir reprendre le chargement mécanique auquel est soumis la structure. En conséquence, les propriétés mécaniques de ces mortiers doivent être équivalentes à celles du support. Dans le cas des mortiers de façade, les exigences vis-à-vis de la résistance mécanique sont en revanche moindres, leur rôle étant principalement esthétique. Il est à noter que leur épaisseur et en conséquence leur rigidité est également plus faible. En conséquence, dans la majorité des cas, seules les fissurations de l'enduit et la désolidarisation sont observées (Figure 5).

Si la fissuration des mortiers semble moins radicale que la désolidarisation complète de la couche de mortier, ce mode d'endommagement peut tout de même amener à un décollement local et provoquer une diminution l'adhérence entre les deux matériaux. La présence de microfissures à l'interface induites par le retrait restreint (Figure 6) est, selon plusieurs auteurs, à l'origine des pertes d'adhérence qu'ils mesurent (Soares, et al., 1998) (Müller, et al., 2006).

Nous nous focaliserons au cours de cette revue bibliographique, et au cours de notre thèse, sur le retrait restreint de dessiccation dont la cinétique de développement est relativement courte vis-à-vis de celle du retrait de carbonatation. Suite à la présentation des diverses pathologies auquel peut conduire le retrait restreint, nous allons succinctement présenter les mécanismes qui contrôlent le développement de l'état de contrainte du système.

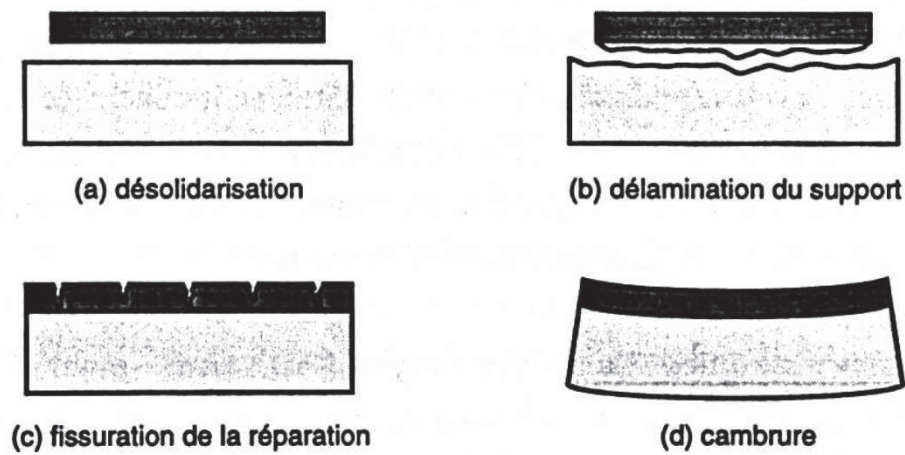


Figure 5 Principaux modes d'endommagement observés pour des matériaux de réparation par Saucier (Saucier, 1990) (tiré de (Laurence, 2001))

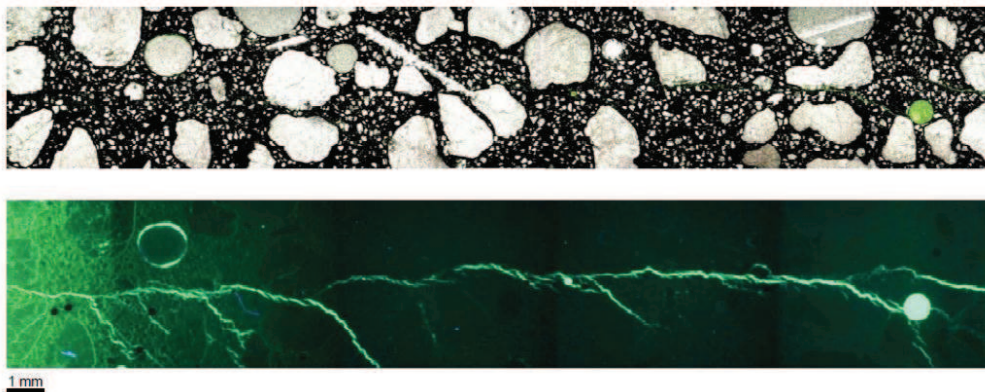


Figure 6 Observation d'une microfissure à l'interface béton de réparation/support induit par le retrait restreint (Müller, et al., 2006)

1.1.3.1. Développement des propriétés mécaniques

Au très jeune âge, les particules de ciment étant en suspension dans l'eau, le mortier est à l'état liquide et ne possède aucune résistance mécanique. Sous cet état le matériau peut être mise en œuvre mais également imprégner les anfractuosités du support. Dans un second temps, l'hydratation des grains de ciment conduit à l'interconnexion des phases solides et à la formation d'une microstructure susceptible de retransmettre un effort mécanique. Cet instant critique annonçant le passage d'un matériau liquide à solide est appelé « seuil de percolation ». L'utilisation d'onde ultrasonore permet par exemple de détecter cette transition (Figure 7). Le rapport E/C du mortier en gouvernant l'espace inter-granulaire est un paramètre prépondérant quant à l'initiation de ce seuil de percolation.

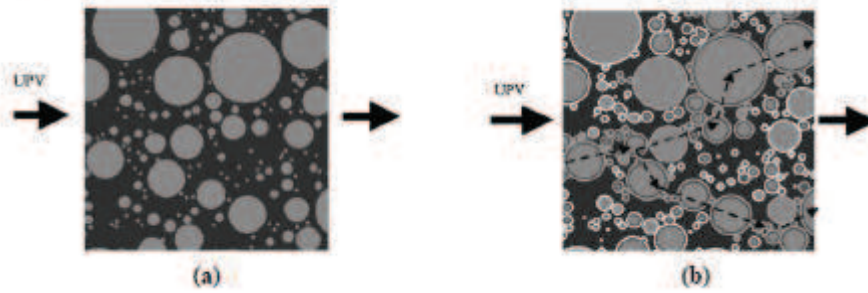


Figure 7 Représentation schématique de la détection du seuil de percolation par onde ultrasonore (Ye, et al., 2004)

La poursuite des réactions d'hydratation conduit à la densification progressive du squelette solide au détriment de l'espace poreux, favorisant la cohésion du matériau. Le degré d'imbrication des phases solides et la diminution de la porosité contribue à l'accroissement de la résistance mécanique du mortier. De nombreux travaux ont proposé des lois empiriques reliant le degré d'hydratation et le développement de la résistance en compression (Lackner, et al., 2004) (Waller, et al., 2004) ou en traction (De Schutter, 2002) des matériaux cimentaires. Il est à noter que c'est la prise du mortier dans la zone d'interface qui gouverne le mécanisme d'enchevêtrement mécanique et donc en partie son adhésion avec un support.

La rigidité de la microstructure qui se crée ainsi lui permet de s'opposer aux déformations auxquelles le matériau est soumis. Or, la vitesse de développement du module d'élasticité peut être supérieure à la résistance en traction (De Schutter, et al., 1996) (Kanstad, et al., 2003)(Figure 8). En conséquence, au jeune âge, si ses déformations sont restreintes, une forte rigidité du mortier peut induire du fait de sa faible résistance une fissuration précoce.

En se référant à ce mécanisme, le séchage du matériau conduit en captant l'eau nécessaire à l'hydratation à limiter de développement des propriétés mécaniques. En effet, lorsque l'humidité relative interne au matériau atteint un certain seuil (H.R. 70-80% (Xi, et al., 1994)) les réactions d'hydratation sont stoppées. En conséquence, la mise en contact précoce des enduits avec l'extérieur devrait conduire à l'obtention de propriétés mécaniques moindres affectant leur capacité de résistance à des chargements extérieurs.

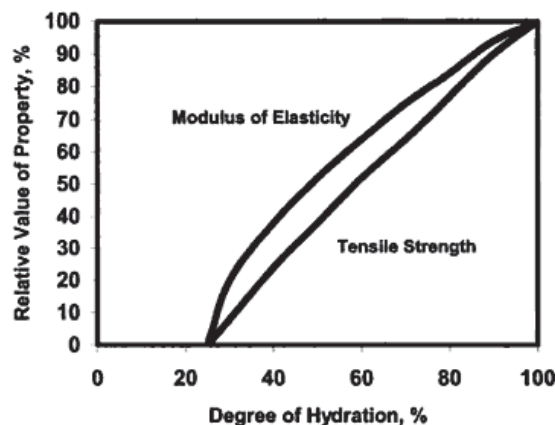


Figure 8 Représentation du développement relatif du module d'élasticité et de la résistance en traction d'un béton haute performance ((Bisshop, 2003))

1.1.3.2. Retrait

Afin de permettre leur mise en œuvre, la quantité d'eau initialement introduite dans les compositions des matériaux cimentaires est supérieure à celle nécessaire à l'hydratation complète des phases anhydres. Une partie de cette eau à cause des réactions d'hydratation se lie à la matrice cimentaire. La mise en contact du matériau dans un environnement non saturé conduit au départ de l'eau n'ayant pas encore été liée. Le départ de l'eau du réseau poreux lors de l'hydratation ou lors du séchage conduit à la contraction du mortier. En l'absence de séchage, cette déformation est appelé « retrait endogène ». Il est à noter que l'ampleur de ce type de retrait est relativement faible pour les matériaux possédant un rapport E/C élevé (Neville, 1990) (Baroghel-Bouny, 1994) ce qui est le cas des mortiers qui sont étudiés dans nos travaux. De plus, les mécanismes expliquant cette déformation endogène sont identiques à ceux se produisant lors du séchage.

Le retrait observé lors du départ de l'eau du réseau poreux, « retrait de séchage » ou « retrait de dessiccation », est généralement expliquée par trois modèles distincts. La coïncidence, l'ampleur et la plage d'humidité relative dans laquelle se produisent ces mécanismes sont toujours des sujets de recherche.

- Dépression capillaire

L'évaporation de l'eau des pores contenus dans le matériau s'accompagne de la formation en leur sein d'interface liquide/gaz. L'équilibre hygrométrique existant entre la phase liquide et la phase gazeuse gouverne la formation d'un ménisque prenant appui sur les parois des pores. Ce ménisque applique une pression sur le squelette solide (Figure 9). L'accentuation de sa courbure avec la diminution de l'humidité relative interne lors du séchage, conduit ainsi à des contractions des parois des pores et provoque le retrait de dessiccation. En assimilant les pores à des cylindres parfaits, l'ampleur de la tension appliquée au squelette est couramment décrite à l'aide de la loi Laplace :

$$P_g - P_l = \frac{2\sigma}{R_w} \cos(\alpha)$$

Avec P_g la pression de la phase gazeuse (air sec/vapeur d'eau), P_l la pression de l'eau liquide, σ la tension superficielle à l'interface liquide/gaz, R_w le rayon du pore, α l'angle de mouillage

Dans cette expression, on remarque que la tension superficielle de l'eau liquide influence la pression capillaire. Des adjuvants organiques permettant de diminuer cette tension peuvent être incorporés afin de réduire l'ampleur du retrait de dessiccation (Rongbing, et al., 2005) (Colleparidi, et al., 2005). Ce mécanisme est généralement considéré comme prédominant pour des plages d'humidités relatives élevées (H.R.>50%)

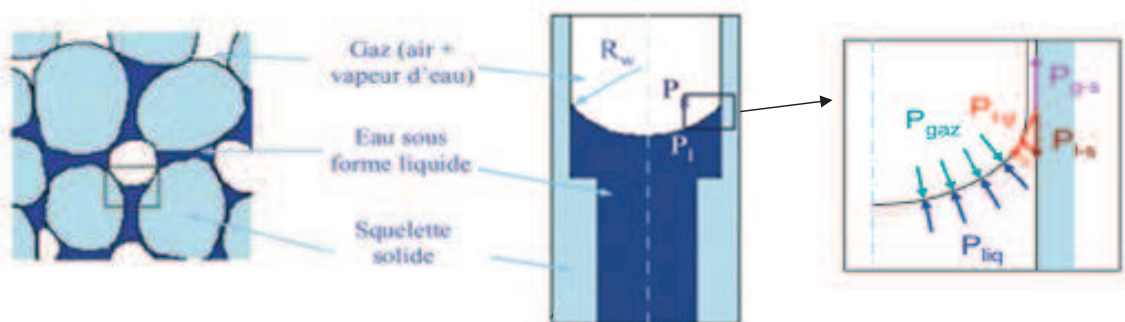


Figure 9 Représentation schématique de l'application de la pression capillaire sur le squelette solide (tiré de (Haouas, 2007))

- Energie surfacique

Au travers d'interactions physiques et chimiques, une partie de l'eau libre présente dans le matériau est adsorbée à la surface du réseau poreux. Un séchage prononcé du matériau (humidité relative interne inférieure à 50%) conduit au départ d'une partie de l'eau physiquement adsorbée. En conséquence, la tension de surface du solide s'accroît provoquant une contraction du solide.

- Pression de disjonction

Dans le cas d'une surface plane d'un matériau homogène, une épaisseur de 6 molécules d'eau peut librement être adsorbée. Les molécules d'eau possédant un diamètre moyen de 2,6 Å, l'épaisseur de cette couche est de l'ordre de 15,6 Å. En supposant la paroi des pores plane, l'espace nécessaire pour que l'adsorption se produise librement doit donc être supérieur à 31,2 Å. Or les dimensions de la porosité des gels de C-S-H peuvent être en deçà de cette valeur. L'adsorption libre des molécules d'eau est alors empêchée par la faible distance entre les phases solides. Les molécules d'eau dans cette zone s'opposent à cause d'une pression dite « de disjonction » au rapprochement des parois (Figure 10). L'eau présente dans ces zones d'adsorption empêchées maintient le squelette solide permettant la retransmission locale des contraintes. La diminution de l'humidité relative interne entraîne une diminution de l'épaisseur d'eau adsorbée et la disparition de ces zones de retrait restreint, ce qui conduit à l'attraction des parois du pore et l'observation d'un retrait dessiccation.

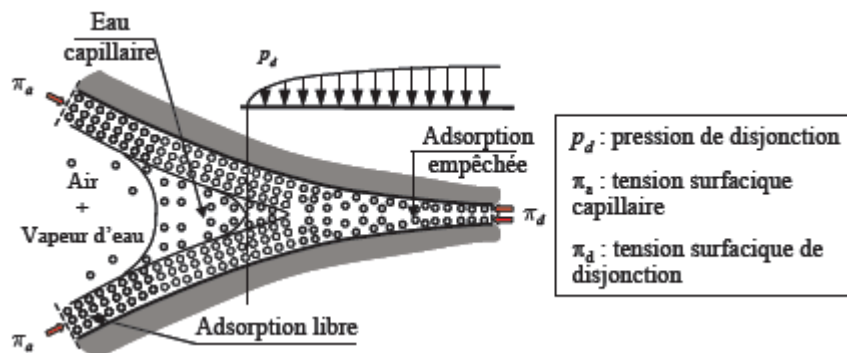


Figure 10 Représentation schématique des différents états physiques sous lequel est présent l'eau dans un réseau poreux non saturé (d'après (Bažant, 1972) tiré de (Benboudjema, 2002))

1.1.3.3. Retrait restreint

Le séchage d'une éprouvette libre de se déformer peut conduire à la fissuration des mortiers. Ce phénomène est lié au caractère inhomogène et participe à l'initiation de la fissuration dans le cas du retrait restreint. L'écoulement et/ou la diffusion de l'eau au travers du mortier est dépendante des dimensions du réseau poreux. Dans le cas des matériaux cimentaires, en particulier dans le cas de leur emploi dans des structures massives, le séchage est un processus lent. En conséquence un gradient de teneur en eau se crée depuis les surfaces soumises au séchage vers le cœur du matériau. Le retrait de dessiccation se développe donc plus rapidement en peau qu'en cœur. La contraction en surface est donc amenée à être restreinte par le cœur, ce qui conduit à l'apparition de contraintes de traction en surface contrebalancées par des contraintes de compression en cœur. La résistance en traction des matériaux cimentaires étant relativement faible par rapport à leur résistance en compression, ce processus peut conduire l'initiation de fissures en surface.

L'initiation de la fissuration liée au retrait différentielle est théoriquement accentuée par le ralentissement des réactions d'hydratation par le séchage. Le développement de la résistance mécanique est effet théoriquement moindre en peau alors que les contraintes de traction sont les plus élevées.

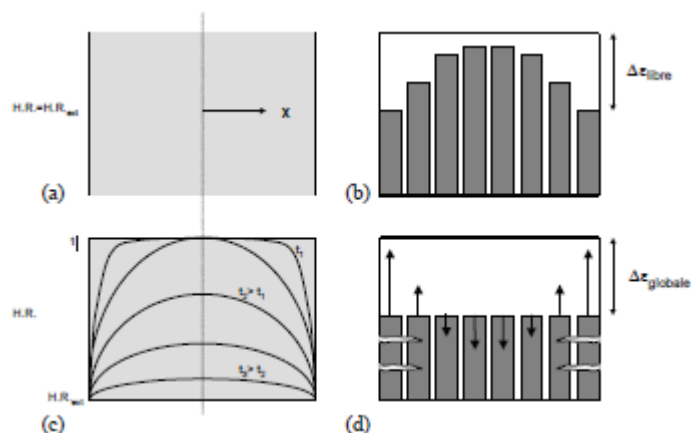


Figure 11 Développement de la fissuration induit par le retrait restreint (d'après (Bazant, 1982) tiré de (Laurence, 2001))

Les mêmes processus sont à l'œuvre, lorsque la couche de mortier est placée sur un support. Le séchage du matériau se fait au travers de la surface en contact avec l'environnement extérieur et, si le support est poreux et non saturé, par l'interface entre les deux matériaux (Figure 12). Ceci conduit à la contraction de la couche de mortier qui, limitée par le support, conduit au développement de contraintes de traction en bordure des surfaces séchantes. L'initiation d'une fissure se produit lorsqu'en peau ces contraintes dépassent la résistance du matériau. La poursuite du séchage conduit alors à la propagation de cette fissure au travers de la couche de mortier.

La question est alors de savoir si cette fissuration atteint l'interface entre les deux matériaux, et si c'est le cas, si celle-ci se propage dans cette zone de contact et ainsi affecte l'adhérence. En raison des difficultés expérimentales, peu d'études ont eu pour objectif la caractérisation du mode de propagation de ces fissures. Les travaux de Laurence menés sur des matériaux de réparation semblent montrer que les fissures liés au retrait peuvent atteindre rapidement l'interface (Laurence, 2001). En revanche, au cours de ces essais, aucune fissure n'a été observée à l'interface. L'auteur observe la propagation d'une fissure dans le support traduisant la forte imbrication des deux matériaux. Cependant, lorsque la fissure atteint l'interface, si leur adhérence n'est pas optimum, celle-ci pourrait conduire à une délamination sur ces bords.

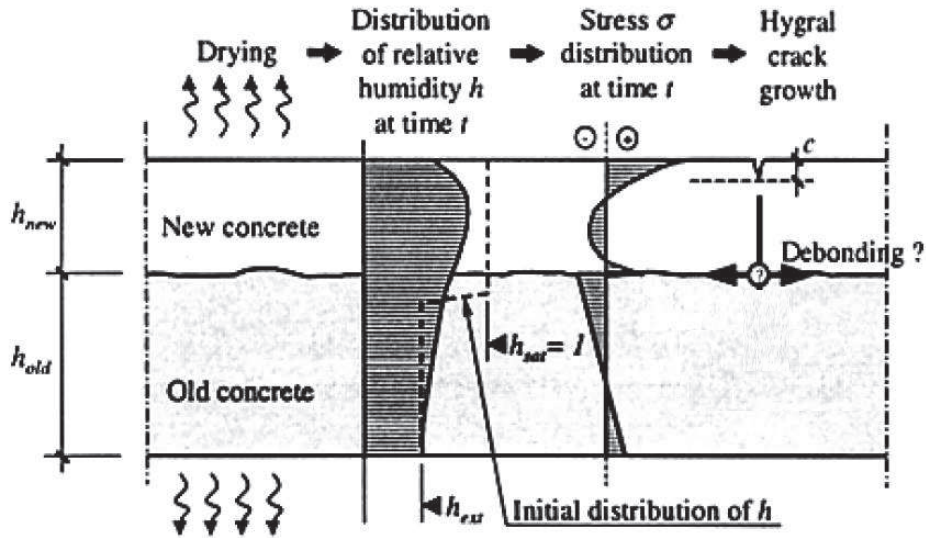


Figure 12 Représentation schématique des contraintes induite par le retrait restreint dans les réparations en (d'après (Bernard, et al., 2003))

1.1.3.4. Fluage

Lorsqu'une sollicitation constante ou une vitesse de chargement faible, comme dans le cas du retrait restreint, est appliquée à un matériau cimentaire, celle-ci conduit à une déformation élastique instantanée mais également à une déformation différée dont l'ampleur décroît avec la durée d'application. Ce comportement viscoélastique est désigné sous le terme de « fluage ». Un distinguo réalisé entre les déformations se produisant en l'absence d'échange hydrique avec l'extérieur : « fluage propre », et celles se produisant lors du séchage du matériau qui comprennent les déformations de « fluage propre » et de « fluage de dessiccation ». Les mécanismes explicatifs proposés dans la littérature sont nombreux et aucun ne fait jusqu'à présent consensus. Par souci de concision, nous renvoyons donc le lecteur à l'ample revue bibliographique menée par Benboudjema sur le sujet (Benboudjema, 2002).

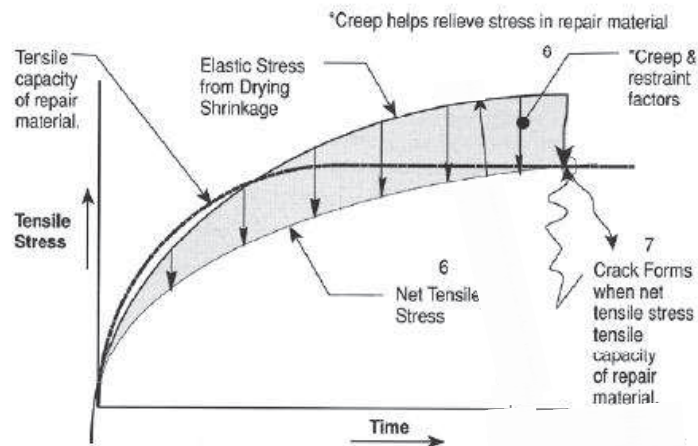


Figure 13 Représentation schématique de l'atténuation des contraintes de traction induit par le fluage lors du retrait restreint (d'après (Emmons, et al., 1994))

Comparativement au fluage en compression, le fluage en traction des matériaux cimentaires est peu étudié dans la littérature. Les problèmes expérimentaux liés à la mise en charge d'un matériau

faiblement résistance sous ce type de sollicitation explique partiellement cet absence de résultat. Selon divers auteurs, le fluage de traction joue très important quant au développement de l'état de contrainte lors du retrait restreint (Bissonnette, et al., 1995) (Al-Gadhib, et al., 1999). En effet, comme nous l'avons vu, c'est ce type de contraintes qui s'applique à la couche de mortier lors du retrait restreint. Les déformations de fluage conduisent à relaxer les contraintes et minimisent ainsi le dépassement de la résistance en traction du matériau (Figure 13).

1.2. Mortier adjuvanté avec des éthers de cellulose

Les éthers de cellulose (EC) sont des polysaccharides couramment utilisés comme adjuvant dans les enduits hydrauliques pour leurs propriétés de rétenteur d'eau et d'homogénéisation du mortier. Ils sont dispersés sous forme particulière au sein de la poudre mortier (ciment, filler, sable + autres adjuvants). Malgré les faibles quantités généralement employés (dosage inférieur à 4% de la masse de poudre), ils modifient notablement la cinétique de développement et la morphologie de la microstructure du mortier.

1.2.1. Comportement des éthers de cellulose dans des systèmes simples

Les éthers de cellulose sont des dérivées de la cellulose. La substitution des groupements hydroxyles par des groupements étherifiants sur cette molécule conduit à la création des d'éthers de celluloses. Les éthers de cellulose ainsi obtenus sont caractérisés par le nombre et le type de groupements substitués mais également par leur masse moléculaire. Le degré de substitution correspond au ratio entre le nombre moyen de groupement étherifiant par unité de cycle d'anhydro-glucose (cycle de base de la molécule de cellulose). Les types d'éthers de cellulose couramment employés dans l'industrie du bâtiment sont des éthers hydroxyalkyl de cellulose : hydroxyéthylcellulose (HEC), méthyle hydroxypropyle cellulose (MHPC), méthyle hydroxyéthyle cellulose (MHEC).

Ces éthers sont également employés dans les industries pharmaceutiques et agro-alimentaires pour lesquels de nombreuses études ont été menées. C'est donc majoritairement à partir des travaux menés dans ces domaines de recherche que nous allons, dans un premier temps, nous baser pour présenter le comportement des éthers dans des systèmes simples (EC+eau ; EC+eau+particules minérales amorphes). Le comportement de ces molécules dans des systèmes simples nous permettra dans un second temps de mieux appréhender leur impact sur les propriétés des mortiers.

1.2.2. Ether de cellulose en solution aqueuse

Bien que fortement hydrophiles, les molécules de cellulose sont peu solubles dans l'eau en raison des nombreuses liaisons hydrogènes existant entre elles. La forte cohésion qui existe entre ces amas les rend ainsi difficiles à disperser dans l'eau. A contrario, les éthers de cellulose sont fortement solubles dans l'eau. Les possibilités d'association de ces molécules entre elles par pont hydrogène semblent amoindries (Bodvik, et al., 2010). Cependant, les chaînes d'éther de cellulose sont composées de groupements hydrophobes : les groupements étherifiant. Ces derniers pourraient gêner la solubilisation de ces molécules. Ainsi, pour certains types d'éther de cellulose, un degré de substitution trop élevé les rend insolubles (Kobayashi, et al., 1999).

Outre des chaînons hydrophobes, les éthers de cellulose sont composés de groupements hydrophiles (les groupements hydroxyles non substitués). C'est le caractère amphiphile de ces molécules qui permet leur solubilisation. Lorsqu'une de ces molécules est mise en solution, ses groupements hydrophobes, du fait de leur répulsion pour l'eau, vont s'associer et recourber la molécule. La micelle

ainsi créée possède un noyau hydrophobe et une coque hydrophile, diminuant l'hydrophobie apparente de cette structure.

Une partie des molécules d'eau environnante est adsorbée par cette micelle. Ce processus, appelé hydratation, conduit au gonflement de ces chaînes de polymère et à l'augmentation de la viscosité de la solution (Sarkar, et al., 1995).

Lorsque plusieurs de ces micelles existent dans un milieu aqueux, des liens intermoléculaires, principalement des liaisons hydrophobes, peuvent se créer, conduisant à l'agrégation de ces molécules. L'augmentation en solution de la concentration en éther de cellulose va augmenter la potentialité de ces liens et donc favoriser la création d'amas de grande taille jusqu'à l'obtention d'une structure fortement interconnectée (Figure 14). Le type et le nombre de groupements étherifiant composant ces polymères gouvernent le type et le nombre de liaison intermoléculaire et par la même la forme et l'ampleur de ce réseau (Bodvik, et al., 2010). Ce processus de gélification est thermo-dépendant et réversible. De nombreux travaux ont donc pour objectif de caractériser la dépendance des cinétiques de précipitation et de dissolution de ces amas vis à vis la température du milieu et du type d'éther de cellulose employé (Bodvik, et al., 2010) (Sarkar, et al., 1995) (Yuguchi, et al., 1995) (Ford, 1999).

La création de ce réseau limite la mobilité de l'eau et par la même conduit à une augmentation majeure de la viscosité du système (Sarkar, et al., 1995). Cette augmentation est telle qu'outre les mesures par turbidimétrie ou les détections par SAXS (Small Angle X ray Scattering), le développement de ces structures est généralement suivi en mesurant l'augmentation de la viscosité du milieu (Bodvik, et al., 2010) (Sarkar, et al., 1995) (Kutsenko, et al., 2003).

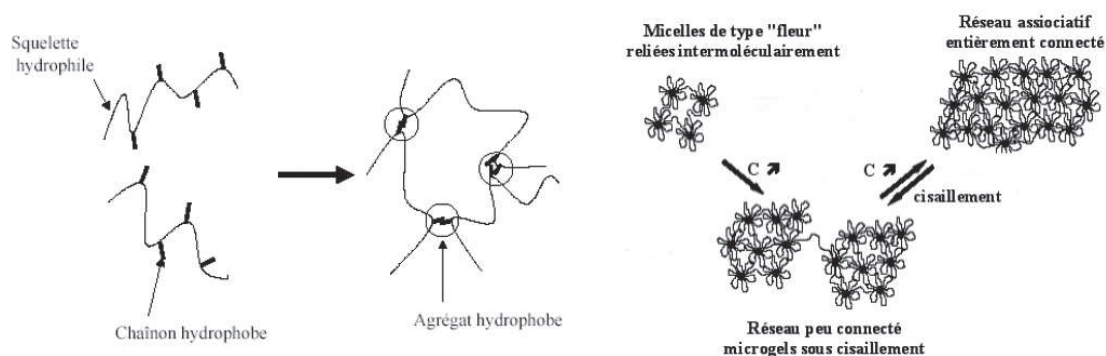


Figure 14 Mécanisme de formation des gels et des films d'éther de cellulose d'après Esquenet tiré de (Pourchez, 2006)

1.2.3. Interaction des éthers de cellulose avec des particules minérales

A l'image d'autres molécules organiques, les éthers de cellulose peuvent en milieu aqueux être adsorbés à la surface des particules minérales présentes en suspension. L'adsorption de ces molécules peut modifier la charge des particules et/ou leur encombrement stérique et ainsi contribuer à la dispersion homogène de ces particules dans le milieu. Cette propriété peut être employée afin d'éviter la ségrégation de particule minérale dans un milieu. Cependant, cette adsorption peut également limiter les interactions de ces particules avec le milieu.

Les liaisons entre les éthers de cellulose et les particules minérales à l'origine de l'adsorption peuvent être suivant la nature chimique de ces composés des interactions acide/base, des liaisons hydrogène

ou des liens hydrophobes. L'acidité du milieu ainsi que la présence et la concentration de certains ions sont également des facteurs importants quant à l'adsorption de ces molécules.

Ainsi pour les polysaccharides, famille de molécules à laquelle appartiennent les éthers de cellulose, Laskowski et al. (Laskowski, et al., 2007) font un état de l'art des mécanismes à l'origine de l'adsorption de ces molécules sur divers composés minéraux. Il semble que, si les minéraux possèdent une surface basique, l'adsorption de ces molécules soit due à des interactions acide/base, les polysaccharides agissant comme des acides. A contrario, si les particules minérales ont une surface acide, l'adsorption de ces molécules se ferait par des ponts hydrogène et/ou des liaisons hydrophobe. Les auteurs indiquent également que la présence au sein du milieu aqueux de certains types de cations peut favoriser ou pénaliser ce phénomène d'adsorption. Les travaux menés plus spécifiquement sur l'adsorption des éthers de cellulose semblent confirmer ces mécanismes globaux sur des particules de talc (Wang, et al., 2005) ou de silice (Kapsabelis, et al., 2000).

L'adsorption des éthers de cellulose est un processus dépendant de la basicité du milieu mais également de la nature des particules minérales en présence. Une étude menée par Sawyer (Sawyer, et al., 2001) sur des systèmes comportant des mélanges de particules minérales (talc, kaolin, aluminat et silice) montre que, du fait des interactions entre les particules minérales, la capacité d'adsorption des éthers de cellulose pour une particule de même nature est dépendante de la poudre également en solution. Avec cet exemple, on comprend aisément que, dans le cas d'une poudre multiphasique tel que le ciment, l'étude de la capacité d'absorption des éthers sur les différentes phases est complexe.

1.3. Impact des éthers de cellulose dans une matrice cimentaire

La compréhension du comportement des éthers de cellulose dans des milieux simples est encore sujette à étude en raison du grand nombre de paramètres pouvant influencer les interactions des molécules entre elles ou entre les particules en présence. Dans le cas des matériaux à base cimentaire, dont la structure physico-chimique évolue rapidement au jeune âge, les phénomènes liés à l'incorporation des éthers de cellulose sont généralement caractérisés macroscopiquement sans que l'action des éthers puissent être clairement identifiée à des échelles plus fines.

1.3.1. Impact sur les propriétés à l'état frais

1.3.1.1. Rhéologie

L'incorporation des éthers de cellulose dans les formulations des mortiers a, entre autres, pour but d'éviter la ségrégation des particules solides et de permettre une bonne cohésion du matériau à l'état frais. Cet effet d'homogénéisation des éthers de cellulose est selon plusieurs auteurs (Khayat, 1998) (Knaus, et al., 2003) (Paiva, et al., 2009) lié aux effets des éthers de cellulose sur la viscosité de la suspension. En effet, à l'instar d'un mélange d'éther de cellulose et d'eau, de nombreuses études ont relié l'augmentation du dosage en éther de cellulose avec l'augmentation de la viscosité des mortiers (Khayat, 1998) (Paiva, et al., 2006) (Lin, et al., 2010) (Lachemi, et al., 2004).

Contenu du comportement des éthers en milieu aqueux, on peut supposer qu'un gel de cellulose se crée suite au gâchage du matériau. La structure ainsi formée limiterait la mobilité de l'eau libre et stabiliserait en son sein les particules solides du mortier. Cette hypothèse n'a été confirmée qu'indirectement, les réseaux d'éther de cellulose n'ayant été observés qu'à la surface des bulles d'air entraînées au cours du gâchage et non pas au sein du squelette solide durci. Pour des mélanges d'eau et de filler, des observations au microscope à lumière polarisante ont montré l'apparition de

réseaux de films d'éther de cellulose épousant des bulles d'air, quelques minutes seulement après malaxage (Jenni, et al., 2009) (Figure 15). Des observations par microscopie électronique ont également confirmé un enrichissement en éther de cellulose des parois des pores d'air entraîné pour un mortier à l'état durci Jenni et al. (Jenni, et al., 2009).

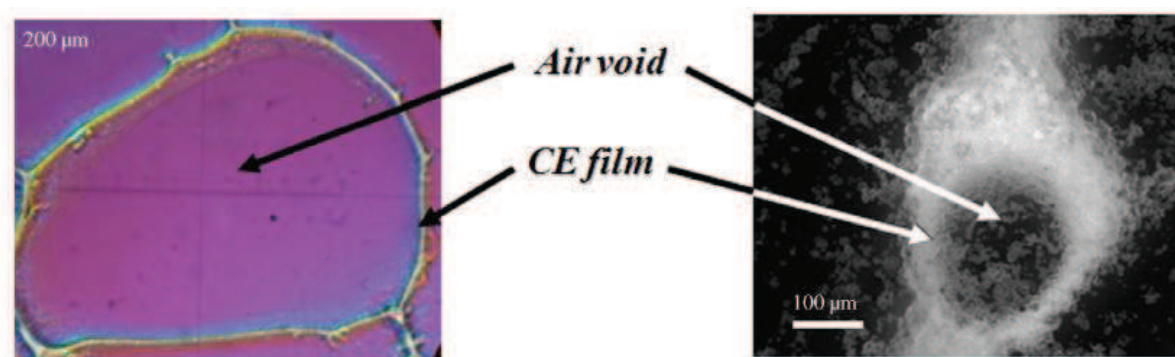


Figure 15 Observation de film d'éther de cellulose au moyen d'un microscope à lumière polarisante (gauche) et à l'aide d'un microscope et d'une technique de coloration dans un système EC-eau-filler (Pourchez, et al., 2010)

Les dimensions de ces bulles d'air (50-200µm) observées dans un mélange eau-filler semblent en accord avec les dimensions des pores d'air entraîné observé sur matériau durci (Jenni, et al., 2009). Outre leur effet sur la viscosité, les propriétés d'agglomération des molécules d'éther de cellulose expliquent également les fortes quantités d'air entraîné (de l'ordre de 25% (Jenni, et al., 2009)) mesurées pour ces matériaux.

Bien qu'aucune expérience n'ai été conduite pour le démontrer, il est fort probable que l'augmentation de la cohésion du mortier à l'état « liquide » conduise à augmenter la tension superficielle du mortier et l'angle de contact que forme ce fluide avec un solide. L'incorporation des éthers limiterait ainsi la mouillabilité et la pénétration au sein des anfractuosités du support du mortier liquide diminuant de fait leur appétence pour des matériaux fortement rugueux.

L'incorporation des éthers de cellulose retarde, comme nous le verront dans le paragraphe suivant, l'hydratation de la matrice cimentaire. Ceci conduit à retarder la prise du matériau. La période, durant laquelle le mortier est un fluide complexe, est donc prolongée par rapport à un matériau non adjuvanté (Paiva, et al., 2006) (Betoli, et al., 2009). Les éthers de cellulose accroissent par conséquent la durée pendant laquelle ce fluide peut se mouvoir dans les interstices du support et ce qui en théorie favoriserait l'enchevêtrement des matériaux. L'impact des éthers sur le mécanisme d'enchevêtrement des mortiers et leur effet potentiel sur l'adhésion semble donc ambivalent et n'a, à notre connaissance, pas été étudié.

1.3.1.2. Hydratation

L'incorporation des éthers de cellulose conduit à une bonne répartition des grains de ciment dans la suspension. La forte dispersion des grains de ciment dans le milieu permet à chaque grain de disposer de l'eau suffisante pour pouvoir s'hydrater. Ce mécanisme géométrique explique les degrés d'hydratation élevés mesurés pour des mortiers adjuvantés par des HEC et des méthyle cellulose (Knapen, et al., 2009). Par spectroscopie FT-IR, Elke Knapen observe une augmentation de l'eau liée dans ces mortiers comparativement à des mortiers non adjuvantés. Cependant, l'incorporation des éthers de cellulose modifie également la cinétique d'hydratation des mortiers en retardant l'initiation de celle-ci. Ce retard est d'autant plus prégnant dans le cas des enduits de façade, que

ceux-ci sont soumis dès leur mise en œuvre au séchage. L'eau nécessaire à l'hydratation du mortier risque donc d'être captée par séchage par l'environnement extérieur. L'hydratation complète du matériau n'étant pas atteinte, on peut imaginer que les caractéristiques mécaniques du matériau et son adhésion avec le support ne seront donc pas optimum.

Les différents travaux sur le sujet ont tous montrés par conductimétrie (Peshard, 2003) (Pourchez, et al., 2006), par calorimétrie isotherme (Knapen, et al., 2009) ou par calorimétrie adiabatique (Betioli, et al., 2009) que ce retard d'hydratation était lié à une augmentation de la durée de la phase d'induction. Ces résultats indiquent que l'impact des éthers de cellulose est spécifique à certaines réactions d'hydratation : les éthers ne modifient pas de la même manière les cinétiques d'hydratation des différentes phases anhydres. Des mesures réalisées par Weyer (Weyer, et al., 2005) par diffractométrie à rayon X (DRX) sur une pâte de ciment portland de type CEM I durant son hydratation ont montré que la présence des éthers de cellulose ne freine pas la germination de l'ettringite primaire mais retarde la précipitation du gypse, de la portlandite et de l'ettringite secondaire. Les mécanismes expliquant l'action différenciée des éthers de cellulose sont d'autant plus complexes que les réactions d'hydratation sont interdépendantes. Ainsi Weyer (Weyer, et al., 2005) suppose qu'au vue de la simultanéité de leur apparition, le retard de germination de l'ettringite secondaire est lié à la l'ettringite secondaire est lié à la création des hydroxydes de calcium. Leur développement étant en effet dépendant de la concentration en ions Ca^{2+} dans la solution interstitielle elle-même réguler par la formation de la portlandite.

Les différentes étapes sur lesquelles peuvent agir les éthers de cellulose en solution sont la dissolution des grains anhydres, la mobilité des ions dissous ou la précipitation des hydrates. Bien que ne pouvant le démontrer, Elke Knapen suppose que l'origine du retard d'hydratation est la combinaison de ces différents mécanismes (Knapen, et al., 2009). En raison de la complexité des interactions chimiques se produisant durant l'hydratation, aucun de ces mécanismes n'a pu être complètement écarté, bien que certaines pistes de compréhension semblent se dessiner.

- mobilité des ions :

Les films d'éther de cellulose dont la présence est avérée quelques instants après le malaxage pourraient jouer le rôle de barrière de diffusion de certains ions et expliquer ainsi le retard d'hydratation. Cette explication est mise en doute par Pourchez (Pourchez, et al., 2006). En effet, il ne remarque aucune corrélation flagrante entre cinétiques d'hydratation de différents HEC et leur impact sur la viscosité. La viscosité de ces mortiers étant liée à l'importance du réseau de film d'éther, ces observation l'amène à conclure que ce réseau n'a qu'une faible influence sur le retard d'hydratation.

A l'image de différents sucres, les éthers de cellulose pourraient affecter la mobilité des ions métalliques en retenant une partie d'entre eux par la formation de complexes ou de chélates. Cependant, ce phénomène ne semble pas avoir un impact prépondérant sur l'effet retard observé quant à l'hydratation de la portlandite, d'abord, parce que la quantité d'éther introduite en solution est très faible vis-à-vis de la quantité d'ions Ca^{2+} dissous. D'autre part, des travaux ont montré que l'introduction d' HEC et d'HMPC dans de l'eau de chaux ne modifie pas sa concentration en ions Ca^{2+} , prouvant que, même si des complexes se forment, les éthers de cellulose ont un effet limité quant à la captation de ces espèces (Pourchez, et al., 2006). Néanmoins, aucune étude n'a encore exclu définitivement la formation de complexes entre les autres ions dissous (silicates, aluminates, sulfates) et les éthers de cellulose.

- dissolution des anhydres et précipitation des hydrates :

Comme nous l'avons vu précédemment, les éthers de cellulose peuvent, sous certaines conditions, être adsorbés à la surface de certains minéraux. L'adsorption des éthers de cellulose se produisant à la surface des composés anhydres ou des phases en cours d'hydratation pourrait expliquer le ralentissement propre à chacune des réactions d'hydratation. Jolicoeur (Jolicoeur, et al., 1998) fait un état de l'art des divers mécanismes que peut engendrer l'adsorption des composés organiques sur les particules cimentaires. Ainsi, l'adsorption des éthers de cellulose peut conduire à limiter les échanges entre les phases liquide et solide par la formation d'un film à la surface de ces particules. L'adsorption de ces molécules peut également se produire sur certains sites préférentiels de réaction ou de croissance des grains de ciment et limiter la création et/ou le développement des hydrates à leur surface.

Les études menées par Pourchez sur des phases pures de C_3S (Pourchez, et al., 2010) et de C_3A (Pourchez, et al., 2009) indiquent une faible adsorption des éthers de cellulose à leur surface comparativement à certains de leurs hydrates. D'autre part, ces travaux montrent que, pour ces deux phases, les éthers de cellulose ne semblent pas affecter leur dissolution. Les éthers de cellulose semblent donc agir en limitant les sites de nucléation des hydrates et en ralentissant leur croissance. Ces mêmes travaux montrent que la nature des groupes substitués ainsi que le degré de substitution des éthers de cellulose influence l'adsorption de ces molécules sur les phases hydratées et influe sur le retard d'hydratation.

1.3.1.3. Rétention d'eau

Les éthers de cellulose sont couramment incorporés dans la composition des mortiers industriels afin d'améliorer la rétention d'eau de ces matériaux à l'état frais. L'objectif est ainsi de limiter l'évaporation et la captation de l'eau par le support afin d'atténuer leur effet sur l'hydratation des mortiers et ainsi de s'assurer des propriétés mécaniques et une adhérence optimum.

La capacité de rétention d'eau des éthers est caractérisée par plusieurs auteurs à l'aide d'essai de filtration (Green, et al., 1999) (Pourchez, et al., 2006) (Capener, 2009) (Patural, et al., 2010). Les travaux de Green et Capener montrent notamment que l'augmentation de la concentration en éther favorise ce phénomène. En outre, la nature chimique des éthers, en particulier leur masse moléculaire, semble être un paramètre prépondérant.

L'origine de la rétention d'eau n'a pas cependant été encore identifiée. Cette capacité semble aller de pair avec la modification des propriétés rhéologiques des mortiers (Pourchez, et al., 2006). L'étude de mortiers adjuvantés par des éthers d'amidon, pour lesquels l'augmentation de la viscosité ne se traduit pas par une augmentation de la rétention d'eau, tend à relativiser l'importance de ce paramètre (Patural, et al., 2010).

Une autre explication dans la littérature est que les films d'éther de cellulose se développant au sein du matériau frais agissent comme une barrière de diffusion pour l'eau. Afin de tester cette hypothèse, Patural et al. (Patural, et al., 2010) ont évalué par RMN (Résonance Magnétique Nucléaire) le coefficient d'auto-diffusion de l'eau dans des pâtes de ciment adjuvantés. Ces travaux montrent que les éthers de cellulose dans les proportions couramment utilisées dans les formulations industrielles ne modifient pas l'auto-diffusion de l'eau dans ces systèmes et ne modifient également pas la diffusion de celle-ci entre deux matériaux frais. Les auteurs montrent cependant que la présence d'éther influe notablement sur la mobilité de l'eau dans le cas où les pâtes de ciment sont coulées sur un support non saturé. Ceci amène à conclure, pour ce dernier cas, que l'augmentation de la viscosité induit par l'ajout d'éther, en limitant la dépression capillaire, conduit à limiter les échanges avec le support.

1.3.2. Impact sur les propriétés à l'état durci

1.3.2.1. Microstructure

Outre un effet sur la cinétique d'hydratation des diverses phases du ciment, la présence des éthers de cellulose semble également affecter la morphologie des hydrates. Silva (Silva, et al., 2006) montre, par le suivi de l'hydratation d'une phase pure de C_3S par DRX, que les HMPC retardent l'hydratation de cette phase mais favorisent également l'agglomération des hydrates autour de ces grains anhydres. Le même type d'expériences sur une phase de C_3A indique que les HMPC n'ont qu'un effet retardateur et ne modifie pas la morphologie de ses hydrates.

A partir de mesure par conductimétrie réalisée sur des phases de C_3S pure, Pourchez (Pourchez, et al., 2010) montre que les éthers de cellulose retardent la précipitation des cristaux de portlandite (CH). Il remarque également que plus ce retard est important plus la quantité de CH créé est importante. D'autre part, il suppose au vue des cinétiques d'hydratation obtenues par conductimètre que les éthers de cellulose limitent la nucléation des C-S-H mais favorisent, une fois un seuil de saturation atteint, la création de gel de C-S-H de densité plus faible donc plus perméable autour des grains anhydres.

Les éthers de cellulose semblent également modifier la morphologie des cristaux de CH. Des observations par microscopie électronique à balayage sur des mortiers, réalisées par Elke Knapen (Knapen, et al., 2009), montrent la présence de films de méthyle cellulose (MC) entre les macles de cristaux de portlandite qui selon cet auteur renfoncerait leur microstructure. Ces films n'ont en revanche pas été observés dans le cas de mortier adjuvanté avec des HEC.

Cette étude montre aussi que l'incorporation des éthers de cellulose favorise, à un niveau mésoscopique, la cohésion de la matrice cimentaire durcie. Pour des éprouvettes de mortier préalablement décoffrées à 2 jours et conditionnées 5 jours dans une salle à H.R. 93% et à 20°C puis soumises plusieurs jours à un environnement « séchant » (H.R. 60%, 20°C), des observations par MEB révèlent, pour une même échéance, que la matrice cimentaire est moins micro-microfissurées si le matériau est adjuvanté (Figure 16).

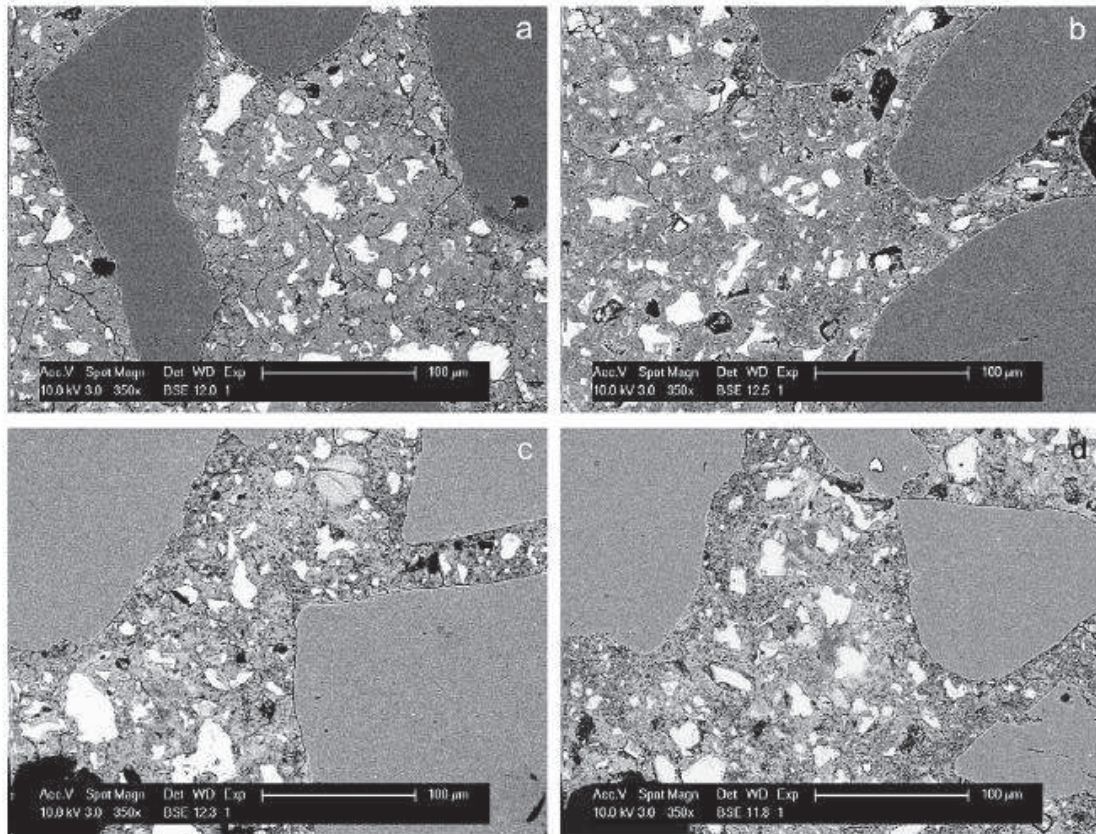


Figure 16 Limitation de la microfissuration de la matrice cimentaire par l'incorporation de différents polymères (a) non adjuvanté b) polyvinyle alcool c) MC d) HEC (p/c =1%) (Knapen, et al., 2009)

1.3.2.2. Présence des éthers dans le matériau durci

L'imbrication de films de polymères, en particulier les latex, avec la matrice cimentaire améliore l'adhérence de celle-ci avec les granulats et améliore ainsi les propriétés mécaniques du mortier en limitant la formation et la propagation de la fissuration (Ohama, 1998). En outre, la présence de ces films dans le réseau poreux semble influencer les propriétés de transfert de ces matériaux.

Dans le cas des éthers de cellulose, des films ont pu être observés sur des mortier à l'état frais, en particulier à l'interface air/eau (Pourchez, et al., 2010). Cependant, contrairement à d'autres polymères (polyvinyle alcool-acétate, méthyle cellulose), l'observation par MEB de mortiers durcis n'a pas révélé pour des HEC la présence de films (Knapen, et al., 2009). Les auteurs supposent qu'une partie des éthers initialement présents s'est combinée à la matrice cimentaire.

De plus, contrairement à d'autres particules tels que les latex, les éthers de cellulose peuvent se mouvoir dans le réseau poreux porter par la migration de l'eau interstitielle induit par le séchage du matériau par le support (Jenni, et al., 2006) ou par l'environnement extérieur (De Gasparo, et al., 2009). Ces résultats sont obtenus en effectuant le suivi de la répartition des molécules d'éther grâce à l'utilisation de marqueur fluorescent. Ces travaux montrent pour différentes conditions environnementale que la quantité d'éther s'accroît en bordure des interfaces séchantes (Figure 17). Par observation d'échantillons de différentes dimensions, les auteurs concluent que la migration de ces polymères se produit sur l'ensemble de l'épaisseur. Le dépôt de ces polymères en peau pourrait conduire à la précipitation de ces derniers et à la formation de film dans cette zone. La présence de

cette pellicule d'éther amène à s'interroger sur un éventuel impact sur les échanges hydriques avec l'extérieur.

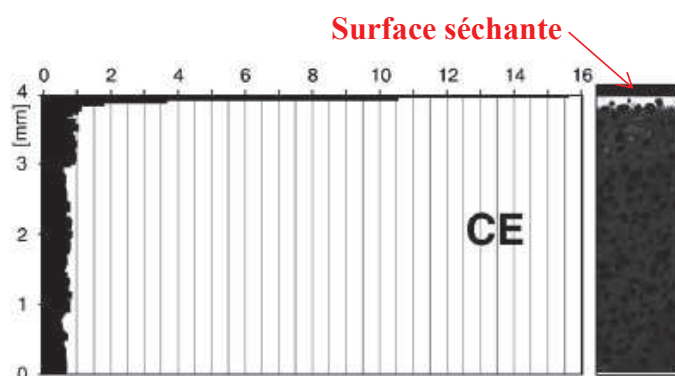


Figure 17 Répartition des éthers de cellulose dans un mortier soumis à un séchage brutal (conservation dans une enceinte à 50°C) (De Gasparo, et al., 2009)

1.3.2.3. Rétention d'eau

Plusieurs études montrent par des essais de porosimétrie par intrusion de mercure (MIP) que l'ajout d'éther de cellulose conduit à une augmentation notable du volume poreux global (Silva, et al., 2001) (Knapen, 2007) (Nicot, 2008) (Pourchez, et al., 2010). L'évaluation de la distribution poreuse de ces matériaux indique un accroissement de la proportion de macropores. Pourchez et al. constatent l'amplification de la classes de pores compris entre 50 et 250 nm et de celles autour de 500 nm.

Ces résultats pourraient être la conséquence d'essais menés sur des matériaux dont l'hydratation ne fut pas complète en raison du retard induit par les éthers. Cependant, Silva et al. (Silva, et al., 2001) caractérisent l'état d'hydratation (détermination de la quantité d'eau liée) des mortiers testés et écarte cette hypothèse. En conséquence, la plupart des auteurs imputent cette caractéristique à l'augmentation de l'air entrainé en présence d'éther. Comme nous l'avons précédemment vu, les éthers, du fait de leur capacité associative et leur propriété amphiphile, conduisent à la formation de film à l'interface air-eau, favorisant la formation de bulle d'air dans le mortier. Pourchez et al. (Pourchez, et al., 2010) montrent que, tout comme la capacité associative des éthers, le volume d'air entrainé et l'augmentation de porosité totale est fortement dépendante de la nature chimique de l'éther employé.

Dans cette même étude, les auteurs réalisent des essais de perméabilité au gaz (eau) et à l'eau liquide sur pâtes de ciment adjuvantées. Les matériaux sont testés à l'état « sec » (conservés suite au gâchage durant 28 jours dans une enceinte à H.R.=50% et 23°C). Ces expériences tendent à montrer qu'en présence d'éther de cellulose la perméabilité à l'eau liquide est limitée et que celle au gaz est favorisée. Ce second résultat est cohérent avec l'augmentation de la proportion de pores de grandes dimensions en présence d'éther. Les auteurs supposent que cette classe de porosité répartie de manière homogène dans le matériau favorise le transport de l'eau par diffusion de l'eau liquide et jouent le rôle de « court-circuit » dans le transport de l'eau (Figure 18). Ces auteurs supposent aussi que la diminution de la perméabilité à l'eau liquide est liée à la présence de pores de faible dimension (<1µm) qui limite la perméation. Cependant, aucune expérience n'a été réalisée afin de savoir si la présence des éthers de cellulose conduit à une accentuation de la proportion de cette classe de pores.

Néanmoins, en reprenant le mécanisme proposé par Malatrait (Malatrait, 1992), Pourchez et al. supposent que la cinétique de séchage est un couplage entre diffusion de vapeur dans les pores d'air occlus et d'écoulement d'eau liquide dans les pores de faible dimension.

Bien que les conclusions semblent pertinentes, on est en droit de s'interroger sur la non-prise en compte durant cette étude de l'impact de l'hydratation sur la formation du réseau poreux et de son

impact sur les propriétés de transfert. En effet, les essais furent réalisés sur des matériaux placés durant 28 jours dans une ambiance à H.R.=50% et 23°C dès leur gâchage. Ces essais ne permettent donc pas de découpler l'influence de l'hydratation et du séchage et un possible impact de la rétention d'eau, lors de la caractérisation des propriétés hydriques des matériaux.

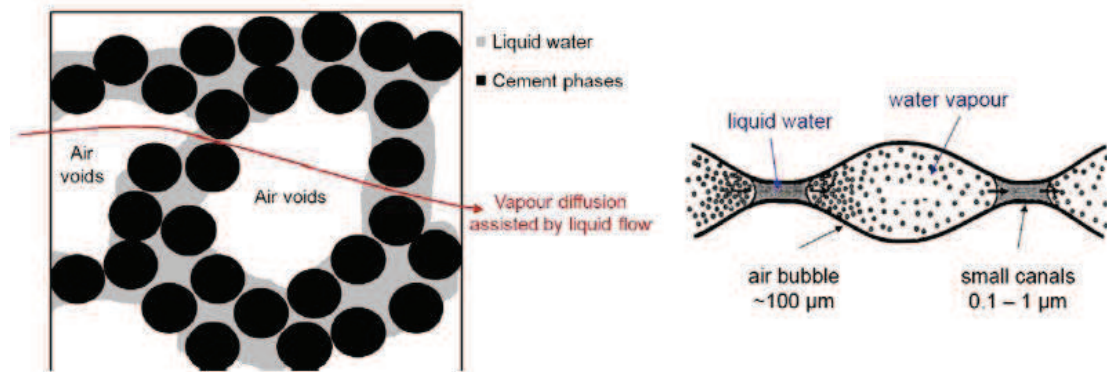


Figure 18 Représentation schématique du transport hydrique dans le réseau poreux d'un mortier adjuvanté avec des éthers de cellulose (Pourchez, et al., 2010)

1.3.2.4. Propriétés mécaniques

Peu d'études traitent de l'impact des éthers de cellulose sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires durcis et peu d'éléments sont disponibles sur le développement de celles-ci au jeune âge. La majorité des travaux sur le sujet indique que, par comparaison avec des matériaux non adjuvantés, l'addition des éthers diminue les résistances en traction, en compression et le module d'élasticité (Dolch, 1996) (Khayat, 1998) (Knapen, et al., 2009) (Capener, 2009) (Balayssac, et al., 2011). Des essais menés par Khayat (Khayat, 1998) sur des bétons conservés sous eau durant 34 jours indiquent une diminution de l'ordre de 5 à 10% de la résistance en compression et de l'ordre 12% de la résistance en traction (flexion trois points) lorsque les matériaux sont adjuvantés avec des éthers. De même, Knapen et Van Germert (Knapen, et al., 2009) montrent que l'ajout de 1% d'éther de cellulose (pourcentage de la masse de ciment) conduit à diminuer la résistance en compression et en traction (essai par fendage) d'éprouvettes de mortiers conservés durant 90 jours à une humidité relative de 90%. Dans le cas de ces deux études, cette diminution est expliquée par l'augmentation de la proportion d'air entrainé.

Les essais menés par Singh et al. (Singh, et al., 2003) sur des mortiers adjuvantés avec différentes proportions d'éther, tendent à montrer que leur influence sur le développement des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires est plus complexe (Figure 19). La cinétique de développement de la résistance en compression ainsi que sa valeur à 91 jours semble fortement dépendre de la quantité d'éther. En outre, pour les mortiers composés d'une faible proportion d'éther (<0,5%), les résultats indiquent une résistance en compression à 91 jours supérieures à celles obtenues pour des mortiers non adjuvantés. Aucune explication n'est fournie par les auteurs.

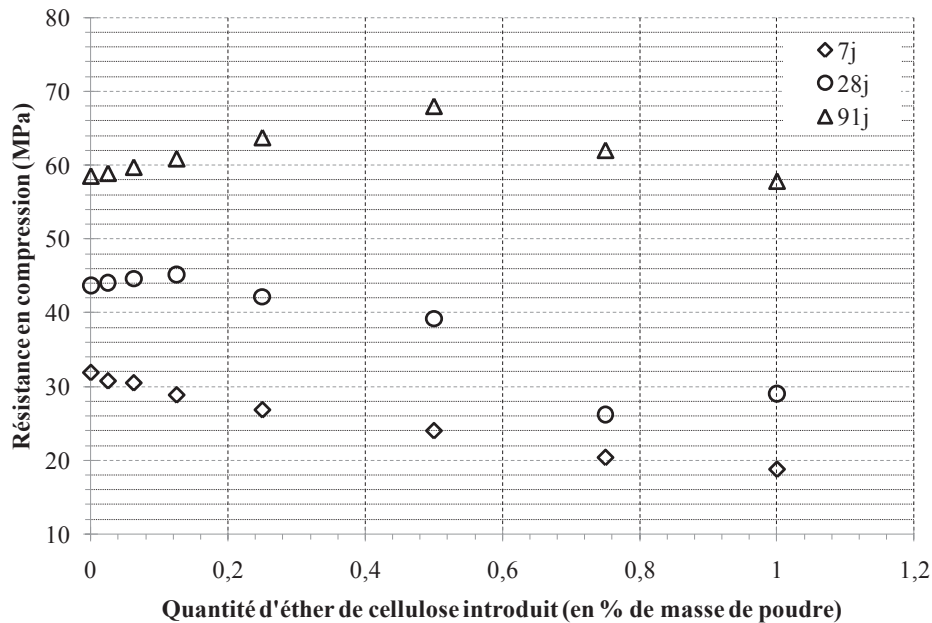


Figure 19 Résistance en compression de bloc de 50 cm³ de mortier adjuvanté à différente proportion d'éther de cellulose après 7, 28 et 91 jours de cure (H.R. 90%, 27°C) (données tirées de (Singh, et al., 2003))

Knapen et Van Germert (Knapen, et al., 2009) montrent d'autre part que les conditions de cure influence la résistance en traction des mortiers adjuvantés. Au cours de cette étude, des échantillons de mortiers adjuvantés ou non sont conservés durant 91 jours à H.R.=90% afin de s'assurer de l'hydratation « complète » du matériau. Une partie des éprouvettes est conservée dans les mêmes conditions durant 56 jours, l'autre partie est conservée durant 28 jours sous eau puis placée 28 jours dans une enceinte à H.R.=60%. Le résultat de ces essais indique une diminution de la résistance en traction des mortiers dans le cas des mortiers conservés en conditions « humides » et en particulier lorsque le mortier est adjuvanté (de l'ordre du double). Si la différence de comportement entre matériau sec et humide n'est pas expliquée, les auteurs supposent que la diminution observée dans le cas des mortiers adjuvanté est liée à la présence ou non de films d'éther au sein de la matrice cimentaire. Ainsi, en conditions humides, les films de polymère sont dissous et sont transportés dans la matrice cimentaire. En conditions séchantes, les films d'éther se déposent dans l'espace poreux favorisant la cohésion du matériau. Des observations par MEB n'ont cependant pas permis à ces auteurs d'observer la présence de films d'éther dans le matériau durci en conditions de séchage.

1.3.2.5. Retrait de dessiccation / retrait restreint

Lin et Huang (Lin, et al., 2010) étudie l'impact des éthers de cellulose sur la fissuration lors du retrait restreint de dessiccation. Pour cela, un essai de type plaque est utilisé (nous reviendrons au chapitre 4 sur les limites de ce type d'essai). Deux types de MHPC sont employés durant cette étude dont le poids moléculaire et en conséquence la viscosité sont différentes. Les mortiers sont coulés sur le dispositif de retrait restreint et immédiatement placés dans une enceinte contrôlé en température et en humidité ($32 \pm 2^\circ\text{C}$, H.R.= $40 \pm 5\%$) et soumise à un flux d'air (vitesse $10,8 \pm 1$ km/h). L'ouverture et la densité des fissures se produisant lors du séchage sont mesurées après 24 heures de ce conditionnement. Les résultats fournis par cette étude sont reportés dans la Figure 20. Les auteurs remarquent que les paramètres choisis pour caractériser la fissuration diminuent pour des mortiers composés de 0,3 et 0,5% d'éther (% massique par rapport à la masse de ciment) puis s'accroissent avec l'augmentation du taux d'éther jusqu'à atteindre des valeurs similaires à celles des matériaux non adjuvantés.

Dans un autre article (Lin, et al., 2010), ces auteurs effectuent un autre type d'essai de retrait restreint (essai à l'anneau) sur les mêmes compositions. Dans cette étude un anneau de mortier de 76cm d'épaisseur est coulé autour d'un anneau métallique de 305cm de diamètre et d'épaisseur 5 cm. Le système mortier/anneau est décoffré à 1 jour et placé dans une enceinte contrôlée en température et en humidité ($21 \pm 2^\circ\text{C}$ H.R. = $65 \pm 10\%$). Les surfaces externe et supérieure de l'anneau de mortier sont libres de sécher. Contrairement aux essais de retrait restreint en plaque pour lesquels l'initiation de la fissuration se produit à la même échéance quel que soit le taux d'éther, les résultats des essais à l'anneau indiquent un retard de la fissuration avec l'accroissement du dosage en éther de cellulose.

S'ils n'expliquent la différence de comportement observé entre les deux essais, ces auteurs supposent dans les deux publications que l'augmentation du dosage de l'éther de cellulose limite l'ampleur du retrait de dessiccation et en conséquence limite le développement de la fissuration lors des essais de retrait restreint. Cette conclusion repose sur le fait que l'addition d'éthers diminue la tension de surface de l'eau interstitielle (également rapporté par (Persson, et al., 1996)) et donc en se basant sur le mécanisme de dépression capillaire, limite la pression appliquée par le ménisque sur le squelette solide. Au vu des résultats obtenus lors des essais de retrait en plaque pour des mortiers fortement adjuvanté (accroissement de la fissuration), ces auteurs nuancent cette interprétation en s'interrogeant sur le rôle pouvant être joué par la formation de films d'éther de cellulose dans la matrice cimentaire et la résistance au ressuage induite par présence de cet adjuvant.

Cependant, on peut regretter qu'au cours de ces études, aucune expérience n'a été menée afin d'évaluer l'impact du dosage en éther sur les propriétés de transfert des matériaux, les propriétés mécaniques des mortiers, la cinétique et l'ampleur du retrait libre et le fluage de dessiccation. Or, ces phénomènes sont prépondérants pour comprendre le développement de l'état de contraintes induit par la restriction des déformations par le support aboutissant à la fissuration du mortier.

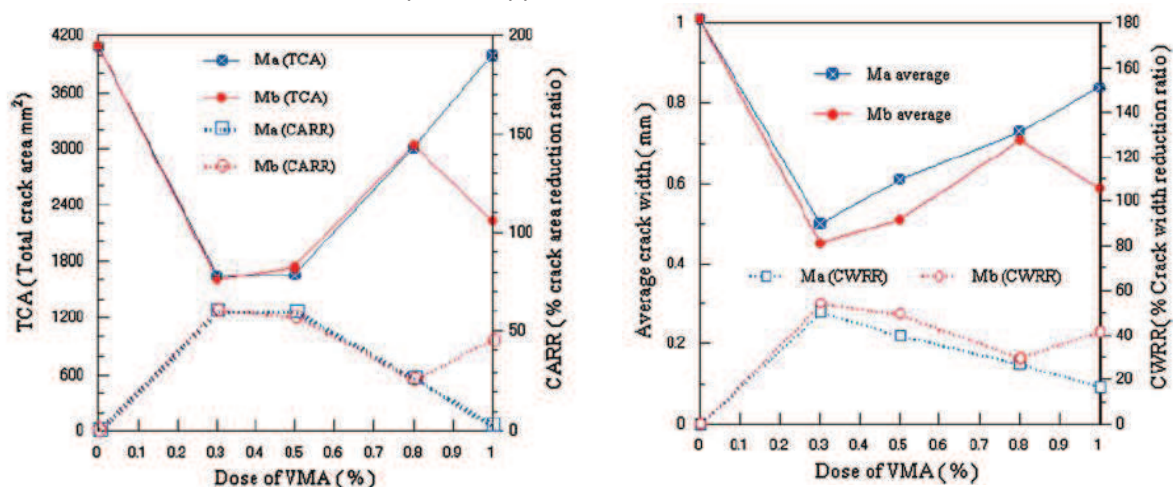


Figure 20 Impact du dosage en éther de cellulose sur la densité de fissuration (graphique gauche) et de la moyenne des fissures (graphique droit) à la surface d'une couche de mortier lors d'un essai de retrait restreint (Lin, et al., 2010)

L'étude de l'influence des éthers de cellulose sur la fissuration lors du retrait de dessiccation restreint par une brique menée par Balayssac et al. (Balayssac, et al., 2011) indique les mêmes tendances. Ainsi, les auteurs observent que l'initiation de la fissuration est d'autant plus tardive que la quantité d'éther est importante. La nature chimique des éthers, ainsi que l'état de saturation du support, apparaissent comme des paramètres prépondérants quant à la fissuration des mortiers. Les auteurs supposent que les éthers de cellulose de par leur capacité de rétention d'eau limitent la captation de l'eau par le support et donc le retrait de dessiccation induit par ce gradient hydrique. Les contraintes

de traction induite par la restriction du support seraient en conséquence moins prononcées conduisant à retarder la fissuration.

Pour ces études, les matériaux ont été directement soumis au séchage suite à leur décoffrage. Il est donc impossible d'évaluer l'impact respectif de l'hydratation et du séchage sur ces paramètres. Or, tandis que l'hydratation favorise la cohésion de matrice cimentaire et en conséquence la résistance mécanique du matériau, le séchage limite l'eau disponible aux réactions d'hydratation tout en amenant à la contraction du mortier lié au départ de l'eau. Le découplage des deux phénomènes est donc primordial pour identifier les mécanismes conduisant ou non à la fissuration.

L'une des méthodes utilisées pour dissocier l'impact de l'hydratation et du séchage est de conduire des essais sur le même matériau protégé de la dessiccation puis soumis au séchage. C'est la démarche adoptée par Monge (Monge, 2007) et Messan (Messan, 2006) pour étudier le retrait libre de dessiccation de mortiers formulés avec un assortiment de polymères (latex, éther de cellulose). Ces études montrent notamment que l'ampleur du retrait de dessiccation est d'autant plus important que le décoffrage est tardif. Des essais de fissuration à l'anneau menés par ces auteurs sont en outre cohérents avec les mesure de retrait libre : plus le matériau est décoffré tardivement plus la fissuration se produit tôt. Cependant, ce phénomène est a priori contre intuitif. En effet, la conservation des matériaux en conditions endogènes devrait favoriser la cohésion du squelette solide et en conséquence limiter sa déformabilité sous l'impulsion du gradient hydrique se produisant lors du séchage. La question de l'origine de ce phénomène reste toujours ouverte. En outre, le rôle joué par les éthers de cellulose n'a pas pu être clairement défini, les mortiers possédant dans leur composition d'autres polymères. Or, des interactions entre les éthers et d'autres polymères (latex) ont pu être observé notamment au travers de la présence de film au sein du mortier durci (Figure 21). L'étude spécifique de l'impact des éthers sur le retrait doit être menée afin de comprendre ce phénomène.

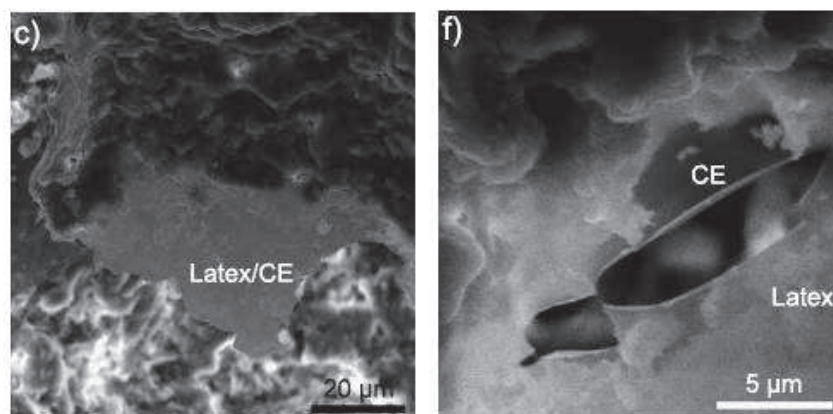


Figure 21 Observation par MEB de la présence de film composite (latex-éther) dans une structure de mortier durci (Jenni, et al., 2009)

1.3.2.6. Adhésion / Adhérence

Nous présentons ici l'influence des éthers sur l'adhésion et l'adhérence entre un mortier et son support. Nous reviendrons sur les essais caractérisant ces phénomènes au paragraphe 4.1.

Dans le cadre de mortier de réparation, Chung (Chung, 2004) étudie l'adhérence entre des mortiers adjuvantés et des supports métalliques afin d'évaluer la durabilité d'une structure en béton armé réparée. Les essais indiquent que l'ajout d'éther favorise l'adhérence, tout en montrant que l'association de ce polymère à de la fumée de silice améliore la résistance du lien entre les deux

matériaux. Les travaux de Bertrand (Bertrand, et al., 2004) sur des couches de mortier adjuvanté coulé sur des pierres de tuffeau semblent confirmer l'effet bénéfique de l'ajout des éthers de cellulose vis-à-vis de la résistance d'adhérence. Des essais d'arrachement sur des couches minces de mortier coulées sur des briques menés par Nicot (Nicot, 2008) indiquent aussi que l'augmentation du dosage en éther favorise l'adhérence.

Trois mécanismes sont avancés pour expliquer cette amélioration de l'adhérence en présence d'éther. D'abord, en favorisant la stabilité du mortier à l'état frais, ces polymères limiteraient les hétérogénéités à l'interface mortier/support. La zone de transition entre les deux matériaux serait en conséquence plus dense, améliorant l'adhésion. Ensuite, les éthers en tant que rétenteur d'eau limitent dans le cas des supports non-saturés la captation de l'eau par le substrat, permettant une meilleure hydratation de la couche de mortier à l'interface. Enfin, les éthers de cellulose semblent limiter la fissuration due au retrait restreint limitant une décohérence de la couche de mortier et la perte d'adhérence résultante.

Des essais d'arrachement menés sur des mortiers placés entre deux briques semblent cependant indiquer que l'ajout d'éther de cellulose peut au contraire conduire à une moins bonne adhérence (Sugo, et al., 2001). Selon ces auteurs, la rétention d'eau induit par la présence des éthers limiterait les échanges avec l'interface et par la même l'imbrication du mortier dans la porosité ouverte des supports. De plus, la forte augmentation d'air entraîné pourrait conduire la présence de zone de faiblesse à l'interface. Quels que soient les mécanismes, ces derniers résultats amènent relativiser l'impact bénéfique des éthers sur l'adhésion et l'adhérence.

A notre connaissance, aucune étude n'a tenté de dissocier l'impact des éthers de cellulose sur l'adhésion et sur l'adhérence. Dans la majorité des travaux, les essais d'adhérence sont menés sur des systèmes ayant subi un chargement environnemental, le suivi de la création du lien entre les deux matériaux n'étant pas prise en compte. Au vu des différents phénomènes pouvant affecter ce lien, entre autres l'adhésion et la fissuration, il devient difficile de pouvoir déterminer par quel mécanisme les éthers de cellulose modifie l'adhérence entre un mortier et un support.

1.4. Synthèse

Cette brève revue bibliographique nous a permis de préciser les paramètres gouvernant la bonne appétence entre un mortier et un support, à savoir l'état de surface support (rugosité/porosité) et la mouillabilité du mortier frais. Elle présente également les difficultés expérimentales rencontrées dans la littérature pour les caractériser et ainsi déterminer leur impact de l'adhésion. D'autres paramètres, tels que le mode de mise en œuvre et le temps de prise du mortier, semblent également prépondérants quant au bon développement de l'adhésion. Ces variables doivent donc être prises en compte afin d'étudier le comportement des systèmes mortier/support.

La principale altération du lien entre un mortier et un support lors du séchage semble provenir de leur incompatibilité dimensionnelle. Dans le cas des mortiers utilisés comme enduits de façade, les principaux modes d'endommagement sont le développement de fissures dans le mortier perpendiculairement à la surface séchante et/ou une désolidarisation du système. Les mécanismes (évolution des propriétés mécaniques, retrait, fluage) gouvernant l'état de contraintes, et donc la fissuration, dans le mortier ont également été présentés.

La seconde partie de ce chapitre détaille les diverses modifications qu'engendre l'ajout d'éther de cellulose dans les compositions de mortiers. On y montre que cet adjuvant du fait de ces propriétés associatives accroît notablement la viscosité des mortiers à l'état frais. Son influence sur la mouillabilité du mortier est donc vraisemblablement non négligeable. Son influence sur la rhéologie

semble également être l'origine de sa capacité de rétention d'eau. Cette propriété est particulièrement intéressante dans le cas de mortier sur des supports non saturés car elle limite la captation de l'eau favorisant le libre développement de l'adhésion.

De nombreux travaux montrent que ces éthers modifient l'initiation de l'hydratation. Ces résultats amènent à s'interroger sur l'impact d'un décoffrage précoce sur le développement des propriétés mécaniques et de transfert. En l'occurrence, peu d'études ont été menées sur l'impact des éthers sur ces propriétés à l'état durci. Les travaux sur le sujet indiquent que les éthers de cellulose conduisent à une augmentation de la porosité globale. L'augmentation de l'air entraîné que les éthers provoquent semble en être la cause.

L'étude de l'influence des éthers de cellulose sur le retrait de dessiccation n'a quasiment pas été abordée dans la littérature. Récemment, Lin et Huang ont supposé, au vu de la diminution de la fissuration lors d'essais de retrait restreint, que l'augmentation du dosage en éther limite les déformations de retrait de dessiccation (Lin, et al., 2010). Des essais de retrait libre et de retrait restreint sont nécessaires afin de confirmer ces tendances.

La diminution de la résistance mécanique en présence d'éther observée par plusieurs auteurs, est, semble-t-il, également due à l'augmentation de l'air occlus. Sing et al. montrent cependant que l'influence des éthers sur la résistance n'est pas si simple : certains dosages en éther peuvent en effet favoriser la cohésion du matériau (Singh, et al., 2003).

Enfin, la majorité des travaux semblent indiquer que les éthers favorisent l'adhérence des mortiers. L'origine de ce phénomène n'est cependant pas éclaircie. La capacité de rétention d'eau et la limitation de fissuration en présence d'éthers sont les paramètres le plus souvent évoqués.

2. CARACTERISATION DES MORTIERS CEReM

2.1. Compositions étudiées et propriétés à l'état frais

2.1.1. Principe des mortiers CEReM

Les mortiers CEReM sont des mortiers de laboratoire destinés à observer l'impact des éthers de cellulose sur leurs propriétés et ont des compositions assez différentes de celles des mortiers industriels. Ainsi leur rapport E/C et leur pourcentage d'éther sont relativement élevés comparativement à ces mortiers.

Au cours de nos travaux, deux types de composition de mortiers ont été étudiés. Une première série d'essais a été menée sur un mortier nommé dans la suite EC0,11% afin de caractériser l'impact du temps de décoffrage sur les propriétés de fissuration et d'adhérence. Suite à cette étude, une série d'essais a été réalisée afin d'étudier l'impact du dosage en éther de cellulose. Cependant, la fabrication du ciment et de l'éther de cellulose de la première composition ayant cessé au cours de la thèse, il a été décidé d'adopter un autre type de composition, à savoir celles étudiées dans la thèse de Patural (Patural, 2011) également financée par le CEReM.

2.1.2. Procédures de caractérisation à l'état frais

Des mesures d'étalement et d'air entraîné ont été réalisées sur les matériaux étudiés à la suite du gâchage afin d'identifier leurs caractéristiques à l'état frais.

- Des mesures d'étalement ont été réalisées à l'aide d'un cône métallique de 5 cm de hauteur et diamètre à la base de 10 cm. Cette mesure nous donne une indication quant à l'augmentation du seuil de cisaillement induite par l'ajout de l'éther de cellulose.
- Des mesures d'air entraîné ont également été réalisées en comparant la densité apparente du matériau à l'état frais avec sa densité théorique calculée à partir de la densité de chacun de ses constituants. La densité apparente du matériau est déterminée en mesurant la masse d'un litre de matériau à l'état frais après le gâchage.

2.1.3. Première composition étudiée : « mortier EC0,11% »

Le Tableau 3 donne la composition du mortier EC0,11%. L'éther de cellulose employé est un MHPC (hydroxypropylméthyl cellulose) de masse moléculaire moyenne 664kDa (mesure réalisée par chromatographie d'exclusion stérique par Patural (Patural, 2011)).

Le mélange sec (ciment/sable/filler/éther) est préalablement mélangé durant 15 minutes à vitesse lente au moyen d'un malaxeur de laboratoire. Dans un second temps, l'eau est progressivement ajoutée à cette poudre au cours du malaxage qui est effectué durant 15 minutes à vitesse lente.

L'étalement mesuré pour ce matériau est de 23 cm, ce qui correspond à un matériau très fluide. La quantité d'air occlus mesurée est de 4,9% du volume total du mortier ce qui est l'ordre de grandeur des mortiers non adjuvés.

Tableau 3 Composition du mortier EC0,11%

Composant	Caractéristique	% massique du mélange sec
Ciment	CEMI 52,5R (Lafarge-Usine de Martres)	30%
Sable	NE 34 (Sibelco)	65%
Filler	Siliceux (Sibelco)	5%
Ether de cellulose	MHPC* ₁	0,1%
E/C		1
Dénomination		EC0,11%

2.1.4. Second type de compositions : mortiers « EC0,1% », « EC0,3% » et « EC0,4% »

Le Tableau 4 donne les compositions des mortiers EC0,1%, EC0,3% et EC0,4%. L'éther de cellulose employé est un MHPC de masse moléculaire moyenne proche de celui employé dans la première composition : 630kDa. Le ciment choisi pour ces compositions possède des caractéristiques mécaniques proches de celles de la première composition (ciment de type CEMI 52,5).

Tableau 4 Composition des mortiers EC0,1%,EC0,3% et EC0,4%

Composant	Caractéristique	% massique du mélange sec		
Ciment	CEMI 52,5R (Lafarge-Usine du Teil)	30%	30%	30%
Sable	DU0,1/0,35 (Sibelco)	65%	65%	65%
Filler	Calcaire (BL 200 Omya)	5%	5%	5%
Ether de cellulose	MHPC* ₂	0,1%	0,3%	0,4%
E/C		1	1	1
Dénomination		EC0,1%	EC0,3%	EC0,4%

Le rapport E/C est identique pour l'ensemble des compositions testées. Ceci implique, comme nous le verrons, que la consistance et donc la « mouillabilité » du matériau différent d'une composition à une autre. Pour un même support, l'adhésion du matériau sera en conséquence différente pour les trois mortiers. Une autre possibilité aurait été de modifier le rapport E/C en fonction du dosage en éther de cellulose afin de disposer d'une consistance équivalente pour tous les mortiers testés. Cependant, le but de notre travail étant d'étudier l'impact des charges environnementales sur la fissuration des mortiers sur un support, il était primordial que le mode de développement du squelette solide soit comparable pour chaque mortier et que l'impact des éthers sur la microstructure ne soit pas « parasité » par une modification du rapport E/C.

Les mortiers sont fabriqués au moyen d'un malaxeur de laboratoire avec un mélange préalable des constituants solides (ciment/sable/filler/éther) durant 5 min à vitesse lente. Dans un second temps, l'eau est ajoutée. Un premier malaxage à vitesse lente est réalisé durant 1 min puis à vitesse rapide durant 30 s. Le malaxage est alors arrêté durant 90 s puis repris à vitesse rapide durant 1 min.

Les pourcentages d'éther de cellulose étudiés ont été choisis à partir des mesures d'étalement. Pour ce faire, différents taux d'éther ont été testés (Figure 22). L'étalement diminue lorsque le dosage en éther de cellulose augmente, ce dernier favorisant la viscosité du matériau. Ce résultat est en accord avec le comportement du matériau décrit dans la littérature (Lachemi, et al., 2004) (Lin, et al., 2010). On remarque cependant que la relation entre le pourcentage d'éther et l'étalement du mortier n'est pas linéaire.

Un premier taux d'éther de cellulose de 0,1%, proche de celui de la première composition (ECO,11%) a été retenu. Les deux autres pourcentages d'éther ont été choisis afin de disposer de matériaux avec des consistances différentes de celle du mortier ECO,1% et suffisamment distinctes entre elles.

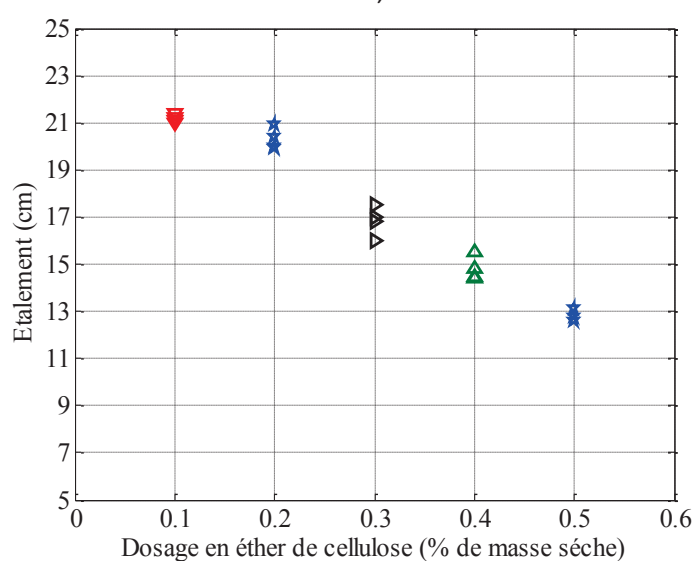


Figure 22 Evolution de l'étalement en fonction du pourcentage d'éther de cellulose

L'augmentation du dosage en éther de cellulose augmente la quantité d'air occlus des mortiers (Tableau 5). Ce résultat est prévisible car l'augmentation de la concentration d'éther de cellulose favorise la possibilité d'association des molécules d'éther entre elles et, par conséquent, la formation de films d'éther à l'interface air/eau lors du gâchage et donc à la formation puis la stabilisation de bulles d'air dans le mortier à l'état frais (Jenni, et al., 2009) (Pourchez, et al., 2010).

Tableau 5 Air entrainé en fonction du dosage en éther de cellulose

Mortier	Air entrainé - φ_{ocl} (% du volume de mortier)
ECO,1%	10,6
ECO,3%	15,2
ECO,4%	24,6

2.2. Etude de la cinétique d'hydratation

2.2.1. Objectifs et démarche

Comme nous l'avons vu dans le chapitre bibliographique, l'incorporation des éthers de cellulose modifie notablement la cinétique d'hydratation de la plupart des phases anhydres du ciment. La complexité de l'action des éthers de cellulose quant au développement de la matrice cimentaire rend difficile l'identification et la modélisation des phénomènes mis en jeu.

Des essais ont été réalisés afin d'identifier la cinétique d'hydratation des matériaux étudiés d'un point de vue macroscopique. Les mécanismes à l'échelle moléculaire conduisant aux retards d'hydratation n'ont donc pas été étudiés. L'objectif de ces essais était de caractériser l'évolution globale des réactions d'hydratation afin de pouvoir relier celle-ci au développement mécanique et microstructural des mortiers en présence d'éther.

Pour ce faire, nous déterminerons l'évolution du degré d'avancement des réactions d'hydratation, noté $\alpha(t)$, qui correspond à la quantité de ciment ayant réagi $m_{c,r}(t)$ sur la quantité de ciment ayant réagi au terme de nos expériences $m_{c,\infty}$:

$$\alpha(t) = \frac{m_{c,r}(t)}{m_{c,\infty}} \quad (0-1)$$

En général, dans les matériaux cimentaires, une partie du ciment reste anhydre. De nombreux auteurs emploient également la notion de degré d'hydratation qui correspond à la quantité de ciment ayant réagi $m_{c,r}(t)$ sur la quantité de ciment initialement présente $m_{c,0}$:

$$\xi(t) = \frac{m_{c,r}(t)}{m_{c,0}} \quad (0-2)$$

Le degré d'hydratation est calculé comme le produit du degré d'avancement mesuré par le degré d'hydratation final ξ_{∞} :

$$\xi(t) = \alpha(t) \cdot \xi_{\infty} \quad (0-3)$$

Le degré d'hydratation final peut être déterminé à partir de la composition du ciment à l'aide de formules empiriques (Powers, et al., 1946) (Waller, 1999) dont l'unique variable d'ajustement est le rapport E/C. Dans le cadre de notre étude, le rapport E/C est identique pour toutes les compositions testées. D'autre part, il est impossible de savoir a priori l'impact des éthers de cellulose sur ξ_{∞} . Nous n'utiliserons donc pas le concept de degré d'hydratation et nous lui préférons celui de degré d'avancement pour lequel aucune hypothèse supplémentaire n'est nécessaire.

La détermination du degré d'avancement de la réaction d'hydratation est réalisée pour nos matériaux au moyen de deux dispositifs expérimentaux différents : essai de calorimétrie semi-adiabatique et Analyse thermogravimétrique (ou ATG).

Les deux premiers paragraphes auront pour but de présenter les concepts théoriques permettant le suivi de l'hydratation par ces deux moyens de mesure et les hypothèses expérimentales adoptées. Les dispositifs expérimentaux et l'exploitation des résultats obtenus par ces méthodes seront présentés dans un second temps.

2.2.2. Protocoles expérimentaux

2.2.2.1. Essai de calorimétrie semi-adiabatique

- Principe de la calorimétrie

Nous nous appuyons ici sur plusieurs ouvrages décrivant cette méthode d'essai et ses concepts (De Schutter, et al., 1995) (Granger, 1996) (D'Aloia, et al., 2002) (Briffaut, 2010). La plupart des réactions entre les phases anhydres du ciment et l'eau sont exothermiques. La calorimétrie se base sur l'hypothèse que le dégagement de chaleur induit par ces réactions est corrélé à la quantité d'hydrates produite. Le degré d'avancement de la réaction d'hydratation macroscopique à l'instant t est alors défini comme le rapport entre la quantité de chaleur s'étant dégagée jusqu'à cet instant sur la quantité de chaleur qui se sera dégagée au terme de l'essai :

$$\alpha(t) = \frac{Q(t)}{Q_\infty} \quad (0-4)$$

avec α le degré d'avancement de la réaction, $Q(t)$ et Q_∞ respectivement la quantité de chaleur par gramme de ciment dégagée jusqu'à l'instant t et jusqu'au terme de l'essai (J.g-1).

Lors d'essais adiabatiques, un échantillon de matériau est placé dans une enceinte isolée thermiquement. En supposant que sa capacité thermique n'évolue pas au cours de l'essai, la mesure de son élévation de température permet de déterminer l'énergie dégagée au cours de l'essai. Cette conception est purement théorique car en pratique des échanges thermiques existent entre l'environnement et le calorimètre. Dans le cadre d'essais semi-adiabatiques, un étalonnage préalable du calorimètre permet, en mesurant la température extérieure au cours de l'essai, d'évaluer la déperdition de chaleur, de compenser son effet et de déterminer la chaleur emmagasiné au cours de l'hydratation. La chaleur dégagée par gramme de ciment à un instant t est donc calculée comme suit:

$$Q(t) = \frac{C}{m_c} \cdot (T(t) - T_0) + \frac{1}{m_c} \cdot \int_0^t J(T(s), T_{ex}) ds \quad (0-5)$$

avec T_0 et $T(t)$ les températures au sein du calorimètre initial et à l'instant t (°C), T_{ex} la température externe au calorimètre (°C), m_c la masse de ciment contenue dans l'éprouvette (g), C la capacité thermique totale (calorimètre + mortier) (J.°C-1), $J(T(t), T_{ex})$ le flux de chaleur sortant à l'instant t déterminé en s'appuyant sur l'étalonnage du calorimètre (J.h-1).

L'augmentation de la température accélère les cinétiques de réaction entre les phases anhydres du ciment et l'eau. Afin de prendre en compte cette thermo-activation des réactions, la vitesse d'avancement de la réaction globale est décrite par la loi d'Arrhenius:

$$\frac{d\alpha(t)}{dt} = f(\alpha(t)) \cdot e^{\left(\frac{-E_a}{RT}\right)} \quad (0-6)$$

avec E_a l'énergie d'activation globale (J.mol⁻¹), R la constante des gaz parfait (8,314 J. mol⁻¹.K⁻¹), T la température absolue (K).

Afin d'être en mesure d'évaluer le développement du matériau dans ces conditions de température à partir des essais semi-adiabatique, il est possible également d'utiliser le concept de temps équivalent basé sur la loi d'Arrhenius. Le temps équivalent correspond au temps qui aurait été nécessaire au

matériau, conservé à une température T_r constante, pour atteindre le même état de maturité que le matériau ayant subi l'élévation de température lors de l'essai semi-adiabatique. En employant la formulation de l'équation (1-6), le temps équivalent à l'instant $t_{eq}(t)$ peut s'exprimer sous la forme :

$$t_{eq}(t) = \int_0^t \exp\left(\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T_r} - \frac{1}{T(s)}\right)\right) ds \quad (0-7)$$

avec $T(s)$ l'histoire de température au sein du mortier au cours de l'essai (K), T_r la température de référence prise égale à 296 K (température à laquelle l'ensemble des autres essais sont menés).

Le principal avantage de la méthode calorimétrique est de permettre un suivi continu du développement du matériau, et ce, quelques minutes seulement après son gâchage.

- Protocole utilisé

Le mortier, une fois gâché, est immédiatement coulé dans des moules cylindriques de diamètre 7 cm et de hauteur 15 cm. Ces moules sont recouverts de polyane afin de prévenir tout risque de séchage au cours de l'essai. Les éprouvettes sont alors placées dans les calorimètres semi-adiabatiques. Deux essais sont menés en parallèle afin d'estimer l'effet des moyens de mesure sur le suivi des températures et ainsi de limiter leur impact sur les mesures. Les essais sont menés dans une salle à température constante durant une dizaine de jour.

Les calorimètres semi-adiabatiques employés sont des bouteilles de Langavant (AFNOR, 1988). L'échantillon est placé dans un vase Dewar qui assure l'isolation thermique du dispositif. Une sonde de température est placée à proximité du dispositif afin de suivre l'évolution de la température extérieure. Dans le cadre de la norme (AFNOR, 1988), la mesure de la température dans le Langavant est réalisée en plaçant la sonde en dehors de l'échantillon. Or, des essais menés par Briffaut (Briffaut, et al., 2010) semblent montrer que cet emplacement tend à sous-estimer la température réelle dans le matériau, conduisant à sous évaluer sa cinétique d'hydratation. En adoptant les préconisations de ces travaux, la sonde de température est donc noyée au cœur du matériau. Les thermocouples sont reliés à une centrale d'acquisition (Figure 23).

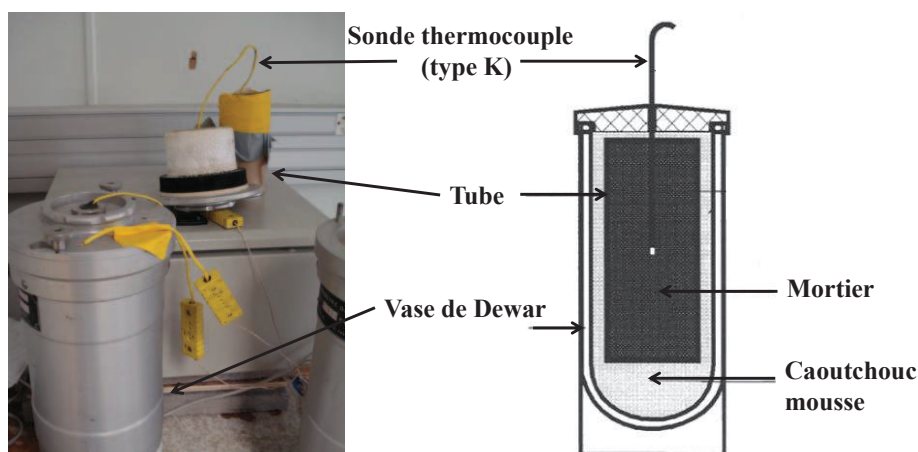


Figure 23 Dispositif employé lors des essais semi adiabatiques- bouteille de Langavant (schéma tiré de (Springenschmid, et al., 1997))

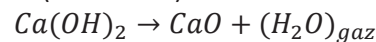
2.2.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

- Principe

L'analyse thermogravimétrique consiste à mesurer la perte en masse induite par la décomposition thermique des différentes phases minérales composant un matériau. En chauffant une phase minérale, celle-ci se décompose en une phase solide et une phase gazeuse. Connaissant la stœchiométrie de cette réaction, la perte de masse induite par le départ de la phase gazeuse permet de calculer la masse de la phase initiale. L'énergie nécessaire à la décomposition d'un minéral lui étant propre, il est ainsi possible d'associer une plage de température à un type de décomposition et ainsi de déterminer la phase minérale qui en est à l'origine. Le chauffage progressif d'un matériau inconnu associé au suivi de sa perte de masse permet de quantifier la masse des différentes phases minérales qui le composent.

Dans une plage de température comprise entre 30°C et 1100°C, les principales décompositions ayant lieu pour les matériaux cimentaires sont les suivantes (Alarcon-Ruiza, et al., 2005) :

- évaporation de l'eau libre et de l'eau physique adsorbée à la surface des hydrates (30-105°C)
- décomposition du gypse hydraté et de l'ettringite hydraté (110-170°C)
- évaporation de l'eau chimiquement combinée avec les C-S-H (180-300°C)
- déshydratation de la Portlandite (450-550°C) :



- décarbonatation de la calcite (600-900°C) :



La majorité de ces décompositions est due à la l'évaporation de l'eau. Dans le cas d'un matériau s'hydratant en conditions endogènes (avec absence de carbonatation), la perte de masse associée à ces évaporations est donc dépendante de la quantité d'hydrates formée et traduit l'état de maturité de la matrice cimentaire. Si l'on suppose qu'il y a proportionnalité entre cette perte en masse et la masse d'hydrates formée, le degré d'hydratation à instant t peut alors s'écrire comme :

$$\xi(t) = \frac{m_{el}(t)}{m_{el}(\infty)} \quad (0-8)$$

avec $m_{el}(t)$ la masse d'eau chimiquement liée au ciment à l'instant t , $m_{el}(\infty)$ la quantité d'eau chimiquement liée lorsque l'hydratation du matériau est complète.

En se basant sur ce concept, de nombreux auteurs déterminent l'évolution du degré d'hydratation par ATG (Singh, et al., 1995) (Lam, et al., 2000) (Mounanga, 2003) (Pane, et al., 2005). Des échantillons d'un matériau conservés en conditions endogènes sont donc testés à différentes échéances afin de déterminer l'évolution de la quantité d'eau chimiquement liée aux hydrates. Il est à noter que cet essai est donc un essai destructif et ponctuel.

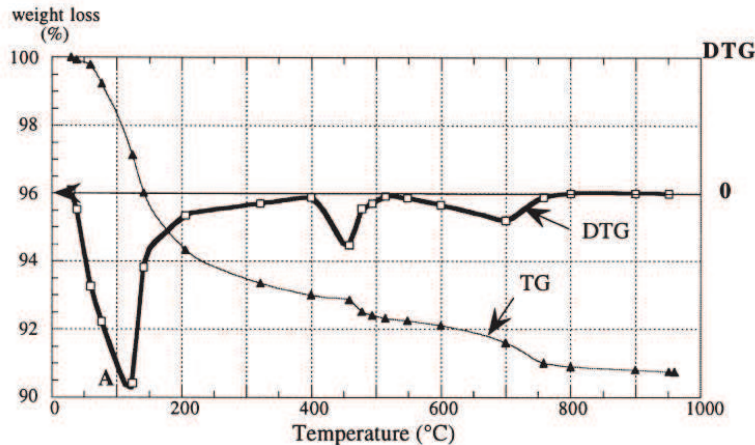


Figure 24 Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) représentative d'un ciment hydraté (Loukili, et al., 1999)

Le principal biais de cette méthode est la proximité qui existe entre la température d'évaporation de l'eau libre et celle de l'eau chimiquement liée au gel C-S-H. Il est donc difficile de dissocier la perte en masse de chacune de ces évaporations. Cet effet de chevauchement est accentué par la méthode thermogravimétrique généralement employée. En effet dans la majorité des études, l'augmentation en température du four se fait de manière linéaire jusqu'à atteindre la température final de l'essai. Les réactions de décomposition ne peuvent donc se réaliser de manière complète à la température de décomposition qui leur est associée. La perte en masse associée à la phase décomposée se poursuit donc sur une plage de température plus ou moins importante suivant la quantité de la phase initiale et la vitesse de montée en température du four.

Comme le montre la Figure 24, il est difficile de dissocier la perte de masse induite par les deux types d'évaporation. Afin de déterminer la masse d'eau chimiquement liée, les utilisateurs de cette méthode fixent donc arbitrairement une température frontière. Cette température varie suivant les auteurs, par exemple : 110°C (Lam, et al., 2000), 140°C (Pane, et al., 2005), 145°C (Mounanga, 2003).

Dans le cas d'un matériau conservé en conditions endogènes, Mounanga (Mounanga, 2003) identifie la masse d'eau chimiquement liée au ciment comme suit :

$$m_{el} = |\Delta m_{145 \rightarrow 1100^\circ C}| - |\Delta m_{600 \rightarrow 800^\circ C}| - m_c \cdot PaF \quad (0-9)$$

avec $\Delta m_{145 \rightarrow 1100^\circ C}$ la perte en masse de l'échantillon entre 145 et 1100°C (g) ; $\Delta m_{600 \rightarrow 800^\circ C}$ la perte en masse entre 600 et 800°C (g) (masse de calcite indépendant de l'état de maturité du matériau) ; m_c la masse de ciment contenue dans l'échantillon (g); PaF la perte au feu du ciment (%).

La détermination de l'eau chimiquement liée au terme des réactions d'hydratation $m_{el}(\infty)$ est déterminée de manière théorique à partir de la composition chimique du ciment, des formules de Bogue et de la masse de ciment théorique contenue dans l'échantillon testé. Au moyen de ce calcul, il est possible d'évaluer le degré d'hydratation du matériau défini par l'équation (1-8).

- Choix d'un marqueur de l'hydratation pour nos mortiers

Dans le cas de nos compositions, la quantité d'eau libre présente dans les échantillons testés est très importante ($E/C = 1$). L'utilisation d'une température frontière entre vaporisation de l'eau libre et de

l'eau liée induit de fait un risque d'erreur important sur la quantité d'eau effectivement liée aux hydrates.

Nous avons donc opté pour une autre approche, à savoir le suivi du degré d'avancement en mesurant l'évolution de la quantité de Portlandite. La température de décomposition de cet hydrate est en effet suffisamment distincte de la température de décomposition des autres phases pour permettre une mesure précise. Ce protocole a été également adopté par Nicot (Nicot, 2008) pour comparer l'hydratation à 28 jours de mortiers composés de différents types d'éther de cellulose.

La Portlandite (CH) est un indicateur de l'hydratation intéressant car sa précipitation est associée au début de la prise des matériaux cimentaires. (Mounanga, et al., 2006) montrent notamment qu'il existe une bonne corrélation entre l'initiation de la précipitation des CH et le début de prise détecté par aiguille Vicat. L'objectif de nos travaux n'étant pas d'identifier les différents processus d'hydratation mais de caractériser le développement du squelette solide, cet indicateur semble donc pertinent.

La décomposition de la Portlandite se produit aux alentours de 400°C. Afin d'assurer une mesure précise de la masse de Ca(OH)_2 , nous identifions le début et la fin de la décomposition à partir des points d'inflexion de la courbe de perte en masse (dérivée seconde - Figure 25). La dérive de l'appareil, bien que faible, est prise en compte dans le calcul de la masse de CH.

$$m_{\text{Ca(OH)}_2} = \frac{|m_{\sim 400^\circ\text{C}}| - |m_{d,\sim 400^\circ\text{C}}|}{m_{\text{échantillon}}} \cdot \frac{M_{\text{Ca(OH)}_2}}{M_{\text{H}_2\text{O}}} \quad (0-10)$$

Avec $m_{\text{Ca(OH)}_2}$ la masse de Portlandite rapportée à la masse de l'échantillon (% massique) ; $|m_{\sim 400^\circ\text{C}}|$ la perte en masse correspondant aux températures de décomposition de la Portlandite (calcul à partir des points d'inflexion) (g) ; $|m_{d,\sim 400^\circ\text{C}}|$ la dérive de l'appareil pour la plage de température considérée (g) ; M_{X_i} la masse molaire de la molécule X_i intervenant dans la réaction de décomposition.

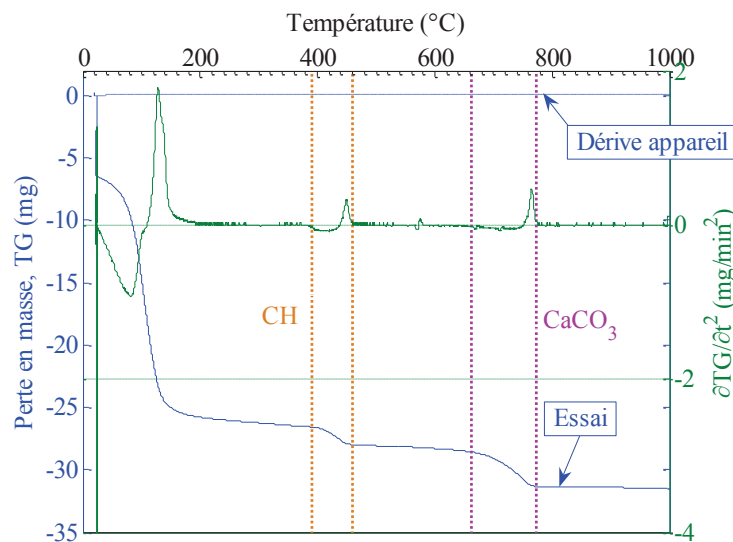


Figure 25 Détermination de la quantité de Portlandite et de calcite dans un échantillon de mortier testé par ATG

- Choix d'un marqueur de la teneur en ciment des échantillons

Afin d'identifier l'avancement de l'hydratation, la quantité de Portlandite mesurée par ATG doit être rapportée à la quantité de ciment présente dans l'échantillon. Cette masse de ciment peut être déterminée à partir de la proportion des différents constituants du mortier (E/C et S/C) :

$$m_c = \frac{m_{\text{échantillon}}}{(1+E/C+S/C)} \quad (0-11)$$

L'inconvénient de ce calcul est son manque de précision car l'échantillon testé ne contient pas toujours exactement les proportions théoriques (S/C par exemple).

Nous avons donc choisi de déterminer la masse de ciment à partir d'un « marqueur » du ciment : le calcaire présent dans l'échantillon. Les essais d'ATG étant menés sur des matériaux conservés en conditions endogènes, leur carbonatation est limitée. Le sable étant siliceux, le ciment est la seule source de calcaire (teneur massique de 3,2% d'après sa fiche technique). La quantité de CaCO_3 mesurée est donc proportionnelle à la quantité de ciment présente dans l'échantillon. La masse de CaCO_3 est mesurée suivant la même procédure que la masse de CH (Figure 25).

$$m_{\text{CaCO}_3} = \frac{|m_{\sim 700^\circ\text{C}}| - |m_{d,\sim 700^\circ\text{C}}|}{m_{\text{échantillon}}} \cdot \frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{CO}_2}} \quad (0-12)$$

Avec m_{CaCO_3} la masse de calcite rapportée à la masse de l'échantillon (% massique) ; $|m_{\sim 700^\circ\text{C}}|$ la perte en masse aux températures de décomposition de la calcite (g) ; $|m_{d,\sim 700^\circ\text{C}}|$ la dérive de l'appareil (g) ; M_{X_i} la masse molaire de la molécule X_i .

Le rapport de la masse de Portlandite créée sur la masse de calcite représente l'état d'hydratation du matériau. Le degré d'avancement de l'hydratation à l'instant t est donc calculé comme suit :

$$\alpha(t) = \frac{\left[\frac{m_{\text{CH}}(t)}{m_{\text{CaCO}_3}} \right]}{\left[\frac{m_{\text{CH}}(\infty)}{m_{\text{CaCO}_3}} \right]} \quad (0-13)$$

Avec $\frac{m_{\text{CH}}}{m_{\text{CaCO}_3}}(\infty)$ le rapport masse de Portlandite sur masse de calcite à une échéance pour laquelle l'hydratation du matériau est considérée comme terminée (180 jours).

- Protocole expérimental

Après gâchage, le mortier est coulé dans des moules $2 \times 4 \times 16$ cm puis protégé de la dessiccation par plusieurs couches de polyane. Le décoffrage est réalisé un jour après. Les éprouvettes sont immédiatement enveloppées dans plusieurs couches de polyane. Une couche d'aluminium adhésif supplémentaire prévient tout risque d'échange hydrique avec l'extérieur. Les éprouvettes sont conservées dans une salle à 23°C .

A chaque échéance de mesure, une tranche de 2×4 cm de section et de 1 cm d'épaisseur est prélevée par sciage. L'ensemble du fragment ainsi obtenu est broyé. Cette poudre est ensuite mélangée afin de limiter les artéfacts dus au prélèvement tel qu'une ségrégation locale du matériau. Une masse de 150 ± 5 mg de cette poudre est placée dans le creuset en alumine qui est alors introduit dans le four de l'appareil d'ATG. Au cours de l'essai, la masse est mesurée en continu lors d'un chauffage entre 25 et 1000°C à la vitesse de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. L'appareil d'ATG utilisé est un Setsys Evolution de Setaram (Figure 26).

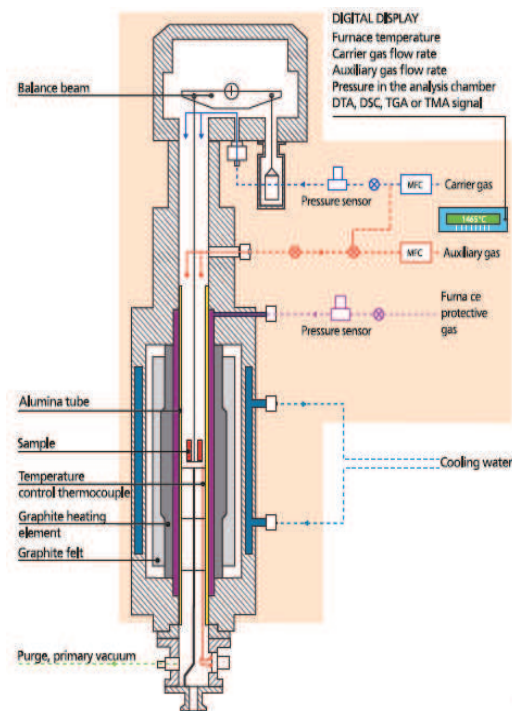


Figure 26 Schéma de l'appareil d'analyse thermogravimétrique employé (tiré de (Setaram))

2.2.3. Résultats et discussion

2.2.3.1. Cinétique d'hydratation du mortier EC0,11%

La caractérisation de la cinétique d'hydratation du mortier EC0,11% a été menée uniquement par calorimétrie semi-adiabatique.

La Figure 27 montre l'évolution des températures recueillies dans le cadre de ces essais. De ces données brutes, la chaleur dégagée au cours de l'hydratation du matériau est calculée à partir de l'équation (1-5). L'hydratation étant considérée comme terminée à la fin de l'essai, le degré d'avancement de la réaction est calculé à partir de l'équation (1-4).

Afin de déterminer la cinétique d'hydratation du matériau s'il était conservé à 23°C, nous déterminons le temps équivalent au moyen de l'équation (1-7). L'emploi de cette équation nécessite la connaissance de l'énergie d'activation du ciment. La détermination de ce paramètre est généralement effectuée de manière expérimentale à partir d'essais calorimétriques menés pour la même composition à deux températures extérieures distinctes (Kada-Benameur, et al., 2000) (D'Aloia, et al., 2002) (Poole, et al., 2007).

Un autre protocole expérimental consiste à mesurer pour différentes températures de cure, la résistance en compression du matériau au cours de son hydratation (Barnett, et al., 2006) (Chitambira, et al., 2007) (Pinto, et al., 2010). En supposant que l'évolution de la résistance est proportionnelle à l'état de maturation du matériau, ces mesures permettent d'évaluer l'impact de la température sur sa cinétique d'hydratation et ainsi d'identifier l'énergie d'activation.

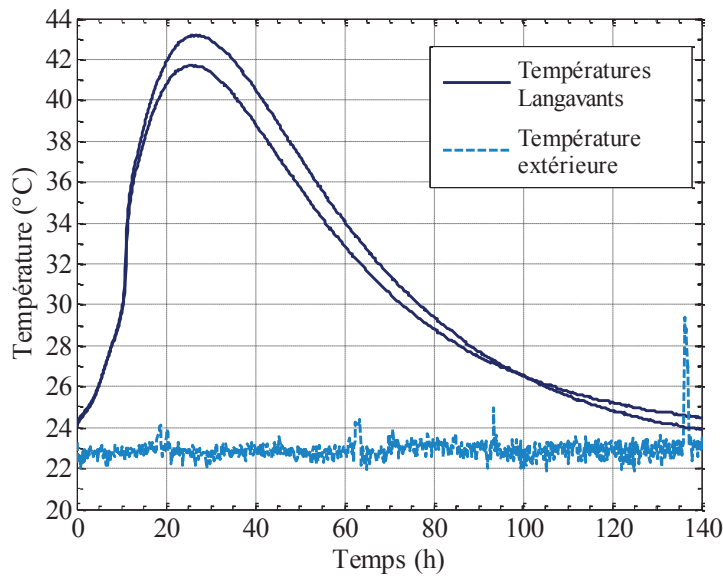


Figure 27 Evolution de la température au cours des essais de Langavant (Composition 1)

En se fondant sur de nombreux travaux, Schindler (Schindler, 2004) a développé une formule empirique afin d'estimer l'énergie d'activation d'un ciment en se basant sur la proportion des phases minérales et sa surface spécifique. La surface spécifique, donc la dimension des grains de ciment, affecte la surface de réaction effective entre grains et eau et la cinétique d'hydratation.

$$E_a = 22100 \cdot p_{C_3A}^{0,3} \cdot p_{C_4AF}^{0,25} \cdot S_{spé}^{0,35} \quad (0-14)$$

Avec p_{C_3A} et p_{C_4AF} les pourcentages massique respectivement de C_3A et de C_4AF , $S_{spé}$ la surface spécifique du ciment (m^2/kg).

En raison de la complexité des moyens à mettre en œuvre pour identifier expérimentalement l'énergie d'activation, c'est cette dernière approche qui a été adoptée. Cependant, l'énergie d'activation ainsi calculée traduit uniquement l'impact de la température sur le développement de la phase cimentaire. Or l'augmentation de température modifie également le comportement des éthers de cellulose en favorisant notamment leur propension à s'agglomérer (Sarkar, et al., 1995) (Bodvik, et al., 2010). Les mécanismes d'interaction des éthers de cellulose lors de l'hydratation étant encore sujets à étude, nous supposons que ce phénomène ne modifie pas notablement la cinétique d'hydratation de nos mortiers.

Le pourcentage massique des différents hydrates composant le ciment est déterminé à partir des formules de Bogue (Taylor, 1989) (Tableau 6). L'énergie d'activation du ciment, estimée à partir de l'équation (1-12), est égale à $48,2 \text{ kJ.mol}^{-1}$. L'ordre de grandeur bien que assez élevé est en accord avec des valeurs mesurées pour des ciments de type CEM I ($38 - 51 \text{ kJ.mol}^{-1}$ (Lerch, et al., 1948) ; $43,6 - 63,6 \text{ kJ.mol}^{-1}$ (Carino, et al., 1992) ; 46 kJ.mol^{-1} (Schindler, et al., 2005)).

Tableau 6 Composition et surface spécifique du ciment utilisé pour la composition 1

Phases anhydres du ciment	Pourcentage massique
C ₃ S	71,1
C ₂ S	2,8
C ₃ A	9,8
C ₄ AF	7,2
Surface spécifique (m ² /kg)	447,4

La cinétique d'hydratation ainsi obtenue pour notre matériau à 23°C est donnée en Figure 28. On remarque une forte cohérence des résultats obtenus par les deux bouteilles de Langavant. Les échéances auxquelles les échantillons seront décoffrés sont indiquées sur cette figure (cf. section 2.3). Les temps de décoffrage choisis sont assez espacés pour que la maturation du matériau soit suffisamment distincte à chacune des échéances ($\alpha(1j) = 0,13$; $\alpha(3j) = 0,48$; $\alpha(7j) = 0,71$).

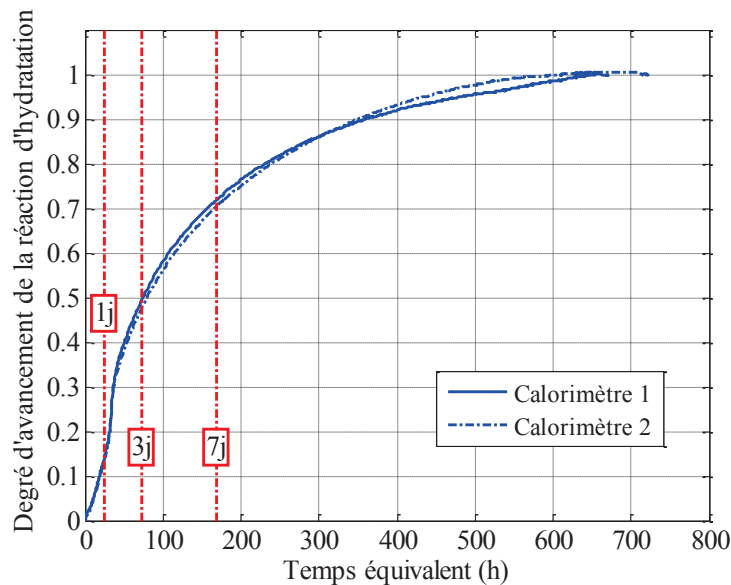


Figure 28 Degré d'avancement de la réaction d'hydratation du mortier EC0,11%

2.2.3.2. Impact du dosage en éther de cellulose sur la cinétique d'hydratation

- Impact du dosage en éther sur le degré d'avancement par ATG

La Figure 29 présente l'évolution des dérivées de perte en masse (DTG) à différentes échéances pour les mortiers composés de 0,1, 0,3 et 0,4 % d'éther de cellulose. Trois décompositions peuvent ainsi être clairement identifiées : l'évaporation de l'eau libre et liée (~100°C) ; la décomposition de la Portlandite (~400°C) ; la décomposition de la calcite (~700°C). L'ampleur de ces pics et leur étalement traduit qualitativement la proportion de ces différents composés dans le matériau.

Le ciment anhydre est pris comme référence des matériaux avant leur hydratation. On remarque la présence d'humidité dans la poudre anhydre. Cependant, aucun pic notable de Portlandite n'a été détecté. Si une hydratation du ciment préalable aux essais existe, celle-ci peut être négligée. On remarque d'autre part la présence d'un pic prononcé de calcite. La fiche technique du ciment indique la présence de calcaire (3,2% du pourcentage massique).

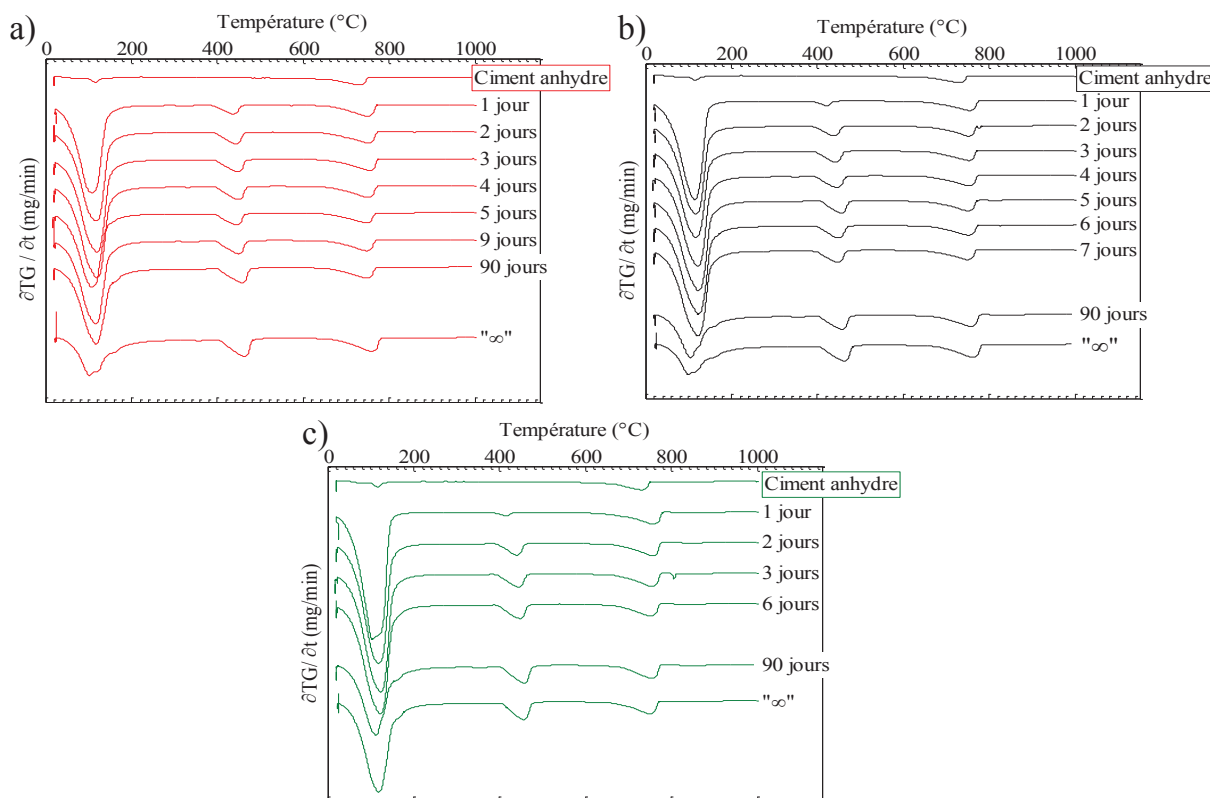


Figure 29 Evolution des DTG au cours de l'hydratation pour les mortiers EC0,1%(a), EC0,3%(b) et EC0,4%(c)

Dans le cas des matériaux modifiés avec 0,1 et 0,3% d'éther de cellulose, on remarque un affaissement du premier pics d'évaporation d'eau pour les échéances à 90 et 180 jours (noté "∞"). A contrario, dans le cas du mortier modifié avec 0,4% d'éther, ce pic reste relativement constant même pour les échéances les plus tardives. Ces différences ne semblent pas liées à un effet quelconque des éthers de cellulose, mais à un problème de conditionnement des deux premières compositions sur le long terme. La remise en place de la protection des éprouvettes après le prélèvement des échantillons au jeune âge est à mettre en cause.

En supposant que la carbonatation de ces matériaux est négligeable, la masse de $CaCO_3$ est un marqueur de la masse de ciment dans l'échantillon. Le rapport entre la masse de Portlandite et de calcite $m_{Ca(OH)_2} / m_{CaCO_3}$ traduit donc l'état avancement de l'hydratation du ciment. La Figure 30 présente son évolution pour les trois compositions. L'augmentation de la quantité d'éther de cellulose semble retarder la précipitation de Portlandite. Cet effet retard est particulièrement visible un jour après le gâchage, où la masse de Portlandite pour EC0,4% est environ quatre fois moins importante que pour EC0,1% et deux fois moins importante que pour EC0,3%.

La création de Portlandite semble dans un second temps s'accélérer pour les dosages les plus importants. Les quantités de Portlandite mesurées sur les trois compositions se rejoignent et atteignent un palier aux alentours de 5 à 6 jours après le gâchage. Il semblerait donc qu'à partir de ces échéances, la majorité des réactions d'hydratation se soit produite. Le taux d'éther de cellulose, s'il modifie la cinétique d'hydratation des matériaux, ne semble pas en revanche modifier notablement la quantité de Portlandite à long terme, ce qui corrobore les résultats d'Omikrine-Metalssi (Omikrine-Metalssi, 2006).

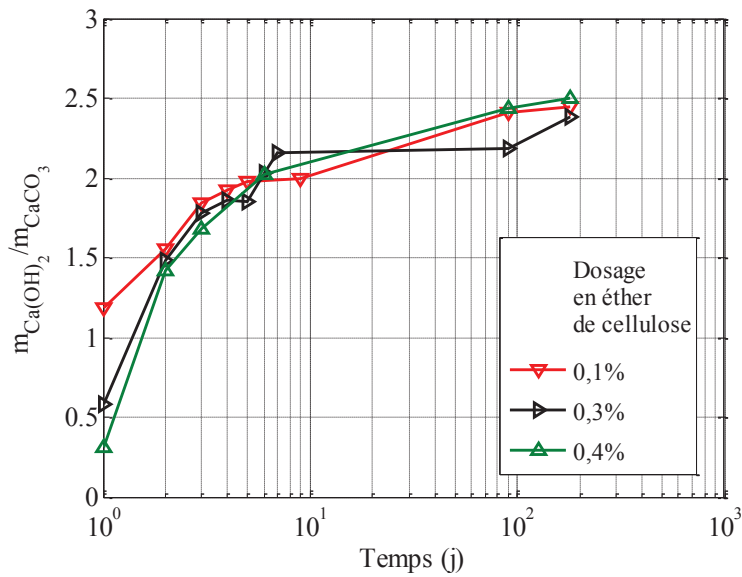


Figure 30 Evolution du rapport masse de Portlandite sur masse de calcite au cours du temps

- Comparaison entre ATG et calorimétrie semi-adiabatique

La détermination du degré d'avancement par calorimétrie souffre des nombreuses hypothèses concernant l'impact de la température sur la cinétique d'hydratation (par exemple : nécessité de connaître l'énergie d'activation). Cette assertion est d'autant plus vraie dans le cas de nos matériaux, pour lesquels l'influence des éthers de cellulose est encore mal connue. Afin de vérifier si les cinétiques d'hydratation mesurées par calorimétrie semi-adiabatique sont valides, nous avons comparé les résultats obtenus par cette méthode avec ceux obtenus par ATG.

Le degré d'avancement par ATG est calculé au moyen de l'équation **(1-13)**. L'hydratation est considérée comme terminée 180 jours après le décoffrage. Le rapport de la masse de Portlandite sur la masse de calcite à cette échéance est donc considéré comme égal à la valeur ultime $\frac{m_{CH}}{m_{CaCO_3}}(\infty)$.

La mesure du degré d'avancement par calorimétrie semi-adiabatique est menée suivant la procédure présentée au paragraphe 2.2.2.1. Afin de pouvoir comparer les deux dispositifs de mesure, la cinétique d'hydratation des matériaux déterminée au moyen des essais semi-adiabatiques est rapportée sur une échelle de temps représentative des conditions de température dans lesquelles ont été menés les essais thermogravimétriques en utilisant le concept de temps équivalent.

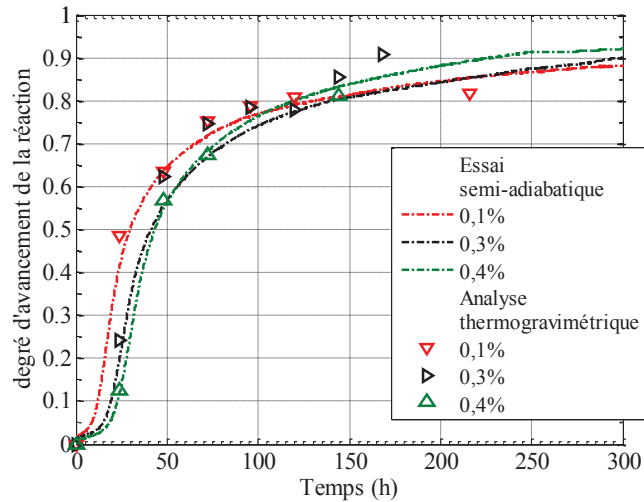


Figure 31 Comparaison de l'évolution du degré d'avancement obtenu par les essais d'ATG et par les essais semi adiabatiques (utilisation pour ce dernier du concept de temps équivalent)

La Figure 31 rapporte les cinétiques d'hydratation obtenues par les deux méthodes. On remarque une légère divergence des résultats obtenus par les deux méthodes pour le mortier EC0,4% à long terme. Les essais semi-adiabatiques sont à mettre en cause. Une chute abrupte et durable de la température extérieure (1,5°C pendant 1 jour) a accéléré la déperdition de chaleur dans le calorimètre surestimant sa vitesse d'hydratation. Ceci explique le fait que la courbe pour cette composition dépasse celles obtenues pour EC0,1% et EC0,3% après 50 heures. Les essais d'ATG menés sur EC0,4% semble montrer au contraire que le degré d'avancement d'hydratation de ce matériau à 6 jours est très proche de celui des deux autres compositions. On remarque également une légère divergence pour EC0,3%. Dans ce cas, les essais ATG sont à mettre en cause. Le mauvais conditionnement des éprouvettes pour cette composition a conduit à un ralentissement de l'hydratation. Le rapport $\frac{m_{CH}}{m_{CaCO_3}}(\infty)$ est donc légèrement sous-évalué conduisant à une surévaluation de la cinétique d'hydratation de cette composition par cette méthode. Malgré ces divergences, les cinétiques d'hydratation obtenues par les deux moyens de mesure sont tout de même proche (Figure 32). Nous en tirons la même conclusion : l'augmentation du taux d'éther de cellulose retarde l'initiation de l'hydratation (Omikrine-Metalssi, 2006).

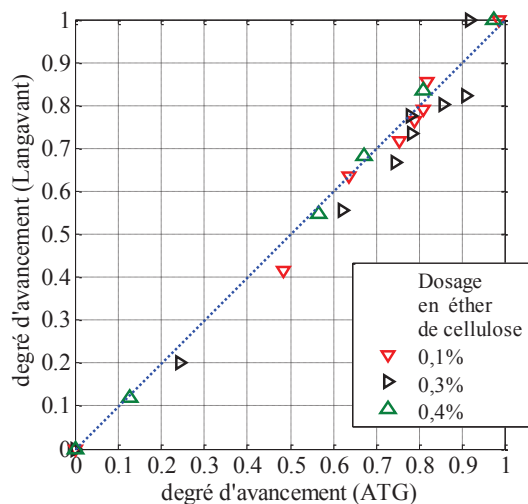


Figure 32 Comparaison des résultats obtenues par ATG et par des essais semi adiabatiques

L'avantage des essais semi-adiabatiques est de permettre des mesures en continu. On peut, de fait, identifier le début de prise de nos matériaux et ainsi quantifier le retard d'initiation d'hydratation suivant le taux d'EC (Figure 33). Ce retard initial est rapidement comblé par une accélération de l'hydratation. Ainsi 7 jours après le coulage (168 h), les degrés d'avancement d'hydratation pour EC0,1% et EC0,3% sont quasi identiques (Figure 31). Les essais ATG menés sur EC0,4% montrent qu'il en est de même pour cette composition.

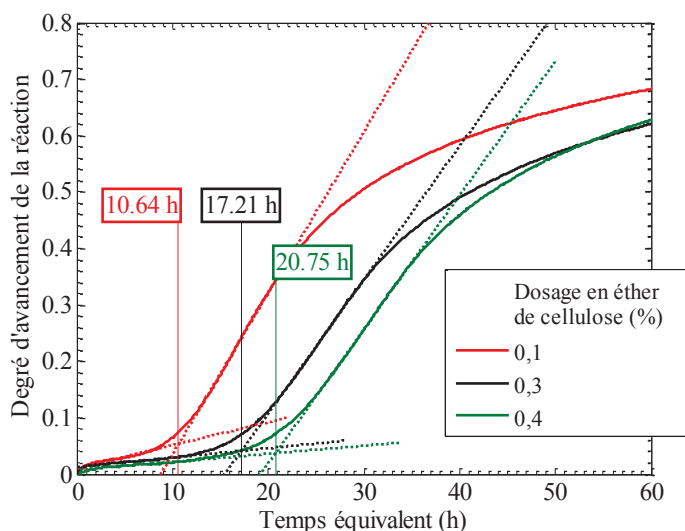


Figure 33 Augmentation du temps de prise avec l'augmentation du dosage en éther de cellulose

Le Tableau 7 résume ces observations. Les degrés d'avancement d'hydratation obtenus par calorimétrie semi adiabatique sont fournis pour les trois échéances à partir desquels les matériaux seront soumis au séchage (les résultats pour EC0,4% sont en rouge en raison de l'imprécision des mesures pour cette composition).

Tableau 7 Degrés d'avancement de l'hydratation déterminés par calorimétrie semi adiabatique

Échéance de décoffrage (j)	Degré d'avancement			
	EC0,1%	EC0,3%	EC0,4%	EC0,11%
1	0,5	0,3	<i>0,12</i>	0,13
3	0,75	0,72	<i>0,73</i>	0,48
7	0,86	0,85	<i>0,89</i>	0,85

2.2.4. Synthèse

Deux moyens de mesure ont été utilisés pour caractériser la cinétique d'hydratation des mortiers modifiés par ajout d'éther de cellulose et l'influence de son dosage. La calorimétrie semi-adiabatique et l'analyse thermogravimétrique nous conduisent aux mêmes conclusions :

- L'ajout des éthers de cellulose entraîne dans les 24 heures suivant la fabrication un retard d'hydratation, croissant avec le dosage en éther.
- Ce retard d'hydratation provoque une augmentation du temps de début de prise (déterminé par calorimétrie).

-
- Malgré ce retard initial, l'hydratation s'accélère pour conduire à des degrés d'avancement égaux environ 3 jours après le gâchage.
 - A long terme, la quantité de Portlandite déterminée par ATG ramenée à la masse de ciment est du même ordre quel que soit le dosage en éther. On en déduit que le degré d'hydratation ultime n'est pas affecté par l'éther de cellulose, sur la plage testée 0,1 à 0,4%.

Pour un même mortier, le degré d'avancement d'hydratation est très différent aux trois échéances qui ont été choisies pour étudier l'influence du temps de décoffrage (1, 3 et 7 jours). En revanche, pour une même échéance, les mortiers EC0,1%, EC0,3% et EC0,4% présentent des degrés d'avancement d'hydratation très proches dès la deuxième échéance (3 jours). Notons aussi que le mortier EC0,11% présente des degrés d'avancement à ces échéances plus faibles que les autres mortiers (Tableau 5).

2.3. Etude du séchage et de son impact sur l'hydratation et la porosité

2.3.1. Objectifs et démarche

Le séchage d'un matériau cimentaire au jeune âge conduit, même pour des humidités relatives élevées, à un ralentissement de la cinétique d'hydratation du matériau. Snyder et Bentz (Snyder, et al., 2004) ont ainsi comparé par DSC le degré d'hydratation de pâtes de ciment conservées en conditions endogènes à celui d'éprouvettes du même matériau ayant été placées, à différentes échéances, à une H.R. de 90 %. Leur travail montre que le séchage retarde notablement le développement des matériaux, ce qui les amène à prescrire des temps de décoffrage minimums pour les différentes pâtes de ciment testées. Des résultats similaires ont été obtenus sur des pâtes ciment par Gerstig et Wädso (Gerstig, et al., 2010) à partir d'un dispositif de calorimétrie isotherme. Ce ralentissement est principalement dû à un départ de l'eau interstitielle nécessaire aux réactions d'hydratation.

En limitant l'hydratation, le séchage limite le développement de la matrice cimentaire et donc la réduction de la porosité favorisant par effet d'entraînement le transfert hydrique. Des essais de pertes en masse ont été donc menés pour différents temps de cure afin de pouvoir identifier la cinétique de séchage et l'impact du développement de la porosité sur les propriétés de transfert. Afin de nous éclairer sur ce dernier point, des mesures de porosité accessible à l'eau ont été menées au terme des expériences de pertes en masse. Le séchage étant un processus anisotrope (plus précoce en peau qu'en cœur), la géométrie des éprouvettes a été optimisée afin de reproduire celle d'une couche d'enduit placé sur un support.

Cette campagne expérimentale avait également pour objectif de mieux appréhender l'impact des éthers de cellulose sur la cinétique de séchage. En effet les éthers étant considérés comme des rétenteurs d'eau, on peut s'interroger sur leur capacité à freiner le transfert de l'eau interstitielle à travers du réseau poreux. D'autre part, comme nous l'avons vu (section 2.1.4), l'augmentation du taux d'éther favorise la quantité d'air occlus dans le matériau à l'état frais.

Dans la plupart de nos essais (retrait, adhérence, etc.), l'H.R. auquel notre matériau est soumis est relativement faible (H.R. = 60%). Des essais ont été donc menés afin de savoir dans quelle mesure le séchage conduisait à une limitation ou un arrêt du développement du matériau. Des essais

thermogravimétriques successifs ont été ainsi réalisés afin de comparer l'évolution de différentes phases minérales du matériau en présence, ou non, de séchage.

2.3.2. Protocoles expérimentaux

2.3.2.1. Détermination de la cinétique de séchage par suivi de masse

Les matériaux sont coulés dans des moules 2×4×16 cm. Les moules sont enrobés dans des films de polyane afin de prévenir tout risque de séchage et placés dans une salle contrôlée en température (23°C±2°C). Des éprouvettes sont décoffrées à 1, 3 et 7 jours. Les faces latérales de ces parallélépipèdes sont recouvertes de papier aluminium adhésif. Seules les deux faces opposées 4×16 cm sont ainsi libre de sécher. Cette méthode de conditionnement est similaire à celle employée par Monge (Monge, 2007). En supposant que les échanges avec le support sont négligeables, cette géométrie de séchage est donc théoriquement similaire à celle d'un enduit de 1 cm d'épaisseur placé sur un mur (Figure 34).

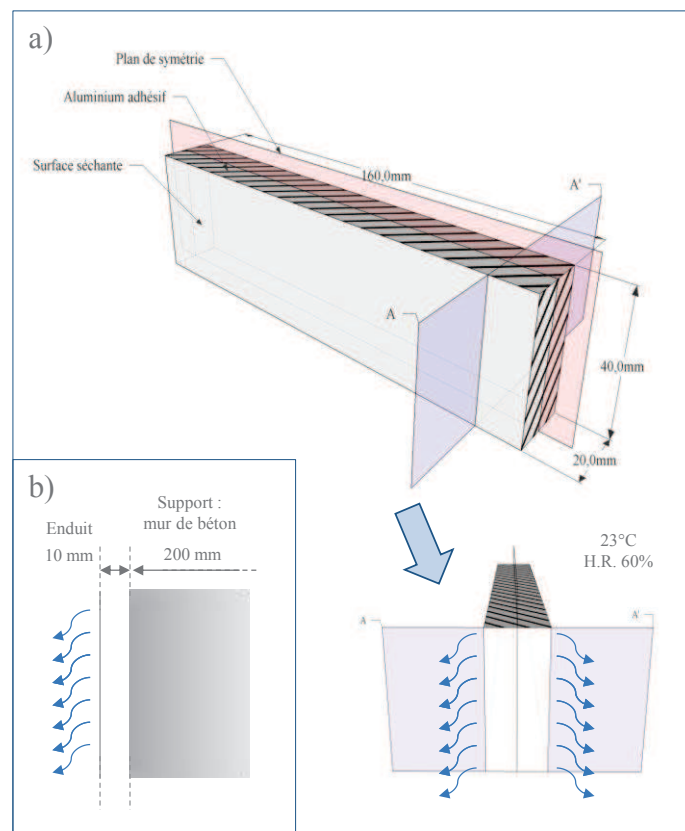


Figure 34 Protection d'une éprouvette 2×4×16 (a) afin de reproduire la géométrie de séchage d'un enduit sur un mur (b)

Après décoffrage, les éprouvettes sont placées dans une salle contrôlée en température (23±2°C) et en humidité (HR = 60±5%). Ces conditions de conservation sont identiques à celles utilisées pour les essais de retrait restreint et d'adhérence (cf. chapitre 4 et 5). Les échantillons sont pesés régulièrement. La perte en masse à un instant t est calculée comme suit :

$$pm(t) = \frac{(m_0 - m(t))}{m_0} \cdot 100 \quad (0-15)$$

Avec : $pm(t)$ la perte en masse à l'instant t (%) ; $m(t)$, et m_0 les masses de l'éprouvette respectivement au décoffrage et à l'instant t .

2.3.2.2. Etude de l'impact du séchage sur l'hydratation du ciment par ATG

Pour évaluer l'impact du séchage sur l'hydratation, une campagne d'essais par ATG a été menée sur le mortier ECO,11%.

La cinétique d'hydratation du mortier en conditions endogènes a été déterminée en suivant le protocole présenté au paragraphe 0. Pour rappel, les échantillons testés sont prélevés sur une éprouvette 2x4x16 cm protégée de la dessiccation par un film de polyane et une couche d'aluminium adhésif dans une enceinte contrôlée en température (23°C). L'hydratation se produisant de manière homogène dans l'ensemble du volume de l'éprouvette, la localisation du prélèvement de l'échantillon importe peu.

Afin d'étudier l'impact du séchage, des éprouvettes 2x4x16 cm du même matériau ont été conservées suivant le même protocole puis décoffrées à l'âge de 1 jour ou de 7 jours. Après décoffrage, les éprouvettes ont été placées dans une enceinte contrôlée en humidité et en température (H.R. 60% et 23°C). Afin de reproduire la géométrie de séchage d'une couche de mortier placée sur un support, seules les surfaces 4x16 cm sont soumises au séchage (cf. Figure 34). Le séchage du matériau s'effectuant plus rapidement en surface qu'en cœur, celui-ci va limiter plus rapidement l'hydratation en peau et entraîner le développement d'un gradient d'hydratation dans le matériau. L'impact du séchage n'étant pas identique sur l'ensemble de l'éprouvette, mener une étude comparative nécessite des essais ATG sur une tranche perpendiculaire au gradient hydrique d'épaisseur fixe à chaque essai. Les essais ont été réalisés sur des tranches de 5 mm d'épaisseur prélevées en bordure de la surface externe de l'éprouvette (Figure 35).

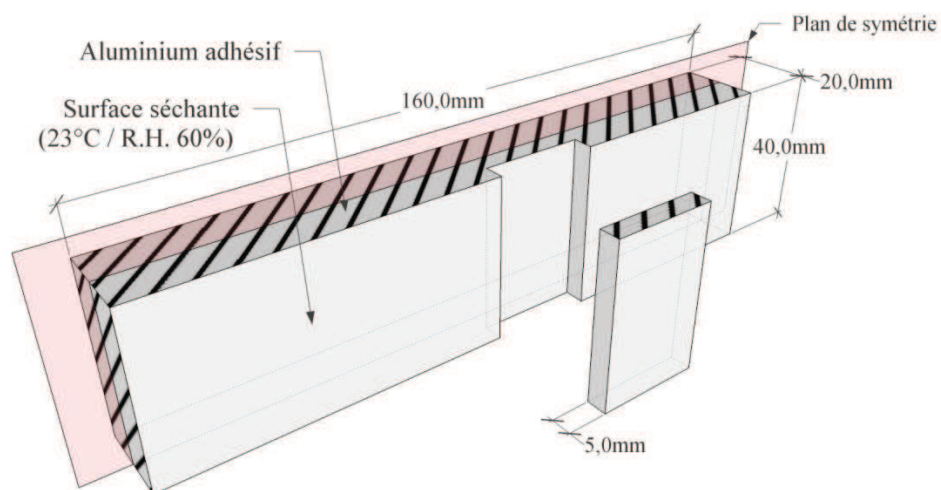


Figure 35 Localisation du prélèvement pour ATG d'un échantillon d'épaisseur 5 mm dans une éprouvette 2x4x16 cm soumise au séchage

2.3.2.3. Porosité accessible à l'eau

Notre objectif est ici de déterminer la porosité des mortiers et d'évaluer l'influence du temps de décoffrage et du dosage en éther sur ce paramètre.

Les essais de détermination de la porosité sont réalisés sur des mortiers décoffrés à l'âge de 1, 3 et 7 jours. Les essais sont menés 30 jours après le gâchage des matériaux sur des tranches de 5 mm d'épaisseur prélevées sur les éprouvettes 2x4x16 cm comme indiqué sur la Figure 36. En limitant l'hydratation, le gradient hydrique dans le matériau se produisant lors du séchage conduit à la création d'un gradient de porosité entre la peau et le cœur des échantillons. En réalisant nos essais sur des tranches parallèles au gradient hydrique, nous obtenons donc une valeur moyenne de la porosité de ces sections.

Les mesures de porosité à l'eau sont réalisées en se basant sur le mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM (AFPC, 1997). Les échantillons sont placés dans un dessiccateur dans lesquels ils sont saturés en eau sous vide. Cette étape du protocole est bien sûr critiquable. En effet, la saturation en eau étant effectuée durant au minimum 20 heures, elle conduit certainement à une réhydratation du matériau et donc à une modification de sa porosité.

Après saturation sous vide, une pesée hydrostatique des échantillons est réalisée afin d'obtenir leur masse « saturée » (m_{eau}). Les éprouvettes sont ensuite pesées à l'air libre (m_{air}) puis sont placées dans un four à 105°C durant 24 heures, afin d'évaporer l'ensemble de l'eau libre contenue dans le matériau. Une pesée des échantillons permet enfin d'obtenir la masse du matériau sec (m_{sec}). En appliquant le principe d'Archimède, on est alors en mesure de déterminer le pourcentage de porosité accessible à l'eau :

$$\phi_{eau} = \frac{m_{air} - m_{sec}}{m_{air} - m_{eau}} \cdot 100 \quad (0-16)$$

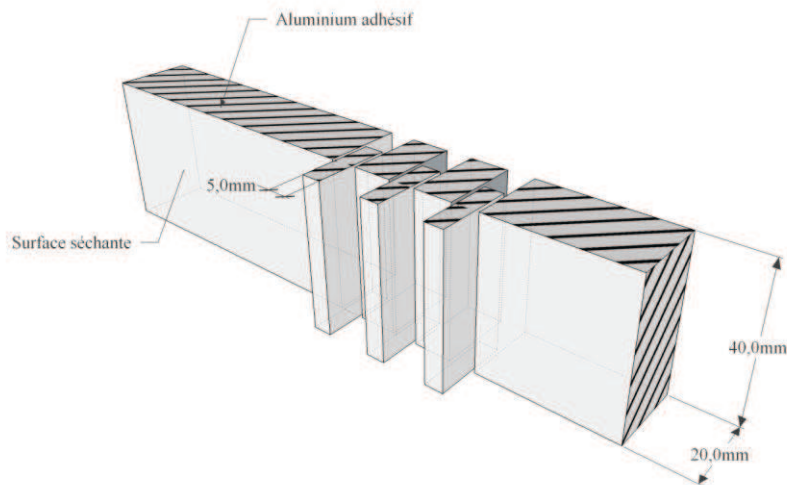


Figure 36 Prélèvement des échantillons pour les essais de porosité

2.3.3. Résultats et discussion sur le mortier EC0,11%

2.3.3.1. Cinétique de séchage

La Figure 37 donne l'évolution de la perte en masse obtenue pour les trois échéances de décoffrage (1, 3 et 7 jours).

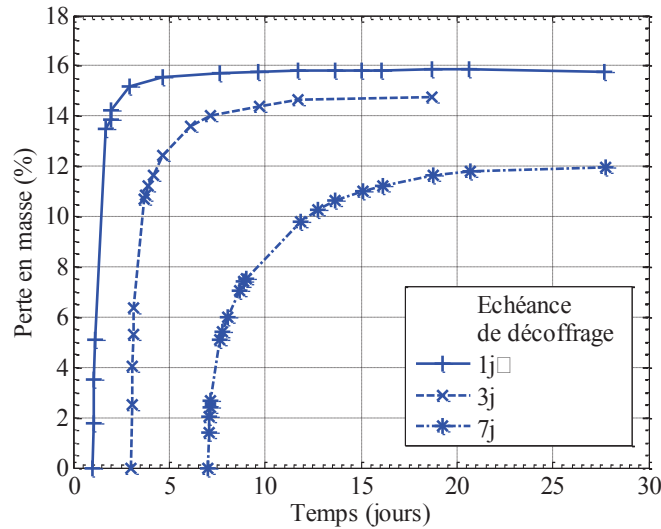


Figure 37 Perte en masse du mortier EC0,11% pour différents temps de décoffrage (1, 3 et 7 jours)

On remarque que plus le temps de décoffrage est précoce, plus la perte en masse finale (après 20 jours) est importante. Comme nous l'avons précédemment vu dans la section traitant des isothermes d'adsorption, un séchage à une H.R. de 60% conduit principalement à un départ de l'eau initialement condensée dans la structure poreuse du matériau. La perte en masse conduisant à l'équilibre hydrique à H.R. = 60 % traduit donc principalement le départ de l'eau libre du matériau. La diminution de la perte en masse induite par l'augmentation du temps de conservation correspond à la diminution de la quantité d'eau libre dans le matériau, qui est consommée peu à peu par l'hydratation. Cette diminution traduit aussi la limitation de l'hydratation du ciment par le séchage.

D'autre part, plus le matériau est décoffré tard, plus la stabilisation de la perte en masse est lente. En effet, plus le décoffrage est tardif, plus le squelette solide est dense, plus la tortuosité du matériau augmente et plus l'équilibre hydrique avec l'extérieur est difficile à atteindre. Il est à noter que le séchage du matériau étant plus précoce en surface qu'en cœur, la densification du squelette solide limite plus rapidement l'hydratation en peau induisant de fait un gradient de phase hydratée en fonction de la distance à la surface.

En conséquence, l'augmentation du temps de décoffrage induisant une densification du matériau, il accroît l'amplitude de ce gradient de phase hydratée. Ce mécanisme non-linéaire concourt aux différences notables de cinétique observées entre les différents temps de décoffrage.

2.3.3.2. Impact du séchage sur l'évolution de l'hydratation

L'un de nos objectifs ici est de déterminer la capacité des éthers de cellulose, en tant que rétenteur d'eau, à limiter l'effet du séchage du matériau sur l'hydratation du ciment. Ainsi, il est probable que, dans le cas d'un décoffrage à 1 jour des éprouvettes 2x4x16 cm, l'agrégation des molécules d'éther de cellulose maintiennent suffisamment d'eau libre dans le matériau pour que les réactions d'hydratation se poursuivent rapidement et permettent un développement de la matrice cimentaire équivalent à celui du matériau maintenu en conditions endogènes. Ce mécanisme est d'autant plus plausible que la diminution de la quantité d'eau induite par le séchage favorise la concentration d'éther dans l'eau interstitielle et donc sa propension à conserver l'eau dans le réseau poreux.

La Figure 38 présente l'évolution des courbes de DTG obtenues dans trois cas de conditionnement : endogène, décoffrages à 1 et 7 jours. L'échéance du test est indiquée à droite de chacune des courbes, l'échéance de référence étant le gâchage du matériau.

Dans le cas du matériau décoffré à 1 et 7 jours, on remarque que les courbes obtenues lors du décoffrage sont similaires à celles obtenues pour les mêmes échéances en conditions endogènes. Le développement du matériau lorsque celui-ci est protégé de la dessiccation est donc quasi identique dans les trois types d'essai, condition nécessaire à notre étude comparative.

- Vaporisation de l'eau contenue dans le matériau

Le rapport E/C de nos matériaux est très élevé. Le pic lié à l'évaporation de l'eau libre (~100°C) est donc fort prononcé et conduit à masquer le pic d'eau chimiquement liée aux C-S-H. Dans le cas des essais en conditions endogènes, l'amplitude de ce pic ne semble pas évoluer notablement au cours du temps.

Dans le cas du matériau décoffré à 1 jour, on remarque un jour après le décoffrage, la disparition de l'imposant pic de évaporation de l'eau libre au profit d'un pic relativement faible centré autour de 100°C et d'un plateau jusqu'à 140°C qui à la suite diminue lentement jusqu'à environ 200°C (particulièrement visible pour 2 et 5 jours). Après la première journée de séchage, aucune modification notable des courbes n'est observable pour les échéances suivantes.

Dans le cas du matériau décoffré à 7 jours, bien que prononcé comme pic d'eau libre, sa disparition semble plus lente. Ainsi, au cours des cinq jours suivant le décoffrage, on observe l'apparition progressive de trois pics, l'un centré aux alentours de 140°C, un deuxième centré aux alentours de 100°C, et un troisième centré aux alentours de 80°C qui décroît progressivement au fur et à mesure des échéances de séchage.

Dans le cas du décoffrage à 1 jour et 7 jours, la décomposition se produisant aux alentours de 140°C est probablement à associer à l'évaporation de l'eau chimiquement liée aux C-S-H. Il est à noter que La température à laquelle se produit cette décomposition ne fait pas consensus. Diverses valeurs peuvent ainsi être trouvées dans la littérature : 140°C ((Schwiete, et al., 1968) cité par (Mounanga, 2003))/ 180-300°C (Alarcon-Ruiza, et al., 2005). L'hypothèse quant à la nature de cette décomposition semble crédible car avec le séchage qui limite l'hydratation du matériau, on observe une quantité plus importante de C-S-H dans le cas où le matériau est décoffré plus tardivement.

Le pic de décomposition à 80°C observé dans le cas du matériau décoffré à 7 jours qui diminue progressivement au cours du séchage, est probablement lié à l'évaporation de l'eau libre contenue dans le matériau. Cette interprétation expliquerait l'absence de ce pic dans le cas du matériau décoffré à 1 jour. En effet, la cinétique de séchage étant brutale pour cette échéance, la quantité d'eau libre dans le matériau est rapidement quasi-nulle. A contrario dans le cas du matériau décoffré à 7 jours, la cinétique de séchage observée est relativement lente. La quantité d'eau libre contenue dans le matériau serait donc encore relativement importante, même à proximité de la surface de l'éprouvette 2×4×16 cm.

Le pic de décomposition à 100°C observé pour les deux échéances de décoffrage pourrait être dû à l'évaporation de l'eau physiquement adsorbée à la surface du solide. En raison des liens plus importants existant entre ces molécules d'eau et le squelette solide, l'énergie nécessaire à leur évaporation serait plus importante. Cette décomposition ne pourrait en conséquence se produire qu'à une température 100°C. Ceci expliquerait la présence de deux pics dans le cas du matériau décoffré à 7 jours.

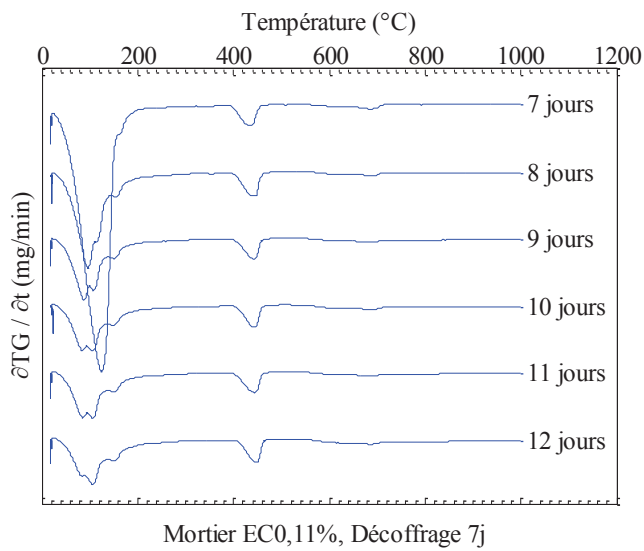
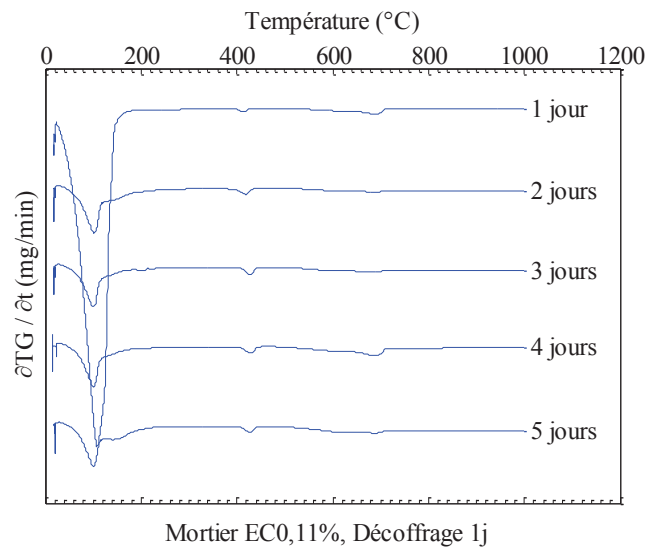
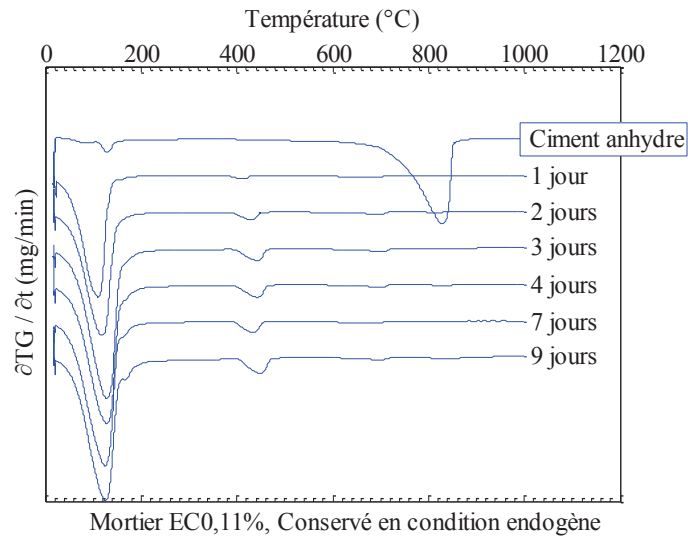


Figure 38 Evolution des DTG au cours de l'hydratation pour le mortier EC0,11% en fonction du temps de décoffrage

- Décomposition de la Portlandite

En conditions endogènes, on observe l'accroissement du pic lié à la décomposition de la Portlandite ($\sim 400^\circ\text{C}$) en fonction du temps. Ceci traduit l'évolution non restreinte de l'hydratation du matériau. Dans le cas du décoffrage à 1 jour et 7 jours, il semble que l'ampleur de ce pic reste identique à celui observé un jour après le décoffrage.

Pour chaque essai, on détermine la quantité de Portlandite, représentative de l'état d'hydratation du ciment. Il est cependant nécessaire de rapporter cette masse à la quantité de ciment initialement présente dans l'échantillon. Nous utilisons, comme décrit au paragraphe 0, la quantité de calcite présente dans l'échantillon comme marqueur du ciment. Nous supposons que la carbonatation de nos matériaux après décoffrage est très lente par comparaison à la durée de nos essais. La Figure 39 rapporte l'évolution du ratio de la masse de Portlandite sur la masse de calcite présente dans l'échantillon pour les trois conditionnements testés.

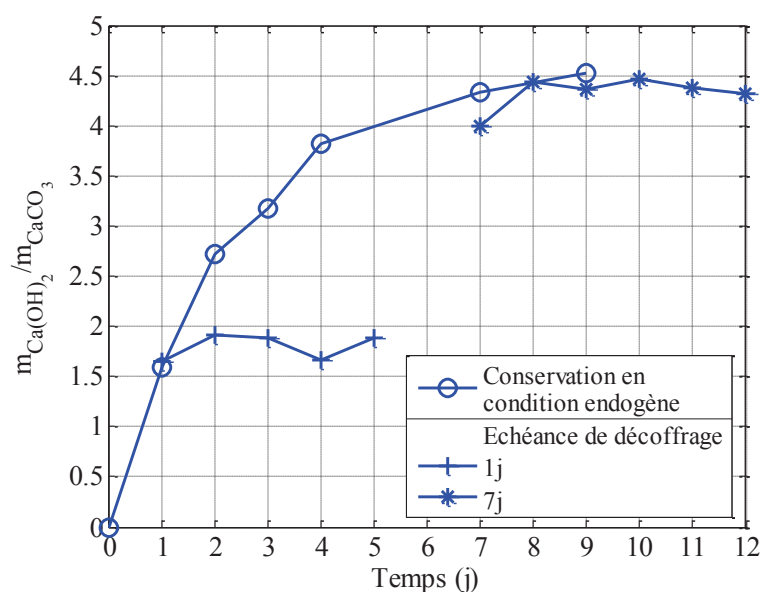


Figure 39 Evolution du ratio entre masse de la Portlandite créée et masse de calcite dans le matériau en fonction du conditionnement auquel est soumis le matériau

Dans le cas du matériau en conditions endogènes, on remarque une progression nette de ce ratio au cours du temps. A contrario, dans le cas du matériau décoffré à 1 jour, on observe une stabilisation de ce ratio autour 1,8. Cette courbe indique l'arrêt brutal de l'hydratation après le décoffrage.

Dans le cas du matériau décoffré à 7 jours, l'analyse du développement de ce ratio est plus difficile principalement en raison de l'absence de résultat quant à l'évolution de ce ratio en conditions endogènes à plus longue échéance. Le matériau étant décoffré plus tardivement, la vitesse de précipitation de la Portlandite est moins importante dans le cas endogène. Le développement optimum du matériau étant quasiment atteint, l'effet du séchage sur une limitation de l'hydratation est en conséquence moins prégnant. Il est donc difficile d'observer un possible impact de la densification du squelette solide sur la limitation de la perméation de l'eau libre et les conséquences de ce phénomène sur l'hydratation du matériau.

Les mesures du ratio Portlandite sur calcite réalisées sur les matériaux séchant sont, contrairement au matériau conservé en conditions endogènes, relativement dispersées. Ceci est probablement le fait de la variabilité de l'épaisseur de l'échantillon lors de leur prélèvement sur les éprouvettes $2 \times 4 \times 16$ cm. L'éprouvette n'étant plus homogène comme dans le cas de la conservation en endogène,

cela conduit à une dispersion des résultats. Cette dispersion pourrait être également due au choix de la masse de calcite comme indicateur de la masse de ciment. A l'instar des travaux de Thiery (Thiery, 2005), une alternative aurait été d'effectuer des analyses chimiques complémentaires des échantillons testés (par exemple dosage de l'oxyde Al_2O_3 , traceur de la quantité de ciment initiale, après mise en solution du mortier grâce à l'acide nitrique).

2.3.3.3. Porosité accessible à l'eau

La Figure 40 donne les résultats des mesures de porosité accessible à l'eau réalisées pour les trois matériaux 30 jours après le gâchage pour les trois échéances de décoffrages testées. Il est remarqué que la dispersion des mesures pour une même échéance est relativement faible. En outre, ces résultats confirment les observations réalisées à partir des évolutions de perte en masse, à savoir une diminution de la porosité globale avec l'accroissement de la durée de conservation du matériau en conditions endogènes.

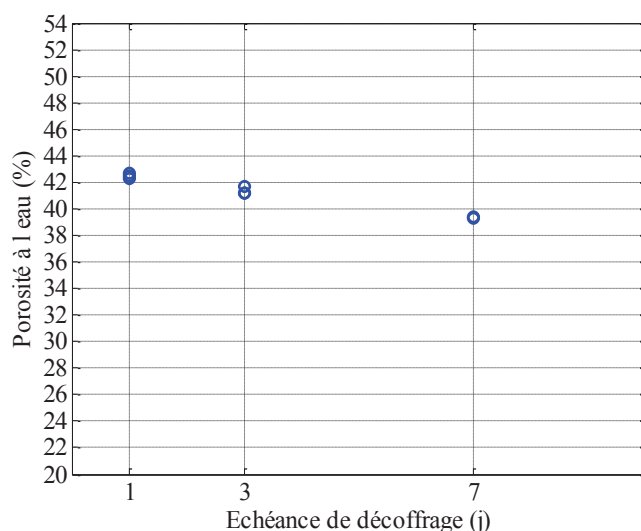


Figure 40 Porosités accessibles à l'eau mesurées sur les mortiers ECO,11%

2.3.4. Impact du dosage en éther de cellulose

2.3.4.1. Cinétique de séchage

A l'instar du mortier ECO,11%, des mesures de perte en masse d'éprouvettes 2×4×16 cm de mortier ECO,1%, ECO,3% et ECO,4% placées dans une enceinte contrôlée en humidité et en température (60% et 20°C) ont été réalisées pour trois échéances de décoffrage (1, 3 et 7 jours). Par souci de clarté, la Figure 41 ne rapporte la cinétique de séchage des matériaux que pour les échéances extrêmes (1 et 7 jours), sachant que les courbes pour l'échéance de 3 jours s'intercalent entre les courbes pour 1 et 7 jours.

On remarque que, comme présenté au paragraphe 2.3.3.1, pour un même matériau, plus le mortier est décoffré tardivement, plus la perte en masse finale est faible et plus la cinétique de séchage est lente. Ceci amène à supposer que, lors du décoffrage, le séchage conduit à une limitation rapide de la cinétique d'hydratation des mortiers et donc à une limitation de la densité du matériau.

L'augmentation du dosage en éther de cellulose conduit à l'obtention de cinétiques de séchage plus brutales. La stabilisation vers la masse à l'équilibre est ainsi plus rapidement atteinte, et ce quel que soit le temps de décoffrage. Ceci indique que le transfert de l'eau se fait de manière plus aisée dans

les matériaux fortement adjuvantés. Lors du séchage, l'action des éthers de cellulose en tant que rétenteur d'eau semble donc être limitée.

La détermination de la quantité d'eau globale d'eau pouvant être transférée jusqu'à atteindre l'équilibre hydrique avec l'H.R. extérieur est difficilement quantifiable car les mesures de perte en masse pour ces mortiers n'ont été réalisées que sur une semaine. Cependant, en extrapolant les cinétiques observées sur ces premiers jours, il semble que la perte de masse finale dans le cas du mortier EC0,1% est plus faible que dans le cas des mortiers EC0,3% et EC0,4%.

La comparaison des cinétiques de séchage des matériaux décoffrés à 1 jour est difficile car, du fait du retard d'hydratation induit par l'augmentation du pourcentage d'éther, le degré d'hydratation des matériaux est fortement distinct pour les trois compositions ($\alpha_{EC0,1\%}(1j) = 0,5$; $\alpha_{EC0,3\%}(1j) = 0,3$; $\alpha_{EC0,4\%}(1j) = 0,12$). Ainsi, dans le cas du mortier EC0,1%, l'évolution relativement lente de la perte en masse et la valeur asymptotique plus faible que les deux autres compositions peuvent être liées à une hydratation plus grande dans le cas de ce matériau. L'hydratation étant plus avancée, la quantité d'eau interstitielle ayant réagi est plus élevée et la quantité d'eau libre pouvant être transférée à l'extérieur est donc moins importante. De même, le squelette solide étant plus développé, le transport de l'eau interstitielle encore présente est alors plus difficile conduisant à une cinétique de séchage plus lente.

Dans le cas des éprouvettes décoffrées à 7 jours, les degrés d'avancement de l'hydratation sont quasi identiques au moment du décoffrage ($\alpha_{EC0,1\%}(7j) = 0,86$; $\alpha_{EC0,3\%}(7j) = 0,85$; $\alpha_{EC0,4\%}(7j) = 0,89$). Les divergences observées ne peuvent donc être mises au crédit de l'état d'avancement de la réaction. D'autre part, l'évolution de la quantité de Portlandite mesurée par ATG semble indiquer que l'ajout d'éther de cellulose n'influence pas la quantité d'hydrates formée. Les différences de cinétique de séchage observées entre les trois matériaux sont probablement liées à l'impact des éthers de cellulose sur leur structure poreuse. Comme nous le verrons dans la section suivante (2.3.4.2), les mortiers EC0,3 et EC0,4% sont plus poreux que le EC0,11%. La valeur asymptotique de la perte en masse observée dans le cas du mortier EC0,1% serait la conséquence d'un séchage plus lent et donc d'une limitation de l'hydratation moins brutale que pour les autres mortiers.

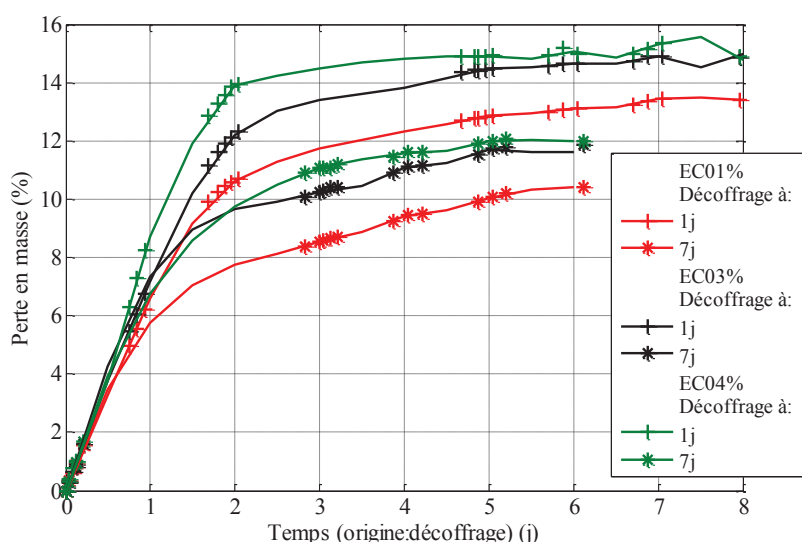


Figure 41 Evolution de la perte en masse des mortiers EC,01/EC0,3/EC0,4 pour différents temps de décoffrage

2.3.4.2. Porosité accessible à l'eau

Comme les mesures de porosité accessible à l'eau réalisées sur le mortier EC0,11%, les essais réalisés sur les mortier EC0,1%, EC0,3% et EC0,4%, indiquent la densification du squelette solide avec l'accroissement du temps de décoffrage (Figure 42)

D'autre part, on remarque que la porosité globale est d'autant plus prononcée que le dosage en éther de cellulose est important. Cette différence est principalement à attribuer à l'augmentation de la quantité d'air occlus induite par l'adjonction d'éther de cellulose. Pour s'en convaincre, nous déterminons la porosité du matériau à l'exclusion de ces bulles d'air (différence entre les deux porosités données dans le Tableau 5 et la Figure 42)

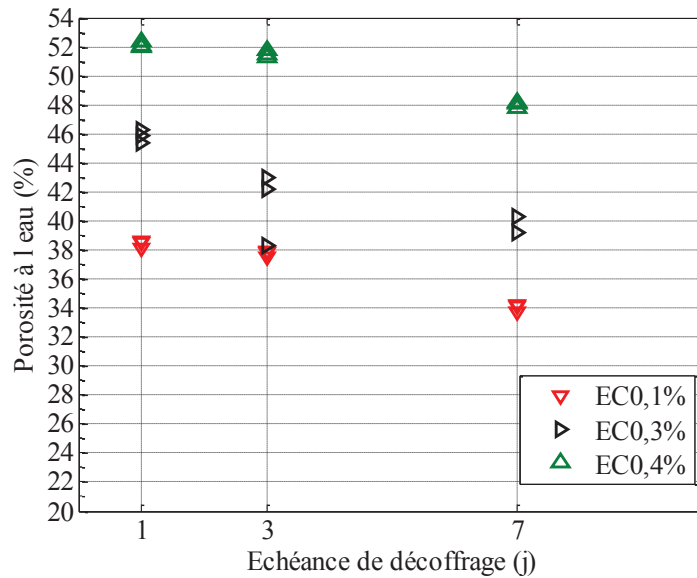


Figure 42 Porosité accessible à l'eau mesurée sur les mortiers EC0,1%, EC0,3% et EC0,4%

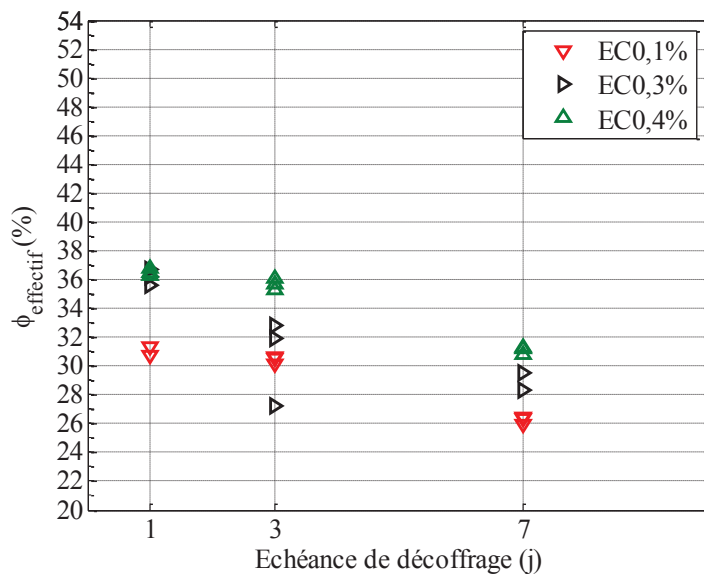


Figure 43 Evolution de la porosité du « mortier effectif » des matériaux EC0,1%, EC0,3% et EC0,4%

Il est fort probable qu'en raison de la « faible » H.R. interne aux bulles d'air entraîné, le développement de la matrice cimentaire ne se produit pas en leur sein. La diminution de la porosité globale associée à l'augmentation du temps de décoffrage serait donc à attribuer à une diminution de la porosité externe à ces bulles d'air. Sous cette hypothèse, nous déterminons l'évolution de la

porosité du mortier « effectif » ϕ_{eff} à partir des mesures de porosité accessible à l'eau ϕ_{eau} et d'air entrainé ϕ_{ocl} (cf. paragraphe 2.1.4) :

$$\phi_{eff} = \frac{V_{v_{eff}}}{V_{t_{eff}}} = \frac{V_{v_t} - V_{ocl}}{V_t - V_{ocl}} = \frac{\phi_{eau} - \phi_{ocl}}{1 - \phi_{ocl}} \quad (0-17)$$

Avec V_{v_t} le volume total de vide, $V_{v_{eff}}$ le volume des vides du mortier « effectif », V_{ocl} le volume d'air occlus et $V_{t_{eff}}$ le volume de mortier « effectif » contenu dans un volume de matériau V_t

L'évolution de cette porosité est tracée en fonction des échéances de décoffrage (Figure 43). Il est à remarquer que la porosité du mortier « effectif » est, contrairement à la porosité globale accessible à l'eau, relativement proche pour les trois compositions. Par exemple, pour le décoffrage à 7 jours, lorsque le dosage d'éther passe de 0,1 à 0,4%, la porosité globale passe de 34 à 48%, alors que la porosité effective passe de 26 à 31%.

Cela tend à confirmer que le rapport E/C (principale source de porosité) de ce mortier « effectif » est quasi identique pour les trois compositions testées. On note cependant que le mortier EC0,1% apparaît moins poreux que les mortiers EC0,3% et EC0,4%, et ce, quel que soit le temps de décoffrage. L'un des facteurs expliquant cette divergence est une hydratation plus complète du mortier avec 0,1% d'éther permise par une cinétique de séchage plus lente.

Un autre facteur explicatif peut être la présence d'un plus grand pourcentage de porosité fermée dans le cas du mortier faiblement adjuvanté.

La proximité de la porosité du mortier « effectif » pour les trois types de mortiers tend à souligner que le séchage brutal observé dans le cas des matériaux fortement adjuvantés n'est pas lié à ce type de porosité mais à la quantité d'air occlus. Suivant l'interprétation proposée par Pourchez (Pourchez, et al., 2010), leur dispersion dans le matériau créerait au sein du matériau un chemin préférentiel par lequel l'eau se diffuserait aisément conduisant à un séchage rapide du matériau. Suivant ce modèle, l'étape limitant le transfert d'eau est la propagation par perméation de l'eau au travers des pores capillaires. Pour un même volume, la quantité d'air entrainé étant plus importante dans le cas du mortier fortement adjuvanté, le volume de mortier « effectif » est en conséquence plus faible et le chemin à parcourir entre deux macropores est plus faible (Figure 44). Cette interprétation permet d'expliquer la stabilisation plus rapide de la perte en masse observée dans le cas des mortiers fortement adjuvantés

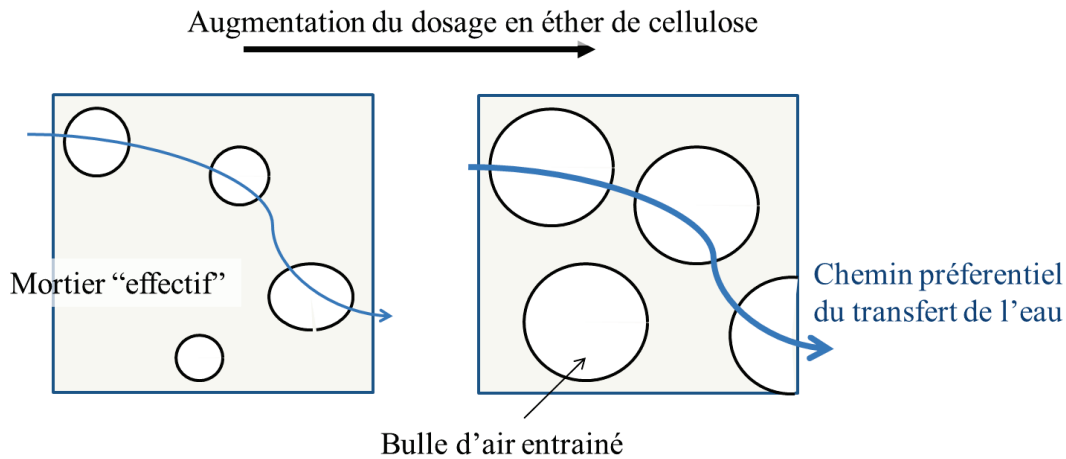


Figure 44 Réseau poreux caractéristique du mortier adjuvanté avec des MHPC et ses conséquences sur le transfert hydrique dans le matériau

2.3.5. Synthèse

Pour l'ensemble des matériaux testés, les mesures de perte en masse montrent que l'accroissement du temps de décoffrage ralentit la cinétique de séchage des éprouvettes. Ce résultat attendu est le fait de la densification du squelette solide et de la réduction de l'espace poreux lors de la période de cure (mesure de porosité accessible à l'eau). En outre, la célérité de la perte en masse lors d'un décoffrage précoce et le suivi de l'évolution de la quantité de portlandite par ATG dans le mortier ECO,11% révèle un fort ralentissement de l'hydratation dans le cas où les éprouvettes sont soumises au séchage (H.R. 60% /23°C). Les éthers de cellulose influent donc peu sur la conservation de l'eau interstitielle dans le milieu, ne permettant pas de compenser l'effet du séchage sur le ralentissement de l'hydratation.

En revanche l'adjonction des éthers de cellulose semble favoriser le séchage rapide des mortiers. Au vue des mesures de porosité accessible à l'eau et d'air entrainé, nous introduisons le concept de mortier « effectif » qui correspond au volume de mortier duquel est soustrait le volume d'air occlus. Les éthers de cellulose ne semblent pas influencer la porosité globale de ce mortier « effectif ». La cinétique de séchage des matériaux adjuvantés semble en conséquence être gouvernée par la quantité d'air occlus confirmant les interprétations proposées par Pourchez (Pourchez, et al., 2010).

2.4. Etude de l'isotherme d'adsorption de vapeur d'eau

2.4.1. Objectifs et démarche

Les mesures de porosité accessible à l'eau réalisées sur nos matériaux révèlent le faible impact du dosage en éther de cellulose sur la porosité effective du mortier. Afin de confirmer cette hypothèse, des essais d'isothermes à la vapeur d'eau sont conduits afin de caractériser la micro et la méso porosité de nos mortiers. A l'instar du chapitre précédent, ces essais sont conduits sur un même matériau ayant subi différents temps de cure afin de pouvoir observer l'impact de l'hydratation. De même, une étude comparative est menée entre les mortiers ECO,1%, ECO,3% et ECO,4% afin d'étudier l'impact des éthers de cellulose. Les courbes d'isothermes d'adsorption sont d'autre part des données primordiales pour réaliser une modélisation du transfert hydrique lors du séchage.

2.4.2. Adsorption de vapeur d'eau : théorie et caractérisation

2.4.2.1. Théorie de l'adsorption de vapeur d'eau

Avant de présenter les procédures expérimentales, il nous semble intéressant ici de commencer par présenter les mécanismes fondamentaux de l'adsorption de vapeur d'eau. Dans cette section, nous présentons également une étude comparative des moyens de mesure utilisés.

La vapeur d'eau en présence d'une phase solide interagit avec celle-ci pour former une pellicule dense de molécules d'eau à l'interface entre ces deux phases. Ce phénomène appelé adsorption est induit par deux types d'interaction distincts :

- *Adsorption chimique* : les molécules d'eau créent avec les molécules du solide des interactions interatomiques (liaison covalente, liaison ionique). De par leur nature, ces liaisons ne peuvent se produire que dans la zone de contact entre les deux phases. Une seule couche de molécule peut donc être créée. Ces liaisons sont dépendantes de la nature chimique du substrat. Dans le cas d'un solide hétérogène, elles ne sont possibles que dans des sites privilégiés. L'énergie de liaison de ces interactions est telle que cette adsorption n'est pas réversible à basse température (<100°C).
- *Adsorption physique* : le lien entre les molécules d'eau et la surface se fait au travers d'interactions intermoléculaires (interaction de type Van der Waals, pont hydrogène...). Du fait de la faible énergie de liaison de ces interactions, cette adsorption est réversible. Une faible augmentation de la température suffit à rompre ces liaisons. Ce type d'adsorption peut d'autre part conduire à la superposition de plusieurs couches de molécules d'eau. L'énergie de liaison décroissant en fonction de la distance à la surface solide, le nombre de molécules superposées est compris entre un et cinq. Une autre caractéristique de ce type d'adsorption est sa faible dépendance à la nature chimique du substrat.

A température constante, la quantité de molécules adsorbées est dépendante de la pression de vapeur d'eau. L'augmentation la densité de vapeur favorise la possibilité d'adsorption et de fait augmente le nombre de couches de molécules d'eau adsorbées. Il est à noter que le passage d'un état hydrique du solide à un autre n'est pas instantané. La phase transitoire entre ces deux états est liée à l'établissement d'une pression de vapeur constante à proximité de la surface solide.

Lorsque l'équilibre est atteint, la détermination de la teneur en eau du matériau permet d'identifier la quantité d'eau adsorbée. La courbe d'isotherme d'adsorption d'eau traduit la relation entre la pression de vapeur et la teneur en eau à l'équilibre. Les isothermes sont généralement exprimées en termes de pression relative ou humidité relative (H.R.) :

$$h = \frac{P}{P_0} \quad (0-18)$$

avec P la pression de vapeur et P_0 la pression de vapeur saturante

Dans le cas d'un solide homogène non poreux, l'isotherme d'adsorption permet d'observer un phénomène de stratification (Figure 45). L'augmentation de la pression conduit à l'empilement des couches d'eau adsorbées. Chaque palier correspondant à la création d'une couche supplémentaire.

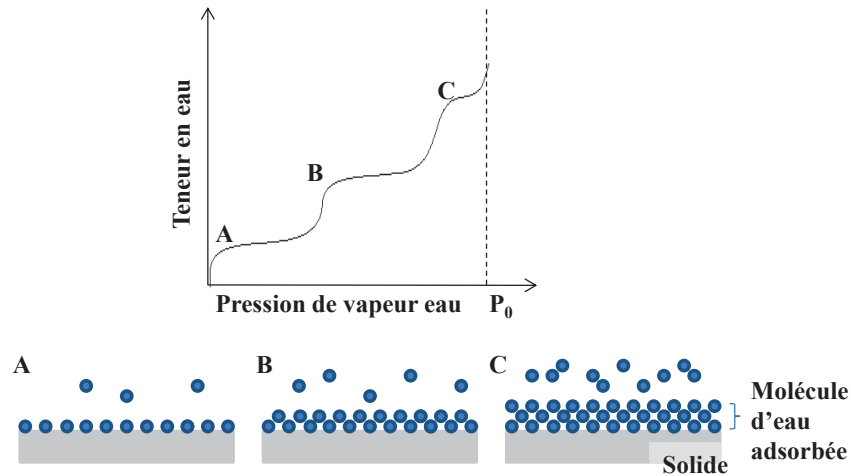


Figure 45 Représentation schématique de l'isotherme d'adsorption de l'eau à la surface d'un solide homogène non poreux (P_0 pression de vapeur saturante)

Dans le cas d'un solide poreux, le phénomène de condensation capillaire complexifie la forme des isothermes d'adsorption et donc leur interprétation. L'augmentation de la teneur en eau ne peut plus être uniquement imputée à l'augmentation de la quantité d'eau adsorbée. Lorsque la pression de vapeur est faible une seule couche de molécule d'eau est adsorbée sur les parois des pores (Figure 46 A). L'augmentation de la pression de vapeur induit une augmentation progressive des strates de molécules adsorbées contribuant à densifier le nombre de molécules d'eau dans l'espace inter-poreux (Figure 46 B). Lorsque la pression de vapeur d'eau atteint une valeur seuil (inférieure à la pression de vapeur saturante), ce confinement induit une transition gaz-liquide et l'espace inter-poreux est alors rempli massivement d'eau liquide. Un ménisque se forme à l'interface liquide/gaz aux extrémités du pore (Figure 46 C). La forme de l'isotherme d'adsorption découle de la distribution poreuse du matériau. La pression à laquelle se produit la condensation capillaire est dépendante de la dimension des pores. En assimilant les pores à des cylindres, la loi de Kelvin-Laplace permet de relier le rayon des pores à la pression de vapeur entraînant la condensation capillaire :

$$\ln \frac{P}{P_0} = - \frac{2 \cdot \sigma_{lv} \cdot M_{H_2O}}{r \cdot \rho_l \cdot RT} \cdot \cos(\theta) \quad (0-19)$$

Avec P la pression d'équilibre de la vapeur d'eau avec le liquide contenu dans le pore de rayon r (m); P_0 la pression de saturation de l'eau; θ l'angle de contact entre le liquide et la surface du pore; σ_{lv} la tension de surface entre les phases liquide et gazeuse ($N \cdot m^{-1}$); M_{H_2O} la masse moléculaire de l'eau ($g \cdot mol^{-1}$), ρ_l la masse volumique de l'eau liquide ($g \cdot m^{-3}$), R la constante des gaz parfaits ($N \cdot m \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$) et T la température (K).

Connaissant la distribution porale du matériau, cette loi permet d'identifier aisément le domaine de pression dans lequel se passe le phénomène de condensation capillaire. Il est cependant à noter que cette loi est une simplification de la réalité. D'une part, les pores ont une forme plus complexe que la géométrie cylindrique. D'autre part, elle ne prend pas en compte la diminution de l'espace poral induite par l'adsorption sur les parois des pores. Afin d'identifier précisément les domaines d'humidité relative dans lesquels a lieu la condensation capillaire et pouvoir ainsi réaliser une caractérisation précise du réseau poral à partir des isothermes d'adsorption, différents modèles ont été développés. Un des plus couramment employés est le modèle B.J.H. développé par Barrett (Barrett, et al., 1951) qui propose une correction du rayon des pores tenant compte de l'épaisseur des molécules adsorbées pour différentes H.R.

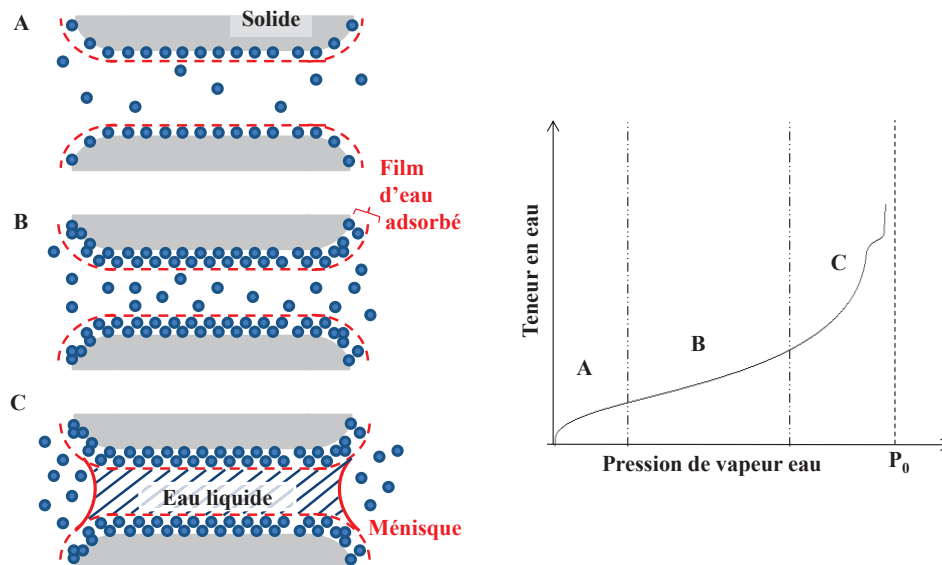


Figure 46 Représentation schématique de l'isotherme d'adsorption de l'eau dans un pore capillaire (A : adsorption monocouche/ B : adsorption multicouche / C : condensation capillaire puis saturation de l'ensemble du matériau)

2.4.2.2. Classification des isothermes

L'ampleur et la plage de pressions de trois phases A, B et C sont donc des indicateurs quant aux caractéristiques du réseau poral et la nature chimique du solide. Des isothermes d'adsorption modèles ont été répertoriées afin de pouvoir interpréter les isothermes obtenues expérimentalement. La Figure 47 indique les différents types d'isotherme classifiés par l'IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry).

- Type I: Isotherme associée à un matériau composé majoritairement de micropores (< 2 nm). La saturation de cette classe de pores est atteinte pour de faibles valeurs de pression de vapeur. Aucune autre adsorption n'est possible dans le matériau avant d'atteindre la pression de vapeur saturante,
- Type II: Isotherme associée à un matériau non poreux ou macroporeux (> 50nm). L'adsorption des molécules d'eau se fait de manière non restreinte. A faible pression de vapeur, une adsorption monocouche se crée (pallier B). L'épaississement de la pellicule d'eau se poursuit par l'adjonction progressive de couches d'eau physiquement adsorbée.
- Type III : Isotherme similaire à celle de type II. Cependant la faiblesse de l'adsorption à pression de vapeur faible indique une faible interaction entre phase solide et phase gazeuse.
- Type IV : Cette isotherme est caractéristique d'un matériau majoritairement composé de mésopores (2-50nm). A faible pression de vapeur, l'isotherme est identique à l'isotherme de type II. Lors de la phase d'adsorption (augmentation de la pression de vapeur), les pores, par condensation capillaire, seaturent en eau, conduisant à l'observation d'un palier prononcé pour des pressions élevées. Lors de la phase de désorption (diminution de la pression de vapeur), ce palier de saturation s'étend sur une plage de pression plus importante.

Les paramètres influençant ce phénomène d'hystérésis entre courbe de sorption et de désorption sont encore mal compris. Cependant, ce phénomène est couramment expliqué par l'effet « bouteille d'encre » (Baroghel-Bouny, 1994) (Ishida, et al., 2007). La phase de sorption est identique à celle décrite par la Figure 46. En revanche lors de la phase de désorption, le chemin d'accès à certains pores de grande dimension est obstrué par la saturation de pore de plus faible dimension les entourant. La désaturation de l'ensemble de ces pores ne s'effectue que lorsque la pression de vapeur est inférieure à la pression de

condensation des pores de faible dimension. La phase de sorption se fait suivant les étapes présentées dans la Figure 46.

- Type V : Isotherme similaire à l'isotherme de type II pour des pressions de vapeur faibles et à l'isotherme de type IV pour les pressions élevées.
- Type VI : cette isotherme d'adsorption est à attribuer comme nous l'avons précédemment indiqué à un matériau homogène non poreux (Figure 45). L'adsorption des couches d'eau se fait de manière successive.

Les isothermes d'adsorption décrites par cette classification sont représentatives de matériaux modèles. La complexité des matériaux conduit à l'obtention d'isothermes expérimentales dont les formes empruntent à chacune de ces isothermes modèles. Leur interprétation doit être réalisée en s'inspirant du comportement des isothermes types sur les différentes plages de pression relative. Il est cependant à noter que les matériaux cimentaires, possédant majoritairement des méso et des macropores, décrivent généralement des isotherme de type IV.

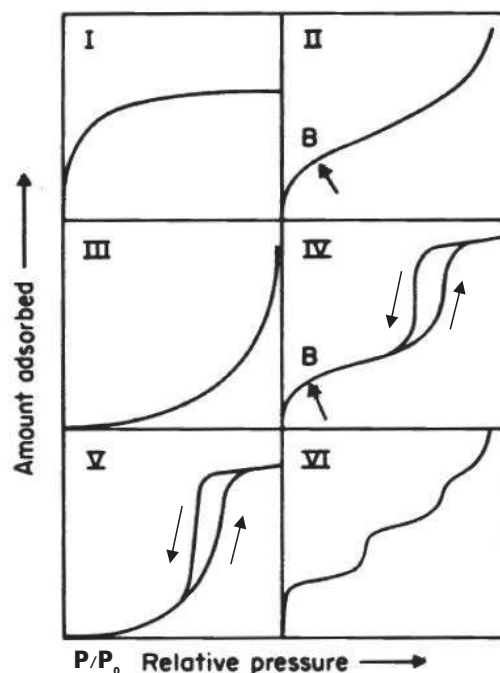


Figure 47 Isotherme d'adsorption modèle proposée par l'IUPAC (d'après (Baroghel-Bouny, 1994))

2.4.2.3. Détermination de la surface spécifique

La surface ou aire spécifique d'un matériau poreux est la somme de sa surface externe et de sa surface interne développée (surface qui délimite le réseau poral). Les dimensions de la surface spécifique sont un indicateur quant à la finesse et la complexité des pores.

L'ampleur de cette surface peut être évaluée en déterminant le nombre de molécules adsorbées N s'étant déposées en couche mono-moléculaire à sa surface (Figure 48). Connaissant l'aire d'encombrement d'une molécule adsorbée s_m , la surface spécifique S peut être calculée comme :

$$S = N \cdot s_m \quad (0-20)$$

Dans le cas d'une adsorption physique (adsorption de l'azote), il est relativement aisé de déterminer l'aire d'encombrement des molécules en couche mono-moléculaire. A contrario, l'adsorption de l'eau est liée à la fois à une adsorption physique et chimique. La nature chimique du solide influe

donc sur la densité de la couche mono-moléculaire et, par la même, sur la valeur de la surface d'encombrement de ces molécules. Diverses valeurs de ce paramètre existent dans la littérature, elles sont comprises entre 1,05 et 1,48 nm (Baroghel-Bouny, 1994). Nous adopterons dans le cadre de notre étude, la valeur calculée par Baroghel-Bouny à savoir $s_m = 1,0508$ nm.

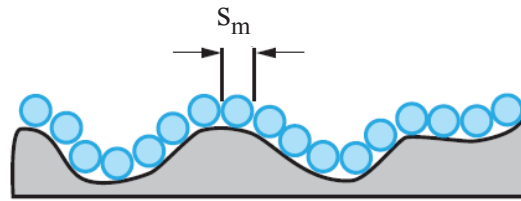


Figure 48 Principe de mesure de l'aire spécifique d'un adsorbant d'après (Rouquerol, et al., 2003)

Les isothermes d'adsorption identifient le volume d'eau adsorbée à l'équilibre pour différentes valeurs de pression de vapeur. Comme nous l'avons vu, la quantité d'eau adsorbée est liée à l'adjonction progressive de couches de molécules à la surface du solide et la condensation capillaire. Afin de pouvoir déterminer la plage de pression relative pour laquelle a lieu l'adsorption mono-moléculaire, il est nécessaire d'identifier les différents phénomènes mis en jeu durant l'adsorption. La théorie introduite par Brunauer, Emmett et Teller (Brunauer, et al., 1938), ou théorie B.E.T., est la théorie d'adsorption la plus couramment employée pour modéliser les isothermes de type II et le comportement des isothermes de type IV pour la plage de pression relative faible. Cette théorie décrit l'adsorption des molécules d'eau en couche multimoléculaire (Figure 49) sans condensation capillaire. Dans cette théorie, l'adsorption est supposée se produire sur des sites indépendants et énergétiquement identiques. D'autre part, la théorie suppose qu'il existe un équilibre permanent entre les molécules adsorbées et les molécules désorbées.

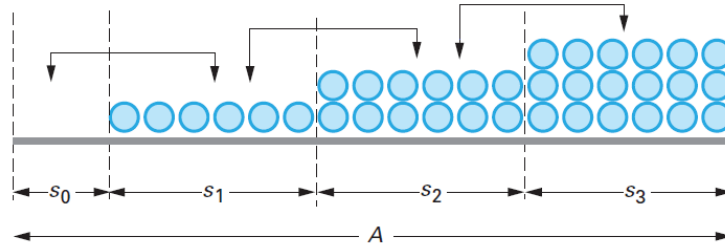


Figure 49 Représentation schématique de l'adsorption multi moléculaire proposée par la théorie B.E.T. (Rouquerol, et al., 2003)

Dans le domaine de validité de ce modèle ($0 < H.R. < 0,3$), l'isotherme d'adsorption peut être décrite par l'équation (1-21). Plus d'informations quant à l'obtention de cette équation peuvent être trouvées dans (Rouquerol, et al., 2003) (Baroghel-Bouny, 2006).

$$\frac{P}{V_{ads} \cdot (P_0 - P)} = \frac{1}{v_m \cdot C} + \frac{(C-1)}{C \cdot v_m} \cdot \frac{P}{P_0} \quad (0-21)$$

Avec P et P_0 la pression de vapeur à l'équilibre et la pression de vapeur saturante, V_{ads} le volume d'eau adsorbée par gramme de matériau sec ($m^3 \cdot g^{-1}$), C la constante liée à l'énergie d'adsorption de la première couche et à l'énergie de liquéfaction du solide, v_m le volume de molécules nécessaire pour recouvrir d'une couche mono moléculaire la surface du solide ($m^3 \cdot g^{-1}$). La constante C est intrinsèque au couple adsorbat/solide et est d'autant plus importante que l'interaction est grande.

A partir des résultats fournis par l'isotherme d'adsorption durant la phase de sorption, la droite $\frac{P}{V_{ads}(P_0-P)}$ en fonction de la pression de vapeur relative $\frac{P}{P_0}$ peut être tracée. La pente $A = \frac{(C-1)}{C \cdot v_m}$ et l'ordonnée à l'origine $B = \frac{1}{v_m \cdot C}$ peuvent être alors calculées, permettant ainsi d'obtenir les valeurs de v_m et de C .

Le nombre de molécules absorbées N en couche mono-moléculaire et, par conséquent, la surface spécifique peuvent alors être déterminés comme suit :

$$N = \frac{N_a \cdot v_m}{V_M} \quad (0-22)$$

et

$$S_{BET} = \frac{N_a \cdot v_m}{V_M} \cdot S_m \quad (0-23)$$

Avec N_a le nombre d'Avogadro ($6,00245 \cdot 10^{23}$ mol), V_M le volume molaire de l'adsorbat ($\text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$) et S_{BET} la surface spécifique équivalente B.E.T. ($\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)

A partir de cette surface spécifique, l'épaisseur statistique moyenne du film d'eau adsorbée sur la surface solide $t(h)$ peut aussi être calculée pour les différentes humidités relatives testées :

$$t(h) = \frac{V_{ads}(h)}{S_{BET}} \quad (0-24)$$

L'évolution de cette épaisseur en fonction de l'humidité relative est appelée « courbe t ». Cette courbe peut être comparée à une courbe de référence réalisée sur un matériau non poreux possédant une énergie d'adsorption similaire au matériau étudié. Les évolutions respectives des « courbes t » expérimentales et de la courbe de référence ont théoriquement un comportement similaires dans le domaine où se produit une adsorption mono puis multimoléculaire. Lorsque la pression de vapeur augmente, une condensation capillaire se produit dans les pores du matériau contribuant à augmenter « l'épaisseur de film » mesuré ce qui conduit à une divergence avec la courbe de référence. Cette méthode de comparaison permet de juger du domaine de pression dans lequel se produit la condensation capillaire. Dans le cadre des matériaux cimentaires, la « courbe t » de référence couramment employée pour l'adsorption de vapeur d'eau est la courbe obtenue par Hagymassy (Hagymassy, et al., 1969).

A partir des hypothèses formulées par la méthode B.J.H. qui suppose la coexistence de la condensation capillaire et de l'adsorption, il est également possible de déterminer le rayon corrigé des pores r_p en fonction de l'humidité relative :

$$r_p(h) = r(h) + t(h) \quad (0-25)$$

Avec r le rayon des pores calculé par la méthode de Kelvin-Laplace.

2.4.2.4. Méthodes de mesure des isothermes d'adsorption

La détermination des isothermes d'adsorption des matériaux cimentaires se fait classiquement par des méthodes gravimétriques. Afin d'obtenir un point de l'isotherme, l'échantillon est placé dans une enceinte où l'humidité relative et la température sont constantes. L'échantillon est pesé régulièrement jusqu'à ce que la masse de l'échantillon se stabilise. Cette stabilisation indique l'équilibre entre la pression de vapeur interne dans le matériau et la pression de vapeur de

l'enceinte. La masse de l'échantillon sec ayant été préalablement mesurée, la masse de l'échantillon à l'équilibre permet de d'identifier le couple teneur en eau- humidité relative.

Les échantillons sont testés à différentes humidités relatives successives. Afin d'identifier les phénomènes d'hystérésis entre sorption et désorption, pour un même échantillon, l'essai est reproduit en partant respectivement du matériau sec et du matériau saturé. Dans le cas de l'adsorption, l'humidité relative s'accroît jusqu'à atteindre la saturation du matériau. A l'inverse, dans le cas de la désorption, l'humidité relative est diminuée jusqu'à ce que le matériau soit sec.

Deux types d'expérience permettent d'obtenir les isothermes d'adsorption par gravimétrie. Ces deux méthodes ont été utilisées au cours de nos travaux.

- Méthode « statique » :

Un échantillon d'une dizaine de grammes est introduit dans un dessiccateur hermétique placé dans une salle contrôlée en température. L'humidité relative au sein de ce récipient est régulée par une solution saline saturée. La mesure de la masse de l'échantillon permet d'identifier la teneur en eau à l'équilibre pour l'humidité relative correspondant au point de déliquescence de ce sel. Cette opération est réitérée pour plusieurs types de sel, donc plusieurs dessiccateurs successifs, afin de déterminer l'isotherme de désorption.

Cette méthode est la méthode de référence. Son principal inconvénient est la durée nécessaire pour atteindre l'équilibre entre l'humidité relative interne et l'humidité relative du récipient. La durée de cette phase de stabilisation peut ainsi être de l'ordre de plusieurs semaines dans le cas de matériaux denses tels que les pâtes de ciment.

- Méthode « dynamique » (ou DVS - Dynamic Vapour Sorption) :

La Figure 1Figure 50 présente le schéma de principe d'un dispositif expérimental utilisé pour cette méthode. Un échantillon est placé dans un creuset relié à une balance de précision. L'ensemble est placé dans une enceinte dont la température est régulée. L'humidité relative au sein de l'enceinte est obtenue en mélangeant de l'air sec avec de la vapeur d'eau. Le flux d'air ainsi obtenu est impulsé dans la chambre contenant l'échantillon. L'échange entre l'échantillon et l'atmosphère ne se fait plus par convection naturelle mais par convection forcée, accélérant l'établissement de l'équilibre. La durée de l'essai est ainsi réduite. La faible dimension de l'échantillon favorise aussi la rapidité de cet essai. La masse de l'échantillon est mesurée en continu. La masse sèche de l'échantillon est obtenue par un séchage sous vide en début d'essai.

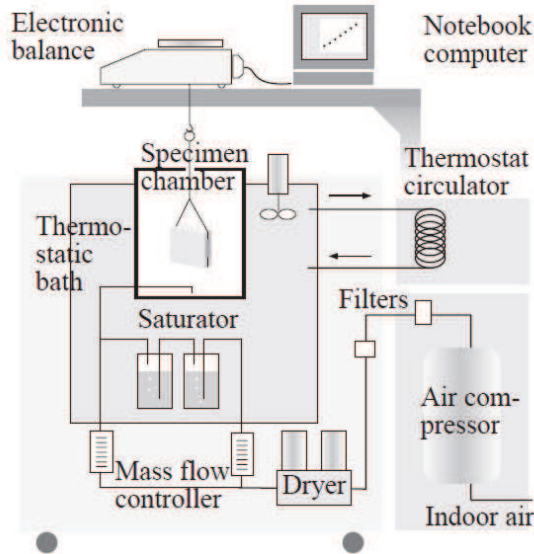


Figure 50 Schéma de principe d'un appareil de DVS (Tada, et al., 2005)

2.4.3. Protocoles expérimentaux utilisés

2.4.3.1. Etude préliminaire : comparaison des méthodes « statique » et « dynamique »

Dans nos travaux, nous avons utilisé les deux méthodes, « statique » et « dynamique ». Au préalable, nous avons souhaité les mettre en perspective. Cependant, les articles comparant ces deux méthodes sont peu nombreux dans la littérature. Tada et Wanatabe (Tada, et al., 2005) ont réalisé des essais « dynamiques » pour des pâtes de ciment durcies de rapports E/C 0,3, 0,4 et 0,5. Leurs résultats coïncident avec ceux obtenus au moyen de la méthode statique par Yuasa (Yuasa, 1998) sur des pâtes de ciment de composition identique. A contrario, des auteurs ayant réalisé des essais sur le même matériau avec les deux méthodes montrent qu'il existe une divergence des courbes de désorption pour les humidités relatives élevées (Trabelsi, 2010) (De Belie, et al., 2010).

Pour aller plus loin, nous avons donc réalisé une étude de comparaison des deux méthodes dans le cas d'un de nos mortiers.

- Procédures expérimentales utilisées pour la comparaison

Les mesures faites à H.R. élevées peuvent a priori entraîner l'hydratation des phases encore anhydres, et ainsi modifier l'isotherme d'adsorption en cours d'essai. Or la durée de stabilisation de la teneur en eau est différente pour les deux méthodes, ce qui risque d'induire une divergence de leurs résultats. Afin de pouvoir comparer efficacement les deux méthodes, les essais ont été réalisés sur un matériau « totalement » hydraté. Les échantillons testés ont ainsi été prélevés sur une éprouvette de mortier EC0,1% conservée en conditions endogènes durant 180 jours.

Dans le cas de la méthode « dynamique » (Figure 51), le matériau préalablement séché est testé en sorption puis en désorption sur une plage de H.R. comprise entre 0 et 90%. Les H.R. intermédiaires sont espacées de 10%. Un échantillon 2x2x4cm est prélevé sur l'éprouvette de mortier. L'échantillon est placé durant 2 semaines dans une enceinte à 45°C contenant des bacs de gel de silice. Cette

étape a pour but de raccourcir la phase d'obtention de la masse sèche en début d'essai (séchage sous vide dans le DVS). L'échantillon est ensuite concassé. Un morceau de $1\pm 0,1g$ est alors placé dans le dispositif du DVS.



Figure 51 Dispositif de DVS employé durant notre étude (tiré de (Trabelsi, 2010))

Dans le cas de la méthode « statique », 12 échantillons de 2x4cm et de 1 à 2 mm d'épaisseur sont prélevés par sciage sur la même éprouvette de mortier. Ces échantillons sont ensuite saturés sous eau durant 3 jours à 23°C. Six dessiccateurs contenant chacun une solution saline distincte sont placés dans une salle contrôlée en température (23°C). Les humidités relatives testées sont 12, 33, 53, 65, 75 et 90%. Afin d'obtenir la courbe de désorption, 2 échantillons imbibés sont placés dans chacun de ces dessiccateurs. Notons que ce protocole diffère de celui classiquement utilisé. En effet, c'est généralement le même échantillon qui est successivement placé aux différentes H.R. afin d'éviter un séchage trop brutal et une possible microfissuration du matériau. Nous avons procédé différemment pour limiter la durée de l'expérimentation (cette campagne de mesure a cependant duré 2 mois.)

La teneur en eau à saturation W_{sat} est obtenue à partir des mesures de porosité accessible à l'eau menée sur le matériau (cf. paragraphe 2.3.2.3):

$$W_{sat} = \frac{\rho_e}{\rho_{sec}} \phi_{eau} \quad (0-26)$$

Avec ϕ_{eau} la porosité accessible à l'eau (%); ρ_e la masse volumique de l'eau liquide (kg/m^3); ρ_{sec} la masse volumique du matériau sec (kg/m^3).

- Résultats et discussion

La Figure 52 présente les courbes de désorption fournies par les deux protocoles expérimentaux. Si l'on se fie à la courbe de désorption fournie par la méthode « statique », l'isotherme d'adsorption obtenue se rapproche d'une isotherme de type II suivant la classification de l'IUPAC. La porosité du matériau testé serait donc majoritairement composée de pores de grande dimension.

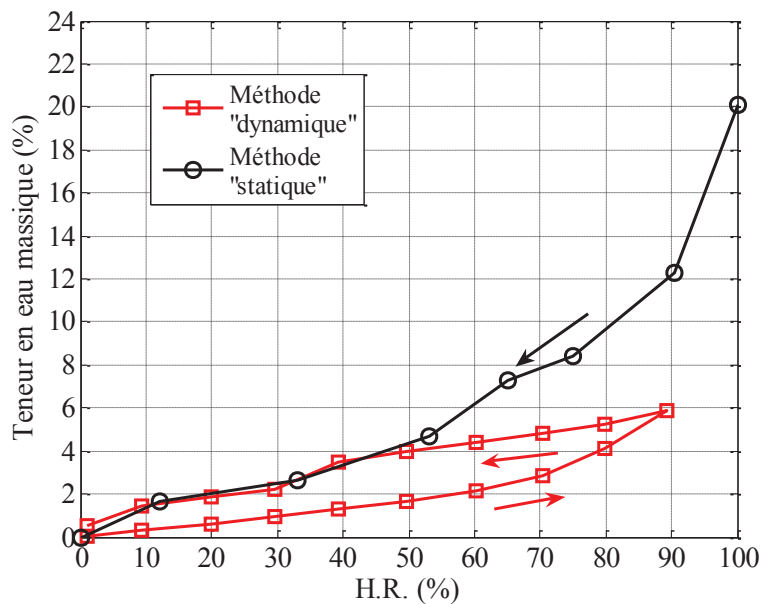


Figure 52 Comparaison des isothermes d'adsorption obtenues par les méthodes « statique » et « dynamique » (mortier ECO,1% conservé en conditions endogènes durant 180 jours)

La surface spécifique équivalente B.E.T. calculée pour ce matériau est égale à $40 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$. Compt tenu du fait que le matériau est « totalement » hydraté, cette valeur est relativement faible comparée à celles disponibles dans la littérature, qui sont pour des pâtes de ciment ou des bétons comprises entre 70 et $150 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$. La mesure de cette surface est fortement dépendante du dispositif de mesure et du conditionnement avant essai (Baroghel-Bouny, 1994) (De Belie, et al., 2010). Ainsi, De Belie mesure, pour le même matériau, une surface spécifique inférieure par DVS que par solution saline. La dimension de cette surface est donc révélatrice d'un matériau macroporeux.

Cette conclusion est corroborée par les mesures de porosité accessible à l'eau et d'air entrainé réalisés pour ces matériaux. Le fort rapport E/C de la composition testée (E/C=1) ainsi que la capacité des éthers de cellulose à homogénéiser les particules solides dans le matériau frais (Khayat, 1998) (Knaus, et al., 2003) explique ainsi la prédominance des macropores dans sa distribution porale. En outre, ce mode porale prédominant peut être également expliqué par la capacité des éthers de cellulose utilisés (HMPC) à former des bulles d'air de grande dimension ($>50 \mu\text{m}$) (Pourchez, et al., 2010).

En se basant sur l'équation de Kelvin-Laplace couplée à la méthode BJH, Baroghel-Bouny (Baroghel-Bouny, 2006) et De Belie (De Belie, et al., 2010) proposent une description de la structure porale à partir de l'isotherme d'adsorption obtenue. La plage d'humidité relative $RH > 76\%$ est liée au remplissage par condensation capillaire des pores de rayons supérieurs à 5 nm . La plage de H.R. comprise entre 50 et 76% correspond au remplissage des pores de gel de rayon de 2 à 5 nm . Pour la plage de H.R. inférieure à 50% , le mécanisme d'adsorption de l'eau à la surface du matériau prédomine.

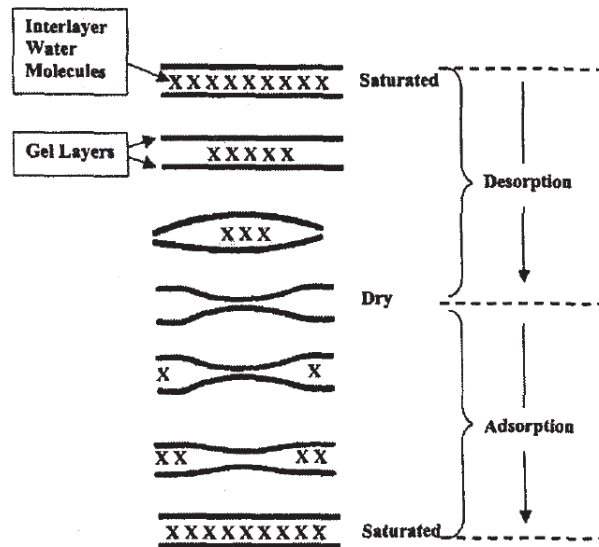
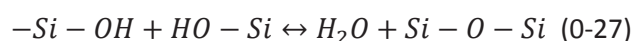


Figure 53 Représentation schématique d'un cycle de synérèse – diérèse d'un gel de C-S-H (Yaman, et al., 2002)

Dans le cas des mesures DVS, on observe une hystérésis entre les courbes de sorption et de désorption à de faibles H.R. Si l'on se fie à la description ci-dessus ce phénomène ne peut être expliqué par un effet « bouteille d'encre ». Cependant, ce phénomène est couramment observé lors des essais d'isothermes d'adsorption d'eau sur des matériaux cimentaires que cela soit par des méthodes statiques (Baroghel-Bouny, 2006) ou par des méthodes dynamiques (De Belie, et al., 2010). Il n'est en revanche pas observé sur des isothermes d'adsorption à d'autres gaz tel que l'azote (Kropa, et al., 2005). Cette hystérèse n'est donc pas une conséquence de la structure porale du matériau mais est lié à la relation particulière qu'entretient l'eau avec ce type d'adsorbat. Les auteurs ayant décrit ce phénomène s'appuie sur les travaux de Jennings concernant le comportement colloïdal du gel de C-S-H pour l'expliquer.

Le séchage prononcé des matériaux cimentaire pour H.R. < 40% (Jennings, 2000) conduit à un départ de l'eau fixée entre les feuillets de C-S-H. Le départ de cette eau ou synérèse conduirait à des réactions de condensation (réaction 1-27) (Thomas, et al., 2006) et induirait de fait un retrait de l'ensemble de cette phase avec l'obtention d'un gel plus dense engendrant une diminution du volume de gel et par la même à une diminution de la surface spécifique du matériau.



Ces réactions seraient partiellement réversibles. Les H.R. seuils conduisant à la réaction de condensation et à sa réaction antagoniste ne seraient pas identiques. Le retour à la structure antérieure ne se produirait qu'à H.R. élevée. De Belie et al. (De Belie, et al., 2010) supposent, au vu des expériences qu'ils ont menées, que la réintégration de l'eau dans la structure des C-S-H ou diérèse se produit pour des humidités relatives supérieures à 60 % (De Belie, et al., 2010). Ce mécanisme de contraction et d'expansion du gel de C-S-H en fonction de l'H.R. est décrit dans la Figure 53.

Dans la procédure employée lors des essais par DVS, le matériau est préalablement séché sous vide conduisant à la synérèse du gel de C-S-H.

La surface spécifique du matériau identifiable lors de la phase de sorption est ainsi relativement faible. Lors de la phase de désorption, si le matériau est ré-humidifié au-delà de 60%, la diérèse du gel de C-S-H se produira et la surface spécifique du matériau devient supérieure à celle observée lors de la phase de sorption.

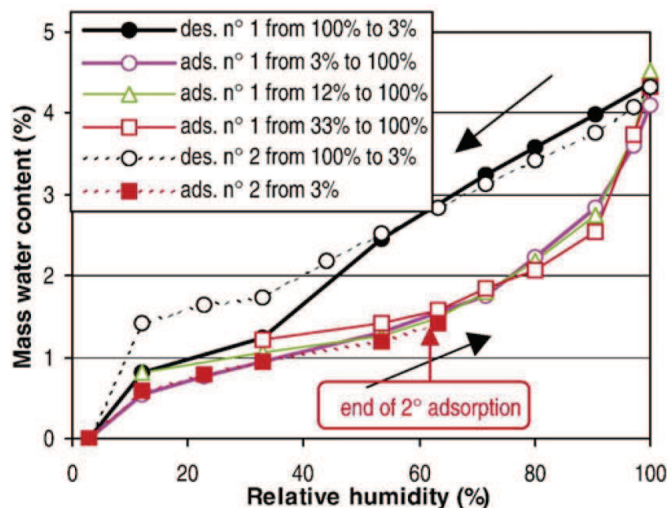


Figure 54 Cycle d'isotherme d'adsorption obtenu pour un béton de rapport E/C=0,45 (Baroghel-Bouny, 2006)

Des divergences notables peuvent être observées pour les H.R. > 50% entre les isothermes de désorption obtenues par les deux méthodes (Figure 52). Deux phénomènes peuvent expliquer cette divergence, tous deux liés à l'état hydrique initial des échantillons testés.

La désorption par solutions salines est effectuée à partir du matériau préalablement saturé en eau. A contrario, la désorption par DVS est réalisée sur un matériau préalablement sec ayant été ré-humidifié jusqu'à une H.R. de 90 %. L'un des facteurs qui explique la divergence des résultats entre les deux méthodes est que la ré-humidification par DVS n'a pas été assez poussée. A H.R. = 90 %, les pores de grande dimension n'ont pu être saturés en eau. En conséquence, lors de la phase de désorption, l'effet « bouteille d'encre » est limité dans le cas de la méthode dynamique.

A la différence des essais DVS, dans le cas de la méthode statique, le matériau testé n'a subi aucun séchage sévère (H.R. < 50%) avant l'essai. Or, lorsque plusieurs cycles de sorption-désorption sont réalisés sur des matériaux conservés en conditions endogènes, la première désorption est généralement supérieure pour des H.R. < 50% (et inférieure pour des H.R. > 50%) aux courbes de désorptions successives qui, elles, se chevauchent (pour exemple, la Figure 54 présente un cycle d'isotherme d'adsorption obtenu par Baroghel-Bouny). Ce phénomène caractérise une diminution de la porosité et de la surface spécifique du matériau induite par le premier cycle de séchage. Cette première courbe de sorption est appelée par certains auteurs « isotherme frontière ». L'une des explications de cette désorption est que lors du séchage du matériau les réactions de condensation conduiraient à une polymérisation irréversible du gel de C-S-H (Scherer, 1998). Ce réarrangement de la structure des C-S-H provoquerait un retrait irréversible induisant de fait une diminution de la porosité et de la surface spécifique du matériau. Selon Jennings et al. (Garci Juenger, et al., 2002) (Fonseca, et al., 2010), ce sont en particulier les C-S-H de faible densité (LD C-S-H) qui, en se transformant en C-S-H de haute densité (HD C-S-H), seraient à l'origine de ce retrait irréversible (Figure 55). Contrairement à la méthode statique, le matériau testé par DVS ayant été séché sous vide, ce retrait irréversible se produirait lors du pré-conditionnement du matériau.

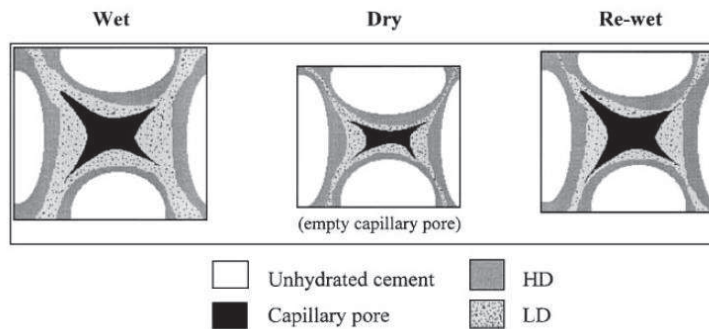


Figure 55 Représentation schématique du retrait du matériau ayant lieu à H.R. =50% (Garci Juenger, et al., 2002)

On observe une bonne correspondance entre les phases de désorption obtenues par les deux méthodes pour des H.R. < 50%. Ceci indique que la surface spécifique des matériaux à partir de H.R. < 50% est similaire quelle que soient les protocoles de pré-conditionnement et d'essais auxquels ces matériaux sont soumis. Pour certaines pâtes de ciment, Baroghel-Bouny n'observe aucun impact du séchage sur les courbes de désorption (chevauchement de la courbe de désorption « frontière » avec celle des cycles suivants) (Baroghel-Bouny, 2006). Dans le cas de ces matériaux, cette auteure associe cette conservation de la structure poreuse, malgré le séchage prononcé, à la faible quantité de LD C-S-H présente dans le matériau. Or, comme le montre les travaux de Silva et al. sur des phases de C3S (Silva, et al., 2006), les éthers de cellulose semblent favoriser les C-S-H de faible densité. Tout ceci nous amène donc à nous interroger, à l'instar de De Belie (De Belie, et al., 2010), sur le caractère irréversible de ce retrait.

2.4.3.2. Protocole expérimental adopté

Les isothermes d'adsorption sont employées dans le cadre de notre thèse afin d'étudier l'impact de l'hydratation sur la distribution porale du matériau ainsi que l'impact de ce réseau poreux sur les propriétés de transfert. L'expérience idéale consisterait à effectuer des isothermes sur le matériau à différents degrés d'hydratation. Cependant, les isothermes d'adsorption ne peuvent être réalisées sur un mortier encore à l'état frais car la structure porale n'est pas encore suffisamment rigide. Le séchage d'un matériau frais conduirait à une microfissuration et entrainerait une déviation de la courbe d'isotherme au cours de l'essai.

Des essais sont réalisés avec la méthode « dynamique » (DVS) sur des mortiers ayant subi le conditionnement présenté au chapitre 2.3.2.1, c'est-à-dire un décoffrage à 1, 3 ou 7 jours puis une conservation dans une ambiance à H.R. 60% et 23°C. Trente jours après le gâchage, des éprouvettes 2x4x16 cm ont été placées dans une étuve à 45°C contenant des gels de silice. Après au moins deux semaines d'étuvage, des échantillons ont été prélevés par sciage des 2x4x16 cm puis broyés. Un fragment de 1±0,1g est placé dans le dispositif de DVS.

A partir des mêmes éprouvettes, des échantillons ont été prélevés et testés suivant la méthode statique afin d'évaluer la courbe de désorption de ces matériaux. Pour ce faire, à l'instar de la section 2.3.2.3, des tranches de 1 à 2 mm d'épaisseur ont été ainsi découpées et placées durant 2 semaines dans une enceinte à 45°C contenant des bacs de gel de silice. Suite à ce conditionnement, ces échantillons ont été saturés par immersion sous eau durant 12h à 23°C. Enfin les échantillons ont été placés dans des dessiccateurs régulés en H.R. par des solutions salines saturées de chlorure de baryum pour H.R. = 90,4% et de chlorure de sodium pour H.R. = 75,5%. Les échantillons ont été pesés régulièrement jusqu'à équilibre, supposé atteint quand la variation relative de masse sur 1 semaine est inférieure à 0,05%. Au final, la masse du matériau sec a été obtenue par un étuvage pendant 7 jours à 105°C.

Le principal biais du protocole expérimental employé est lié au fait que les matériaux testés ne sont pas encore totalement hydratés. Or, lors des essais d'isotherme, la ré-humidification de ces matériaux peut conduire à la réhydratation des phases anhydres encore présentes et ainsi contribuer à modifier la structure porale du matériau au cours de l'essai. Cette réhydratation ne semble cependant possible que si la quantité d'eau libre présente dans le réseau poreux est suffisante et donc ne se produit que pour des humidités relatives élevées. La majorité des expériences ayant été menées sur l'impact du séchage sur l'hydratation des matériaux cimentaires montrent ainsi que le ralentissement des réactions d'hydratation est d'autant plus important que l'H.R. auquel le matériau est soumis est basse (Powers, 1947) (Patel, et al., 1988) (Jensen, et al., 1999) (Snyder, et al., 2004). Les expériences menées par Powers (Powers, 1947) sur différentes pâtes de ciment semblent indiquer qu'au-dessous de H.R. = 30%, les réactions d'hydratation sont stoppées. Cependant le ralentissement de l'hydratation induit par le séchage est tel que certains auteurs modélisent l'arrêt de l'hydratation pour des H.R. supérieures (55% (Parrott, et al., 1986), 80% (Bazant, et al., 1972)). C'est également ce que nous avons mis en évidence pour nos mortiers pour un séchage à H.R. = 60% (section 2.3).

Dans le cas de la courbe de sorption obtenue par DVS, les matériaux étant placés dans une enceinte à 45°C contenant des gels de silice, aucune réhydratation ne s'est produite au cours de ce conditionnement. D'autre part, les paliers d'humidité relatifs étant brefs, la durée maximum étant de l'ordre d'une journée et l'H.R. maximum testée étant de 90%, on peut supposer que la vitesse de réhydratation du matériau est suffisamment faible. On peut donc considérer que le dispositif de mesure n'influe pas sur la structure porale du matériau et que ces isothermes expérimentales sont représentatives du comportement du matériau.

En revanche, dans le cadre des mesures avec la méthode « statique », le matériau est préalablement saturé en eau, sur un temps certes bref (12 heures), puis il est conservé durant environ deux mois à des humidités relatives élevées. Cet effet de réhydratation ne peut être sans doute négligé. Cependant, ne connaissant pas a priori son impact, il est difficilement quantifiable. Les conditions d'essai étant identiques, ces courbes expérimentales ne seront utilisées que qualitativement. Il est à noter que l'hydratation favorisant la densification du réseau poreux, les points de l'isotherme de désorption obtenue par cette méthode majorent les courbes caractéristiques du matériau et seront donc considérées comme des courbes limites.

2.4.4. Résultats et discussion

2.4.4.1. Isotherme du mortier EC0,11%

La Figure 56 présente les isothermes d'adsorption du mortier EC0,11% pour les trois différents temps de décoffrage et une conservation jusqu'à l'âge de 30 jours à H.R. = 60%. On suppose qu'au vu des résultats décrits dans la section précédente (2.3), le séchage à H.R. = 60% conduit à un rapide arrêt de l'hydratation et donc à un arrêt du développement du squelette solide. Les isothermes d'adsorption sont donc considérées comme révélatrices de l'état du squelette solide lors du décoffrage.

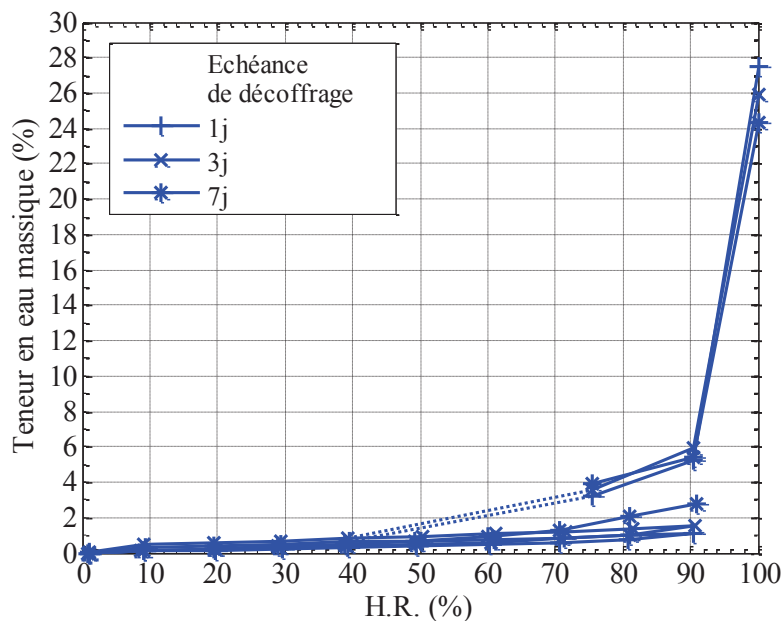


Figure 56 Isothermes d'adsorption du mortier ECO,11% obtenue par les méthodes « statique » et « dynamique » pour différents temps de décoffrage

- Description générale

Le segment en pointillé relie la teneur en eau mesurée à H.R. = 75,5% par solution saline à la valeur de la teneur en eau mesurée à H.R. = 40% par DVS. A l'instar du mortier testé dans l'étude préliminaire, on suppose que ce segment est proche de l'isotherme de désorption « frontière » pour cette plage de H.R. (40-75,5%). Au vu de la forme de ces courbes de désorption, cette hypothèse semble crédible.

Si l'on applique la classification de l'IUPAC, les isothermes d'adsorption obtenues pour les trois cas sont de type II, donc révélatrices d'un matériau macroporeux. On remarque ainsi des teneurs en eau à l'équilibre relativement faibles (<6%) pour la plage de H.R. comprise entre 0 et 90%. Le phénomène de condensation capillaire est donc limité pour des pores de rayons compris entre 2 et 12 nm, ce qui révèle la faible proportion de cette classe de pores (porosité des gels de C-S-H) pour notre matériau.

- Impact de l'hydratation

L'augmentation du temps de décoffrage conduit à une diminution de la porosité globale du matériau et à un faible accroissement de la méso-porosité. Il semble donc que le développement du matériau contribue principalement à diminuer la porosité capillaire qui n'est malheureusement pas quantifiable avec la méthode DVS.

Afin de pouvoir mesurer la densification du matériau en fonction du temps de décoffrage et donc du degré d'avancement de la réaction, la surface spécifique équivalente B.E.T. a été calculée pour les trois échéances (Figure 57). Il est à noter que les aires ainsi obtenues sont excessivement faibles (7 à 14 m²·g⁻¹), ce qui confirme que les matériaux testés sont macroporeux. On remarque que la densification du matériau n'est pas proportionnelle au degré d'hydratation mais semble être de forme exponentielle.

On peut supposer que la structure macroporeuse du matériau est liée au rapport E/C très élevé de nos matériaux et à la capacité des éthers de cellulose à répartir de manière homogène les grains de ciment dans le volume d'eau initiale. Les grains de ciment anhydres étant initialement fortement dispersés, la porosité initiale est donc en conséquence relativement élevée. L'hydratation des grains de ciment ne permettent dans un premier temps que de créer un lien entre les phases d'hydrates qui se développent. L'enchevêtrement des hydrates est limité et l'obtention d'une mésoporosité est faible. La densification n'est possible qu'au-delà d'un degré d'hydratation seuil relativement élevé.

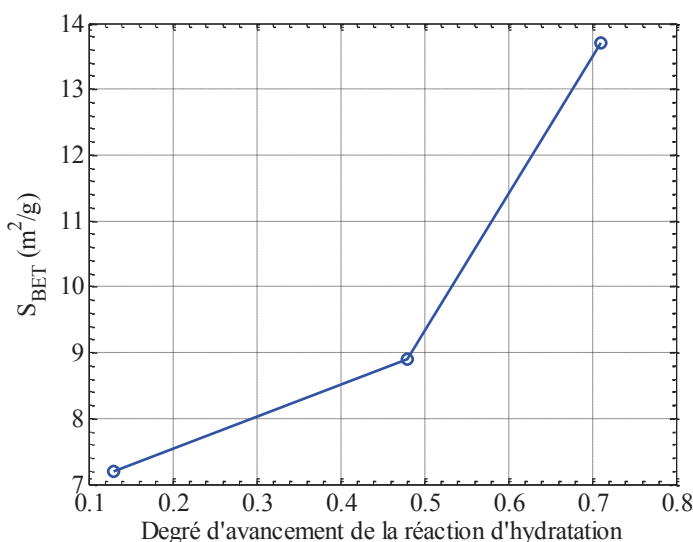


Figure 57 Evolution de la surface spécifique en fonction du degré d'hydratation

2.4.4.2. Impact du dosage en éther sur les isothermes

La Figure 58 donne l'évolution des isothermes de sorption des mortiers ECO,1%, ECO,3 et ECO,4% pour les différents temps de décoffrage obtenues par DVS. Ces isothermes de sorption sont de type II suivant la classification de l'IUPAC, donc révélatrices d'un matériau macroporeux, et ce, quel que soit le temps de décoffrage. En raison de la forme très prononcée des isothermes mesurées (prédominance de la condensation capillaire pour des humidités relatives élevées), il est difficile d'observer une évolution de ces courbes en fonction des échéances de décoffrage sur l'ensemble de la plage d'humidité relative testée [0%-100%]. C'est pour cette raison que la Figure 58, rapporte uniquement le comportement du matériau pour la plage d'H.R. 0-90%.

- Description générale

On remarque que l'augmentation des échéances de décoffrage conduit globalement à un décalage des isothermes vers des teneurs en eau à l'équilibre plus élevées. Ceci traduit une diminution des dimensions du réseau poreux. On note cependant que dans le cas du mortier ECO,1%, l'isotherme de sorption obtenue pour un décoffrage à 7 jours est inférieure à celle obtenue pour un décoffrage à 3 jours. Ce comportement semble difficilement explicable et est probablement lié à la procédure expérimentale employée. Comme nous l'avons précédemment indiqué, l'échantillon testé est un broyat de 1 g prélevé sur une éprouvette 2×4×16 cm. Aucune précaution n'a été prise quant à la localisation du prélèvement de cet échantillon. Or, le séchage induit un gradient d'hydratation et donc de porosité dans l'éprouvette. Il est donc probable que l'échantillon testé dans le cas d'un décoffrage à 7 jours provienne de la surface de l'éprouvette, tandis que dans le cas d'un décoffrage à 3 jours, l'échantillon testé provienne plutôt du cœur de l'éprouvette.

On pourrait alors s'interroger sur le comportement observé pour les autres compositions et sur la validité des courbes d'isothermes obtenues pour ces matériaux. Il faut cependant remarquer que la cinétique de séchage des matériaux plus adjuvantés est plus rapide. Il est donc probable que lors de leur décoffrage, l'arrêt de l'hydratation du matériau induit par le séchage soit plus précoce conduisant de fait à une structure plus homogène dans l'épaisseur de séchage et donc à l'obtention d'isothermes de sorption caractéristiques quelle que soit la localisation du prélèvement dans l'éprouvette 2×4×16cm.

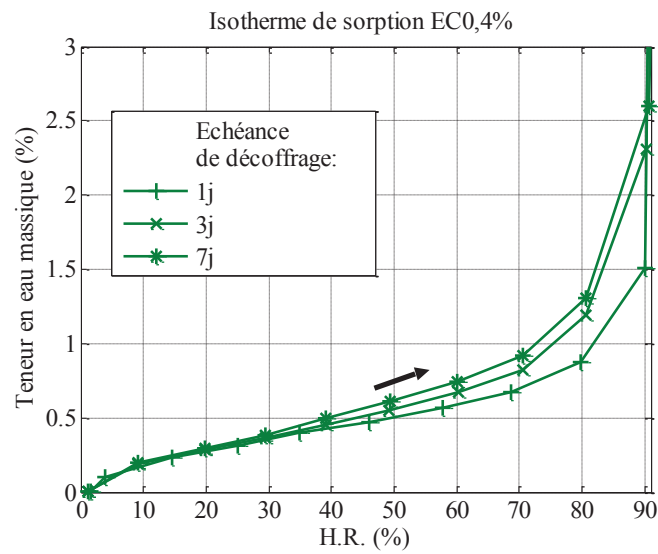
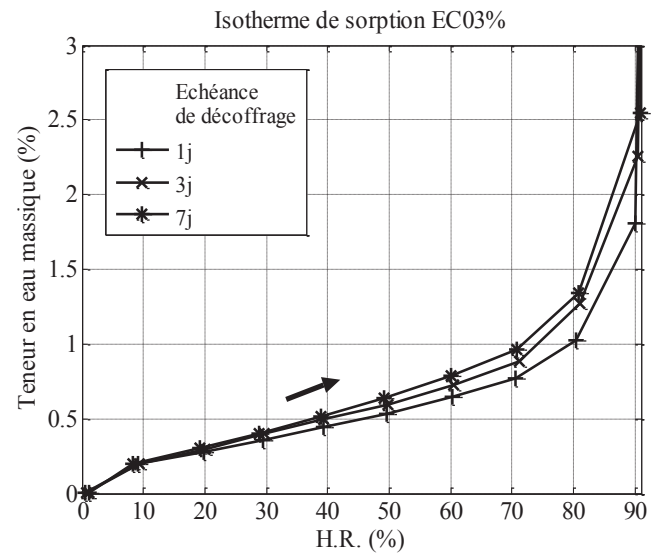
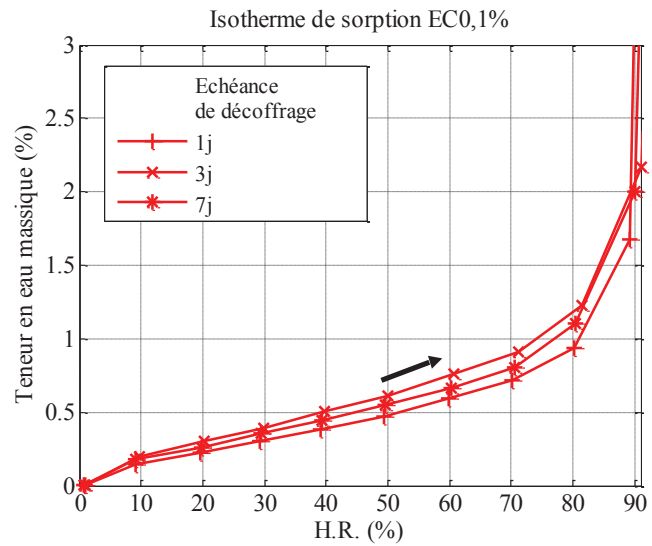


Figure 58 Isothermes de sorption obtenues par DVS des mortiers EC0,1%,EC0,3% et EC0,4% 30 jours après le gâchage, décoffrés à différentes échéances (H.R.=60%,23°C)

- Surface spécifique équivalente B.E.T.

Les calculs de surface spécifique équivalente B.E.T. réalisés à partir des isothermes expérimentales sont rapportés dans le Tableau 8.

La détermination d'une surface spécifique par la méthode B.E.T étant basé une interprétation théorique des phénomènes ayant cours durant l'adsorption, il est impossible de fournir la précision de ce calcul. Cependant, ce calcul est effectué à partir des isothermes de sorption sur la plage des faibles humidités relatives (<40%). Or, dans le cas des matériaux testés, ces courbes sur cette plage d'humidité sont relativement distinctes (Figure 58). En outre, pour une même composition, l'évolution de la pente de ces courbes en fonction du temps de décoffrage (donc la surface spécifique équivalente B.E.T. calculée) est cohérente. L'accentuation de ces pentes avec l'accroissement des échéances de décoffrage est traduit en effet la densification du squelette solide provoqué par l'hydratation.

Pour les éprouvettes décoffrées à 1 jour, on remarque que la surface spécifique des matériaux est plus élevée dans le cas des matériaux fortement adjuvantés. L'augmentation du dosage en éther de cellulose semble favoriser la densification au très jeune âge de la matrice cimentaire. Ce résultat est étonnant car le mortier EC0,1%, est lors du décoffrage à 1 jour plus hydraté que les autres compositions.

D'autre part, on remarque que cette surface spécifique augmente plus rapidement dans le cas du mortier EC0,3% que dans le cas du mortier EC0,4% jusqu'à atteindre une surface spécifique similaire. On peut supposer, au vu du développement de cette surface spécifique au cours des 2 premières échéances qu'il en est de même pour le mortier EC0,1%. Pour le mortier EC0,1%, « l'incongruité » de la courbe de sorption obtenue pour un décoffrage à 7 jour, comparativement à la tendance observée pour les autres cas d'étude, induit de même une surface spécifique en désaccord avec la tendance observée pour des échéances de décoffrage plus précoces.

Tableau 8 Surfaces spécifiques équivalentes B.E.T des mortiers EC0,1%,EC0,3% et EC0,4% 30 jours après le gâchage, décoffrés à différentes échéances (H.R.=60%,23°C)

Temps de décoffrage	S _{BET} (m ² .g ⁻¹)		
	EC0,1%	EC0,3%	EC0,4%
1j	9,5	10,4	10,3
3j	12,2	12,1	10,8
7j	10,7	12,5	12

- Méthode-t

Les courbes t donnent à un aperçu de l'évolution des micro- et des méso-pores du matériau. Le calcul de ces courbes est réalisé à partir de l'équation (1-24) et des surfaces spécifiques précédemment calculées. La Figure 59 rapporte les courbes t obtenues pour les trois compositions pour les échéances de décoffrage 1, 3 et 7 jours. La comparaison des courbes expérimentales à la courbe de référence obtenue par Hagymassy pour un matériau similaire mais non poreux permet d'identifier clairement les mécanismes ayant lieu au cours de l'adsorption isotherme.

Une divergence nette est observée avec cette courbe de référence au-delà d'une H.R. de 70%. Ceci indique qu'en dessous de cette H.R., le mécanisme d'adsorption multimoléculaire est prédominant. En d'autres termes, le processus de condensation capillaire ne se produit notablement que pour des pores de rayon $r > r_p(70\%) = 3,8 \text{ nm}$. Cela dénote la quasi-absence de pores de rayons inférieurs à cette valeur quel que soit le matériau et quelle que soit sa maturité.

Il est à noter que dans le cas du mortier EC0,4% décoffré à 1 jours, la condensation capillaire ne semble se produire qu'à partir d'une H.R. de 80% ($r_p(80\%) = 6 \text{ nm}$). Sachant que la classe de pores de rayons compris entre 2 et 5 nm est propre aux gels de C-S-H, ce matériau serait donc faiblement hydraté. Ce résultat semble cohérent car, lors du décoffrage à 1 jour, le degré d'avancement de l'hydratation de ce matériau était faible. D'autre part, sa cinétique de séchage est relativement brutale, ce qui amène à penser que les réactions d'hydratation sont rapidement stoppées.

Pour les trois compositions de mortier testées, l'augmentation du temps de décoffrage des matériaux tend à accroître la condensation capillaire entre 70 et 90%. Ce résultat est cohérent puisque l'accroissement du squelette solide lors d'une hydratation plus prononcée conduit à l'obtention d'une porosité plus fine.

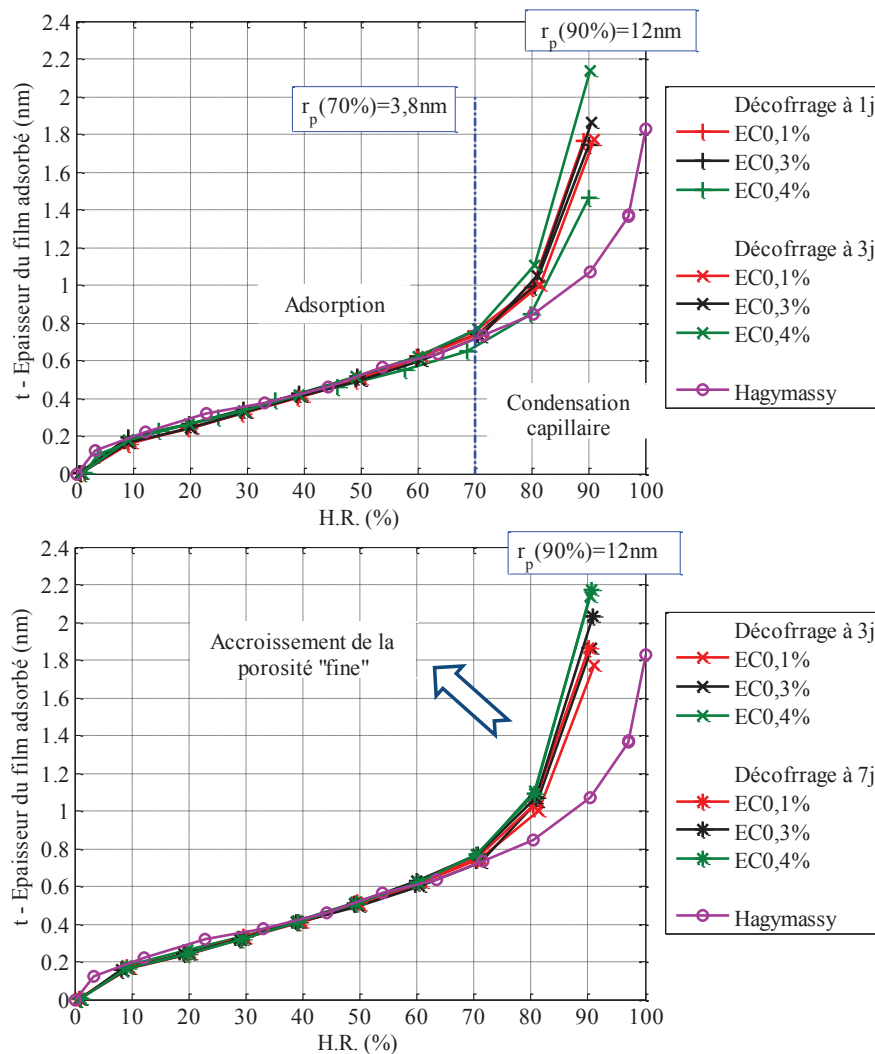


Figure 59 Courbes-t des mortiers EC0,1/EC0,3 et EC0,4% 30 jours après le gâchage pour des décoffrage à 1, 3 et 7 jours

Il est à noter que le degré d'hydratation des trois compositions lors du décoffrage à 3 et 7 jours est quasi identique (cf. Tableau 7). Or, pour ces échéances, on remarque une condensation capillaire

plus prononcée pour les mortiers les plus adjuvés. Ce résultat semble indiquer que l'augmentation du dosage en éther de cellulose favorise l'obtention de classe de pores de rayons de l'ordre de la dizaine de nm. Le fait que cette tendance soit observée pour les deux échéances de décoffrage tend à montrer que celle-ci n'est pas liée à un artefact de mesure mais est intrinsèque au matériau. Elle est liée à l'impact de l'éther de cellulose sur la porosité.

Ce résultat est d'ailleurs en accord avec l'augmentation de l'hystérèse entre la courbe de sorption (DVS) et la courbe de désorption (méthode « statique ») observée suite à l'augmentation du dosage en éther pour un décoffrage à 3 jours (Figure 60). Le fait que l'effet « bouteille d'encre » soit plus prononcé dans le cas des mortiers ECO,3% et ECO,4% semble indiquer que ceux-ci comportent plus de pores de faible dimension que le mortier ECO,1%. D'autre part, cette conclusion est en accord avec les observations réalisées à partir des surfaces spécifiques B.E.T., à savoir une densification du squelette solide avec l'accroissement de la quantité d'éther.

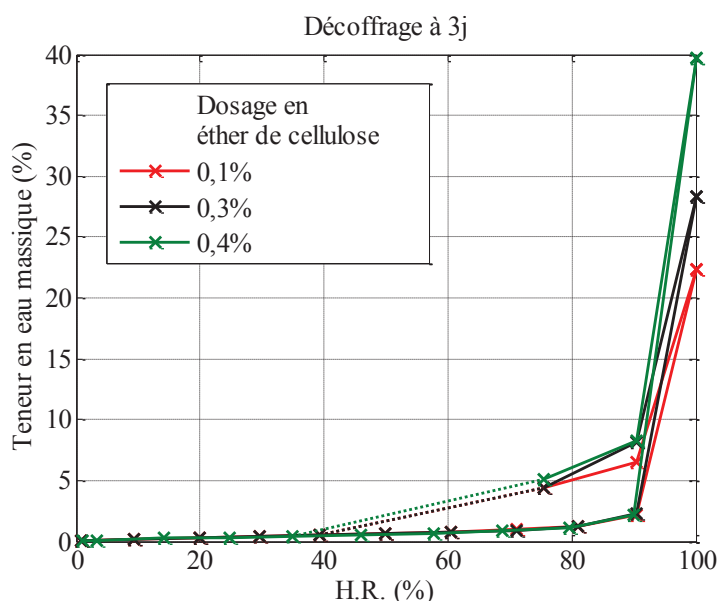


Figure 60 Isothermes d'adsorption des mortier ECO,1%, ECO,3%, ECO,4% obtenues par la méthode statique et la méthode dynamique

- Interprétation des résultats

Les mesures de porosité accessible à l'eau révèlent une légère augmentation de la porosité du mortier « effectif » avec l'augmentation du dosage en éther de cellulose (Figure 61). A contrario, les isothermes d'adsorption semblent indiquer que l'augmentation du taux d'éther de cellulose favorise la densification de la structure poreuse. Ces résultats semblent à première vue contradictoires mais il est fort probable que les mortiers faiblement adjuvés soient principalement composés de pores capillaires de grande dimension.

La procédure DVS employée impose un palier maximum à H.R. = 90%. Elle ne nous permet pas d'évaluer le comportement du matériau pour des humidités relatives plus élevées. Or c'est principalement dans la plage 90-100% que les modifications de la porosité du matériau sont les plus affectées par l'hydratation du matériau. L'hydratation de nos matériaux conduit principalement à la formation de pores dont les rayons sont supérieurs à une dizaine de nm ($r_p(90\%) \approx 10 \text{ nm}$) (cf. Figure 59).

La densification du réseau poreux avec l'accroissement du taux d'éther de cellulose peut être expliquée par un mécanisme d'encombrement stérique. Comme nous l'avons précédemment

proposé, il est fort probable que l'hydratation de la matrice cimentaire ne puisse se produire au sein des bulles d'air. Ce type de porosité pourrait en conséquence être considéré comme une limite spatiale au développement des hydrates. Ainsi, supposons un grain de ciment placé à proximité d'une bulle d'air. Au cours de l'hydratation, les hydrates se développent en quantité identique tout autour de sa circonférence conduisant à l'accroissement progressif de la sphère d'hydrates. Lorsque cette sphère atteint le bord de la bulle d'air, son développement est limité suivant cette direction, ce qui conduit à un dépôt plus important des hydrates suivant les autres directions.

Dans le cas d'un matériau faiblement adjuvanté, les hydrates se développent majoritairement sans contrainte. Le développement de la microstructure est alors principalement lié à la dispersion des grains de ciment. Le rapport E/C de nos matériaux étant élevé, ceux-ci sont fortement dispersés, ce qui conduit à l'obtention d'une surface spécifique relativement faible et à l'obtention d'une faible quantité de méso pores.

Pour un même volume de matériau, l'augmentation du dosage en éther de cellulose conduit à une augmentation du volume d'air occlus. Les directions de développement des hydrates sont donc en conséquence d'autant plus limitées. Les bulles d'air agissent alors comme un goulot d'étranglement vis-à-vis du développement du mortier « effectif ». La jonction entre les hydrates se produit donc plus précocement que dans le cas des matériaux faiblement adjuvantés. La surface spécifique du matériau est en conséquence plus rapidement élevée. Le développement des hydrates étant alors limité à la fois par les bulles d'air et les phases hydratés en contact, les dimensions des pores environnant se réduisent notablement ce qui conduit à l'obtention d'une méso-porosité plus importante que dans le cas des mortiers faiblement adjuvantés.

Cette interprétation n'est cependant basée que sur une technique de mesure (isotherme d'adsorption). Des mesures par porosimétrie à intrusion mercure pourraient être intéressantes afin d'évaluer l'évolution de la distribution poreuse et ainsi de confirmer cette hypothèse.

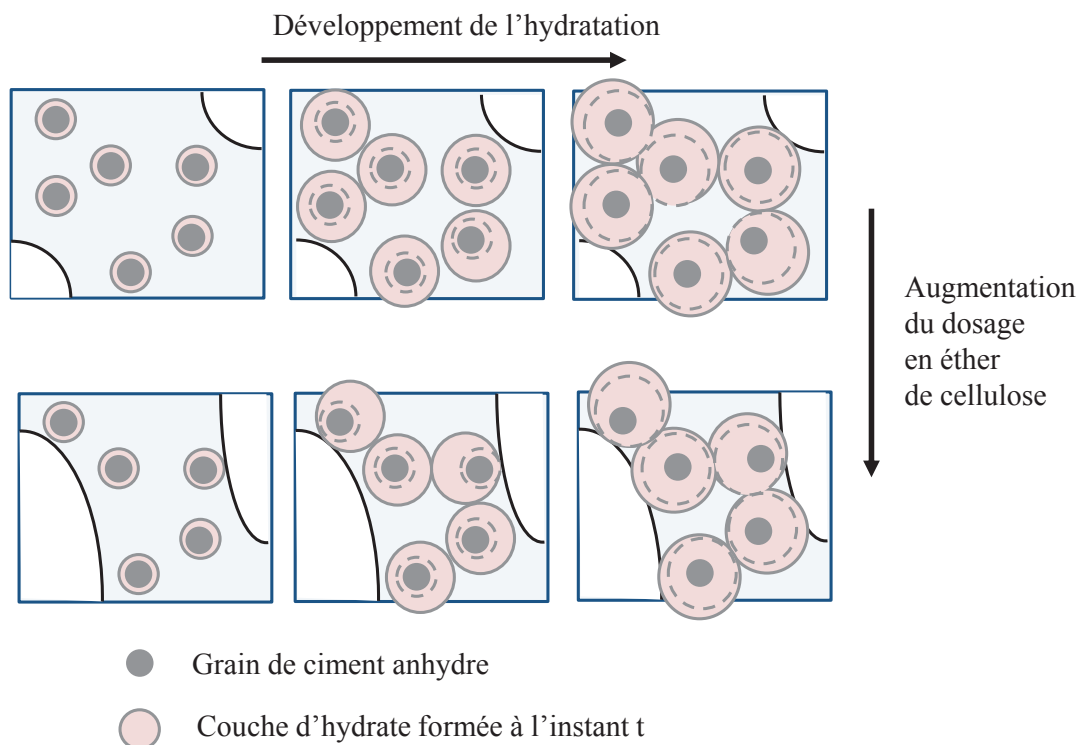


Figure 61 Représentation schématique de l'impact des éthers de cellulose sur le développement de la microstructure

2.4.5. Synthèse

La détermination des isothermes d'adsorption à la vapeur d'eau de nos mortiers a été principalement menée à partir d'une méthode dynamique (DVS). Cette technique n'étant que peu citée dans la littérature (De Belie, et al., 2010) (Trabelsi, 2010), des essais préliminaires sur un matériau totalement hydraté ont été menés afin d'identifier ses limites, en comparant ses résultats avec ceux obtenus par une méthode statique (solution saline).

Cette étude montre la pertinence de l'utilisation de cette technique pour déterminer le comportement en sorption de nos matériaux, la réhydratation du matériau lors de l'essai étant théoriquement impossible. D'autre part, la concordance des courbes de désorption par les deux méthodes pour de faibles H.R. (0-50%) semble indiquer l'absence d'endommagement lors du pré conditionnement du matériau qui peut sembler de prime abord brutal et aurait pu affecter la microstructure et donc les résultats. En revanche, cette étude nous indique qu'en raison de la non-saturation complète du matériau lors de la phase de sorption, la courbe de désorption est sous-évaluée pour la plage d'humidité élevée (50-100%).

Les études comparatives qui ont été menées sur nos matériaux s'étaient basées donc sur le comportement en sorption obtenu par DVS et sur les courbes de désorption obtenues par solutions salines. Sachant que le séchage des éprouvettes conduit à un arrêt précoce de l'hydratation, les isothermes d'adsorption ont été réalisées sur le même matériau pour différents temps de décoffrage pour évaluer l'impact de l'hydratation sur la microstructure.

La forme des isothermes d'adsorption obtenue pour tous les mortiers décrivent des matériaux majoritairement composés de macropores quel que soit le degré d'hydratation du matériau. Ce résultat est explicable, d'une part, par le très fort rapport E/C de nos matériaux et, d'autre part, par la forte quantité d'air entraîné liée à l'adjonction d'éther de cellulose. Les surfaces spécifiques équivalentes B.E.T. de nos matériaux sont calculées. On y constate une augmentation de celles-ci avec l'augmentation du temps de cure. Ce résultat traduit la densification du squelette solide lors de l'hydratation du matériau. L'accroissement de la surface spécifique n'est cependant pas proportionnel au degré d'avancement des réactions d'hydratation.

L'adjonction des éthers de cellulose ne semble pas influencer notablement sur la forme des isothermes d'adsorption. L'augmentation globale de la porosité observée avec l'accroissement du taux d'éther ne se traduit donc pas par une modification importante de la micro et de la mésoporosité confirmant le concept de mortier effectif présenté au chapitre précédent. Les surfaces spécifiques équivalentes BET, les comparaisons par courbe t et les hystérèses semblent en outre indiquer que l'accroissement de la quantité d'éther semble favoriser la proportion de pores capillaires de faibles dimensions.

La reproductibilité des essais n'étant pas assurée, ces conclusions restent cependant à confirmer. Des essais complémentaires par intrusion de mercure seraient d'autre part nécessaires afin de compléter les informations fournies par les isothermes sur l'évolution de la distribution porale au cours de l'hydratation et sur l'impact des éthers.

2.5. Etude du retrait libre de dessiccation

Lors du séchage d'une couche de mortier sur un support (ou substrat), le retrait de dessiccation est le phénomène moteur qui conduit à la fissuration du matériau et peut entraîner par conséquent sa décohésion du substrat. Afin de comprendre l'impact du séchage sur l'adhérence, il est donc essentiel d'estimer l'ampleur de ces déformations.

A l'instar des essais réalisés par Monge (Monge, 2007), les déformations de retrait sont mesurées pour différentes échéances de décoffrage afin de pouvoir évaluer l'impact de l'hydratation et du développement microstructural du mortier.

2.5.1. Protocole expérimental

Le mode de conditionnement et les géométries des éprouvettes testées sont identiques à celles des expériences réalisées pour suivre la cinétique de séchage des matériaux. Les matériaux ont été coulés dans des moules 2×4×16 cm dans lesquels des plots d'ancrage sont préalablement placés aux extrémités. Les moules sont alors placés dans une enceinte à (23°C±2°C) et recouverts de polyane pour une conservation en conditions endogènes. Aux échéances de 1, 3 et 7 jours, des éprouvettes ont été décoffrées et placées dans une salle contrôlée en température et en humidité (23°C±2°C et H.R. = 60±5%). Les faces latérales de ces parallélépipèdes ont été recouvertes de papier aluminium adhésif. Seules les deux faces opposées 4×16 cm sont libres de sécher reproduisant la géométrie de séchage d'une couche de mortier de 1 cm placée sur un support.

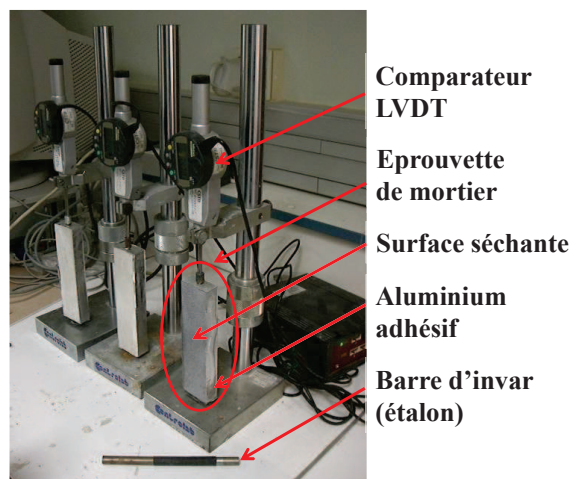


Figure 62 Photographie du dispositif de mesure du retrait libre de dessiccation

Un capteur LVDT permet de mesurer l'évolution des déplacements longitudinaux de l'ensemble de l'éprouvette au cours du séchage (Figure 62). Les déformations induites par le retrait de dessiccation ε_r (en $\mu\text{m}/\text{m}$) sont calculées comme :

$$\varepsilon_r(t) = \frac{\Delta l(t)}{l_0} \cdot 10^6 \quad (0-28)$$

Avec l_0 la longueur initiale de l'éprouvette (m) et Δl l'écart de déplacement entre l'instant initiale et l'instant t mesuré par LVDT (m).

On peut s'interroger sur la géométrie de séchage des éprouvettes adoptée, à savoir un séchage symétrique sur une épaisseur de 2 cm. Des éprouvettes 1×4×16 cm séchant sur une seule face serait en effet plus proche de la géométrie de séchage d'une couche d'enduit placée sur un support (Figure 63). Cependant, le séchage n'étant pas symétrique pour cette géométrie, le retrait qui se produit plus rapidement en surface qu'en cœur pourrait conduire à une flexion de l'éprouvette (ou tuilage) et

ainsi amener à une surévaluation des déformations de retrait. Dans le cas d'un séchage symétrique, le retrait différentiel étant identique de part et d'autre du plan de symétrie, aucun moment de flexion ne se développe dans l'éprouvette. Le matériau se contracte donc suivant la direction de mesure permettant ainsi d'obtenir une déformation globale de l'éprouvette suivant cet axe.

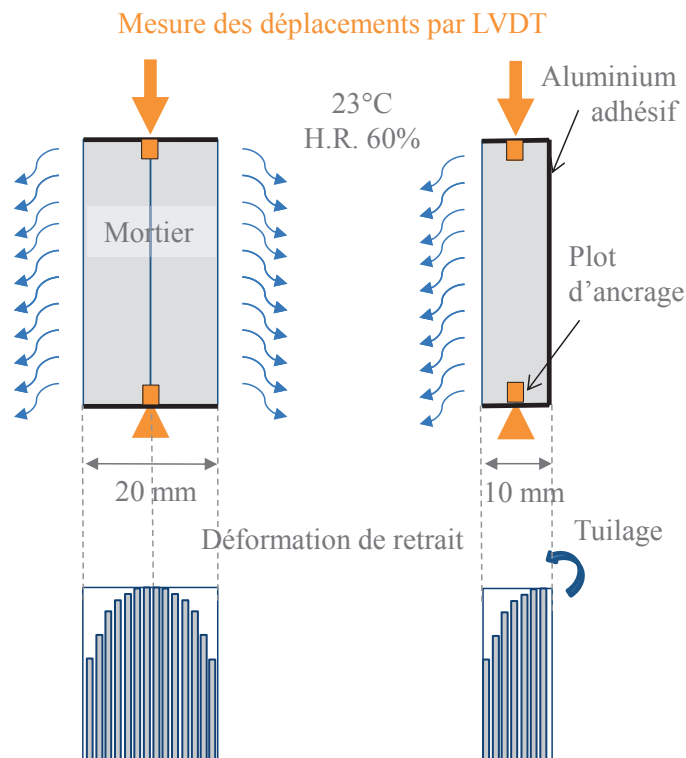


Figure 63 Représentation schématique du mécanisme de retrait pour un éprouvette 2×4×16cm (à gauche) et pour une éprouvette 1×4×16cm (à droite)

2.5.2. Résultats et discussion

2.5.2.1. Evolution du retrait de dessiccation au cours du temps

- Mortier ECO,11%

La Figure 64 donne les déformations de retrait libre du mortier ECO,11% pour différents temps de décoffrage. On remarque que plus le matériau est décoffré tardivement, plus l'amplitude finale du retrait est élevée.

Ce résultat est en accord avec les résultats précédemment obtenus par Monge (Monge, 2007) sur des mortiers adjuvés avec des éthers de cellulose et des latex. Cependant, il n'en demeure pas moins contre intuitif. En effet, plus le matériau est décoffré tardivement, plus les réactions d'hydratation se sont développées sans contrainte (sans séchage). En conséquence, la matrice cimentaire mieux hydratée est plus compacte (comme nous l'avons mis en évidence à la section 2.3) et donc mieux à même de résister à la dépression capillaire induite par le séchage du matériau. Le retrait devrait, suivant ce scénario, être plus important lors d'un décoffrage précoce du matériau.

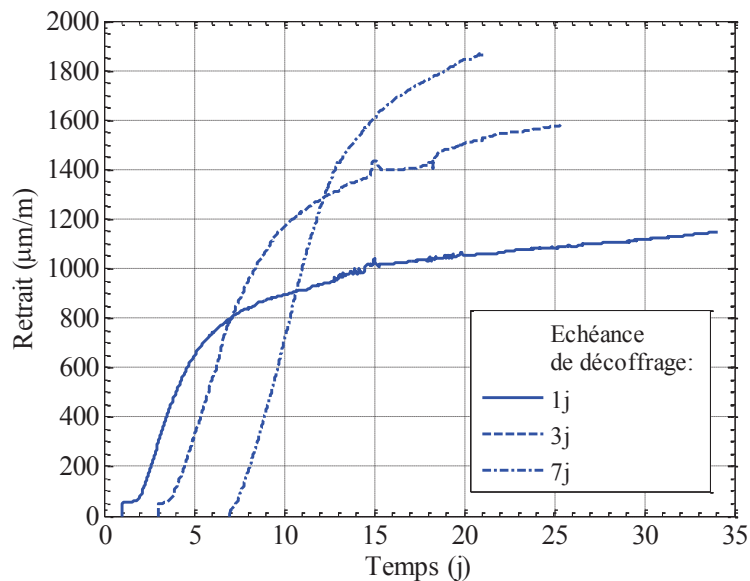


Figure 64 Evolution du retrait de dessiccation du mortier ECO,11% pour différent temps de décoffrage

- Impact du dosage en éther de cellulose

Les mesures de retrait libre sur les mortiers ECO,1%, ECO,3% et ECO,4% n'ont été menées que pour deux échéances de décoffrage, 1 et 3 jours (Figure 65). A l'instar du mortier ECO,11%, le retrait de dessiccation est d'autant plus important que le décoffrage des éprouvettes est réalisé tardivement. Il est à noter que dans le cas du mortier ECO,4%, les différences entre les valeurs de retrait finales, lors d'un décoffrage à 1 et 3 jours, sont relativement faibles comparativement aux autres compositions.

Lors d'un décoffrage à 1 jour, l'augmentation du dosage en éther de cellulose augmente l'amplitude du retrait mesurée à 20 jours. La cinétique de retrait est également accentuée. Ces résultats contredisent l'hypothèse émise par Lin et Huang (Lin, et al., 2010) qui suppose que le retrait de dessiccation diminue avec l'augmentation du dosage en éther en raison de la diminution de la tension superficielle de l'eau contenu dans le réseau poreux qu'elle entraîne. En revanche, ce comportement pourrait être en partie lié à une rigidité moindre (cf. chapitre 3) dans le cas des mortiers fortement adjuvantés. Ces matériaux seraient moins à même de résister à la dépression capillaire ce qui conduirait à des déformations plus importantes du squelette solide.

Lors d'un décoffrage à 3 jours, pour les mortiers ECO,1% et ECO,3%, on remarque à nouveau un accroissement du retrait final avec l'augmentation de la quantité d'éther. En revanche, pour cette échéance et contrairement au comportement observé lors d'un décoffrage à 1 jour, le développement du retrait du mortier ECO,4%, bien que plus rapide à celui du mortier ECO,1%, est un peu plus lent que celui du mortier ECO,3%. Cette observation tend à montrer que le mécanisme proposé dans le paragraphe précédent n'est pas prépondérant.

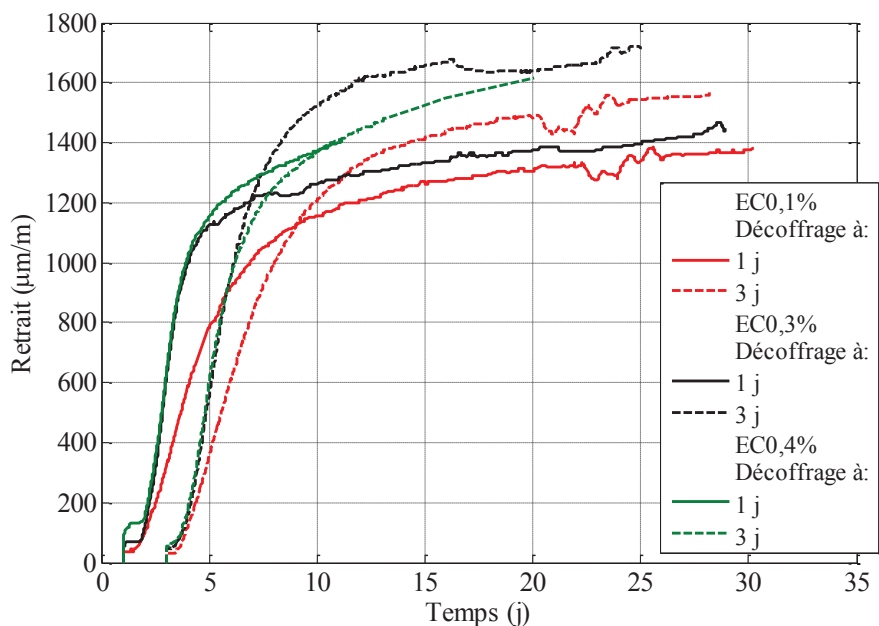


Figure 65 Evolution du retrait de dessiccation du mortier EC0,1%/EC0,3% et EC0,4% pour différents temps de décoffrage

- Discussion

Dans la littérature, plusieurs travaux peuvent nous aider à interpréter nos résultats, et notamment le lien entre la microstructure et le retrait de dessiccation.

Les matériaux composés de laitier de haut fourneau activé (AAS Alkali Activated Slag) possèdent des amplitudes de retrait de dessiccation supérieures à celles des matériaux composés de ciment Portland. D'après divers auteurs (Collins, et al., 2000) (Palacios, et al., 2007), la forte amplitude de retrait observée pour ces matériaux est liée à leurs distributions porales. En effet, ces auteurs tendent à montrer, en comparant par porosimétrie à intrusion mercure, les structures porales de matériaux composés d'AAS avec celles de matériaux composés dans les mêmes proportions de ciment Portland, que les matériaux à base de ASS ont une proportion plus grande de méso-pores (10-100nm). La diminution du rayon moyen des pores contribuerait à augmenter la tension capillaire induite par le ménisque d'eau sur le squelette solide.

Selon certains auteurs (Ribeiro, et al., 2006) (Palacios, et al., 2007), c'est le mécanisme inverse qui expliquerait la diminution du retrait de dessiccation induit par l'adjonction d'agent anti-retrait. En décalant, la distribution porale du matériau vers un rayon de pores moyen plus élevé, cet adjuvant limiterait les effets de la dépression capillaire.

Au vu des observations réalisées à partir des isothermes d'adsorption, ce mécanisme peut être une explication quant à l'augmentation du retrait avec l'augmentation du taux d'éther et de l'augmentation du temps de décoffrage. Il semble en effet qu'il existe une corrélation (Figure 66) entre la surface spécifique des matériaux, révélatrice de la densification de leur réseau poreux, et l'amplitude finale des retraits de dessiccation estimée à partir de la Figure 64 et de la Figure 65.

Ainsi l'augmentation du temps de décoffrage contribue à l'obtention d'une porosité plus fine. Le rayon poreux moyen serait plus faible conduisant à une dépression capillaire plus intense et ainsi à un retrait de dessiccation plus important. Comme nous l'avons précédemment rapporté, l'augmentation du taux d'éther de cellulose semble accroître les pores capillaires de faibles dimensions. On peut alors supposer que l'augmentation du retrait de dessiccation est liée à la diminution du rayon moyen de ces matériaux.

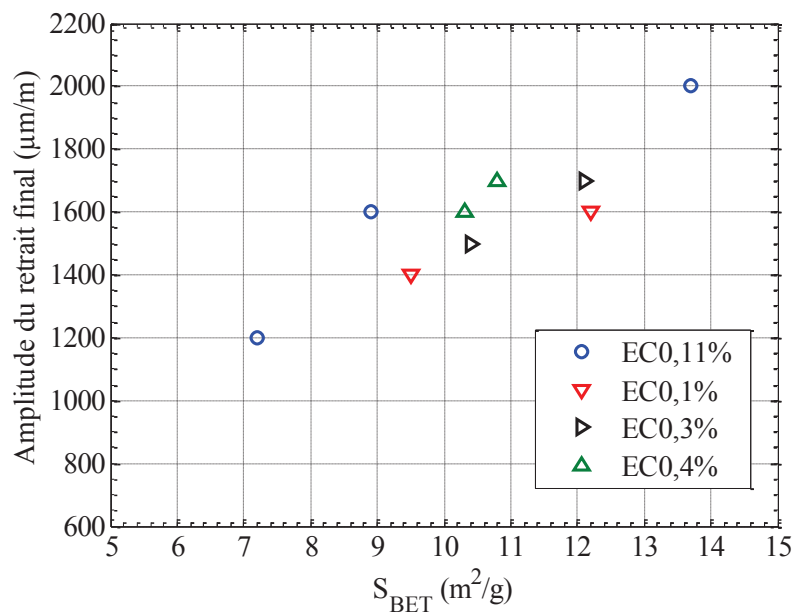


Figure 66 Lien entre la densification du mortier et la valeur final du retrait de dessiccation

2.5.2.2. Retrait de dessiccation en fonction de la perte en masse

Afin de mieux comprendre les mécanismes conduisant au retrait, les déformations de retrait sont tracées en fonction de l'évolution de la perte en masse. Les géométries et les conditions de conservations des éprouvettes sont identiques pour la mesure du retrait et celle de perte en masse, ce qui permet la comparaison de leurs résultats. La Figure 67 et la Figure 68 rapportent les résultats obtenus respectivement pour le mortier EC0,11% et pour les mortiers EC0,1%, EC0,3% et EC0,4%.

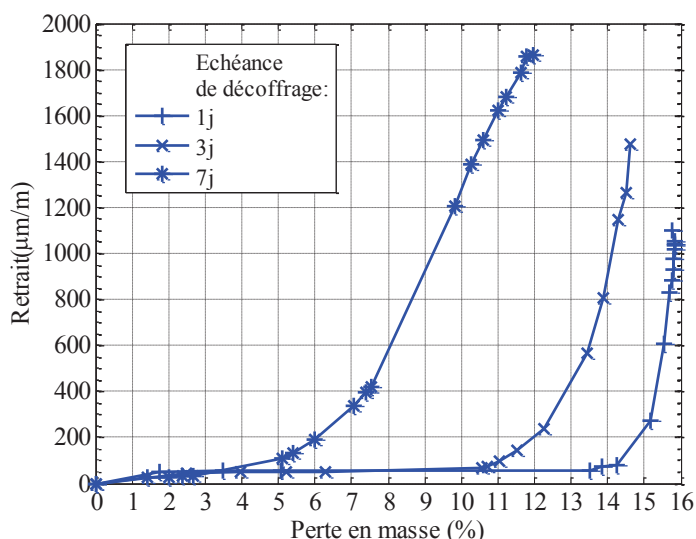


Figure 67 Evolution du retrait de dessiccation en fonction de la perte en masse (mortier EC0,11%)

Quel que soit le temps de décoffrage et le dosage en éther de cellulose, on peut distinguer deux phases successives. Une première phase au cours de laquelle le séchage du matériau ne semble pas

induire de retrait et une deuxième phase durant laquelle le retrait évolue « linéairement » avec la perte en masse. On remarque également, que plus le décoffrage est précoce, plus la première phase est longue et la phase « linéaire » est abrupte.

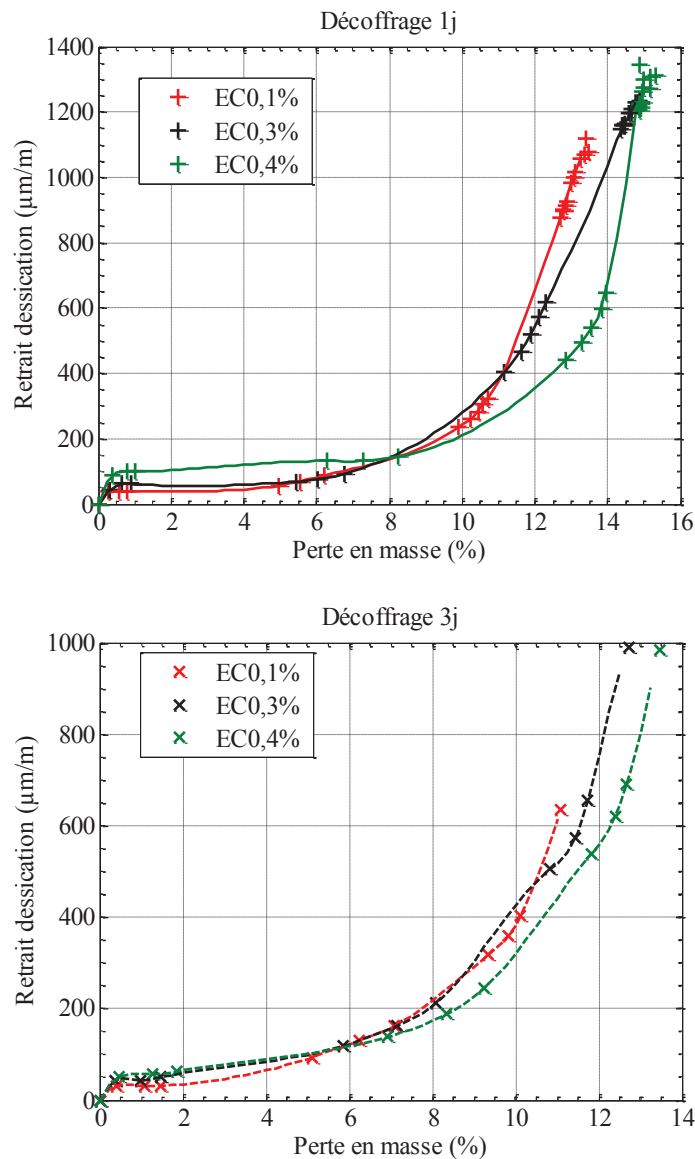


Figure 68 Evolution du retrait de dessiccation en fonction de la perte en masse (mortiers EC0,1%/EC0,3 et EC0,4%)

La présence de ces deux phases est couramment rapportée dans la littérature (Bissonnette, et al., 1999) (Burlion, et al., 2005) (Saliba, et al., 2011). Elles sont respectivement appelées phase « dormante » et phase « linéaire ». Granger (Granger, 1996) observe également une troisième phase à la suite des deux premières, phase asymptotique au cours de laquelle les déformations de retrait se stabilisent. Cette phase n'a pas été atteinte lors de nos expériences.

Certains auteurs (Granger, 1996) (Saliba, et al., 2011) attribuent la présence d'une phase « dormante » au développement d'une fissuration à la surface des éprouvettes, qui conduirait à limiter les déformations de retrait mesurées. Cette théorie s'appuie sur des expériences de retrait libre sur des éprouvettes de faibles dimensions pour lesquelles aucune phase dormante n'est observée. Du fait de leur dimension, le gradient de séchage, donc le gradient de contraintes et la

fissuration engendrée, est limité pour ces éprouvettes, ce qui expliquerait l'absence de phase dormante.

Cette théorie pourrait expliquer la diminution de la phase dormante avec l'accroissement du temps de décoffrage. Le matériau étant mécaniquement plus résistant, la fissuration de surface serait en conséquence limitée et ainsi la durée de la phase dormante serait limitée. Cependant, dans le cas de nos expériences, les éprouvettes sont de faibles dimensions et donc a priori peu sujettes à la fissuration. D'ailleurs, des observations par fissuromètre optique de la surface des éprouvettes n'ont révélé aucune fissure. D'autre part, Knapen (Knapen, et al., 2009) montre par des observations par MEB sur des mortiers adjuvantés avec des éthers de cellulose, que la présence de cet adjuvant limite la microfissuration de la matrice cimentaire. Dans le cas de nos matériaux, la fissuration de surface ne semble donc pas être à l'origine de la phase dormante.

Une autre hypothèse proposée dans la littérature (Neville, 1990) (Bissonnette, et al., 1999) est que le départ de l'eau libre des capillaires de grande dimension n'entraîne pas de retrait.

Afin d'évaluer la validité de cette hypothèse, nous traçons l'évolution de la durée de la phase « dormante » (détermination par interpolation linéaire des phases dormante et linéaire) en fonction de la surface spécifique équivalente B.E.T. (Figure 69). Dans le cas du mortier EC0,11%, on remarque la très bonne corrélation entre ces deux paramètres ($R^2 = 1$). Dans le cas des autres compositions de mortier, la détermination de la durée de la phase dormante est affectée par le manque de mesure de perte en masse au moment critique de changement de régime du retrait. On remarque cependant un lien entre la densification du réseau poreux et la diminution de la phase dormante. Cela nous conduit à penser que, dans le cas de nos matériaux, l'origine de la phase dormante est liée au départ de l'eau de la macroporosité, conformément à l'hypothèse proposée par (Neville, 1990) (Bissonnette, et al., 1999).

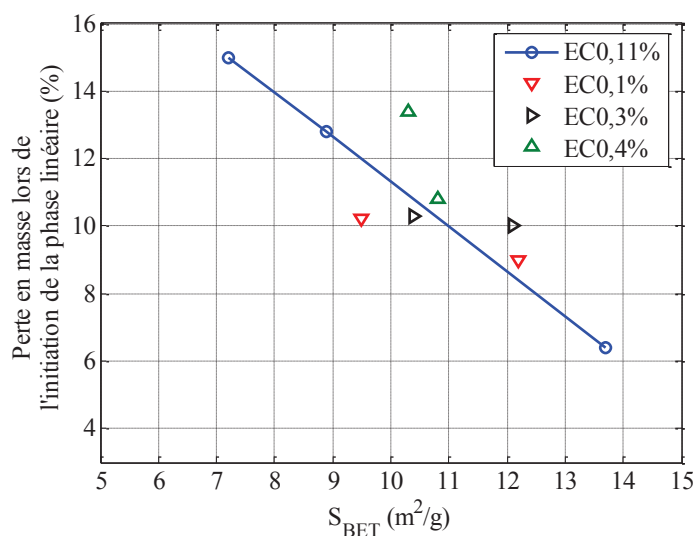


Figure 69 Relation entre la densification du mortier et la longévité de la phase dormante

2.5.3. Synthèse

En se basant sur une géométrie de séchage représentative d'une couche de mortier de 1cm placée sur un mur, le suivi des déformations de retrait libre de dessiccation a été réalisé par LVDT. A l'instar des résultats fournis par Monge pour des mortiers adjuvantés par des EC et des latex (Monge, 2007), l'amplitude du retrait est d'autant plus importante que le décoffrage est tardif. Ce résultat bien qu'en accord avec certains résultats de la littérature est a priori contre intuitif. L'augmentation du

dosage en éther de cellulose semble accroître l'ampleur du retrait de dessiccation. En revanche, l'augmentation du temps de cure sur l'évolution du retrait semble plus complexe. En se basant sur les résultats fournis par l'analyse des courbes d'adsorption de ces mortiers une interprétation est proposée.

La comparaison des cinétiques de séchage et de retrait de dessiccation nous amène également à nous interroger sur les mécanismes à l'origine de ce retrait et en particulier sur les origines d'une période dormante. En se basant sur les travaux de la littérature, différentes hypothèses sont avancées dans ce chapitre.

3. CARACTERISATION MECANIQUE DES MORTIERS CEReM

La connaissance de l'évolution au jeune âge du module d'élasticité et de la résistance en traction de nos matériaux est primordiale pour la prédiction de l'évolution de l'état de contraintes induit par le retrait restreint du mortier par le support.

De nombreux travaux ont montré que le développement des caractéristiques mécaniques des matériaux à base cimentaire est à relier au développement de la matrice cimentaire et par là même au degré d'hydratation de cette dernière. Cependant, le comportement des mortiers auxquels ont été incorporés des adjuvants organiques comme les éthers de cellulose est parfois complexe. Les modèles de la littérature ne sont sans doute pas adaptés pour décrire leur comportement mécanique en fonction du degré d'hydratation du ciment. Nous avons donc cherché à caractériser expérimentalement le comportement des mortiers CEReM et l'influence sur celui-ci de la maturité du matériau et de son séchage.

Au jeune âge, les mortiers CEReM présentent des caractéristiques mécaniques (module élastique et résistance à la traction) très faibles. Un dispositif de mesure a donc été développé, au cours de la thèse, pour étudier nos mortiers dès le plus jeune âge. Dans le présent chapitre, nous présentons, après un rapide état de l'art, le dispositif mis au point, sa validation et l'étude de ses limites. Dans un second temps, sont présentés les résultats de campagnes expérimentales sur l'influence des éthers, de la maturité et du séchage sur le développement des caractéristiques mécaniques de nos matériaux.

3.1. Etat de l'art et justification de la méthode de mesure développée

La détermination expérimentale de l'évolution du comportement mécanique des matériaux cimentaires au jeune âge est fort délicate. D'une part, du fait de leur fragilité, les dispositifs expérimentaux (mode de chargement, conditions d'appui) ne peuvent être identiques à ceux employés pour la détermination du comportement des matériaux matures. D'autre part, les matériaux cimentaires étant encore saturés en eau, les dispositifs de mesure permettant le suivi des déformations par contact (comme les jauges d'extensométrie) peuvent difficilement être utilisés.

Afin de s'affranchir de ces contraintes, la majorité des études traitant du sujet s'effectue par des essais non destructifs. La mesure du module d'élasticité du matériau est déduite indirectement par le suivi de la propagation d'ondes ultrasonores dans le matériau ou par la détermination de la fréquence de résonance du matériau. L'un des principaux avantages de ces méthodes est de pouvoir effectuer des mesures en continu, dès le gâchage, sur un même échantillon et, ainsi, d'éviter une dispersion des résultats induite par la variabilité des échantillons inhérente à leur fabrication. Dans la suite, nous présentons succinctement les principales méthodes employées dans la littérature, puis nous justifions le choix de la méthode de mesure développée pour l'étude des mortiers CEReM.

3.1.1. Méthodes non destructives

- Ondes ultrasonores

La propagation des ondes ultra sonores dans un matériau est dépendante du degré d'interconnexion existant entre les particules solides. De nombreuses études ont donc employé cette propriété afin de suivre le développement de la matrice cimentaire au jeune âge et déterminer ainsi le seuil de percolation des matériaux cimentaires. Une onde ultrasonore est émise à la surface du matériau

testé. La réception du signal peut être réalisée par le transducteur ayant émis le signal (méthode en réflexion) ou par un récepteur se trouvant sur la face opposée du spécimen testé (méthode en transmission).

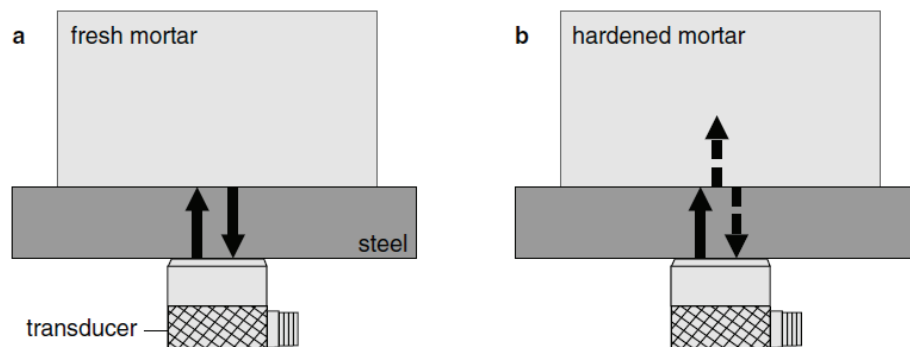


Figure 70 Principe de fonctionnement de l'essai ultrasonore en réflexion (Voigt, et al., 2006)

Dans le cas de la méthode en réflexion, la grandeur physique mesurée est l'amplitude de l'onde réfractée. Un matériau de transition fortement conducteur est placé entre le capteur et la surface de l'échantillon (Figure 70). Dans le cas d'un matériau visqueux (matériaux frais), la différence d'état physique (liquide/solide) avec le matériau de transition est telle qu'une infime partie de l'énergie fournie par l'onde est réfractée. La quasi-totalité est ainsi réfléchi vers le capteur. A contrario, le matériau se solidifiant, une part croissante de l'énergie de l'onde émise est absorbée par le matériau cimentaire, diminuant de fait l'amplitude de l'onde réfléchi (Reinhart, et al., 2004). Cette méthode permet donc de déterminer l'évolution de la prise du matériau (Öztürk, et al., 1999) (Valic, 2000). En couplant ces essais avec des essais de compression, Voigt et al. (Voigt, et al., 2006) montrent qu'il existe une bonne corrélation entre la perte en réflexion de l'onde et l'augmentation de la résistance en compression des mortiers. Ces méthodes sont aussi usitées dans le cas de structures réelles pour lesquels il est généralement difficile de placer un récepteur en face opposée.

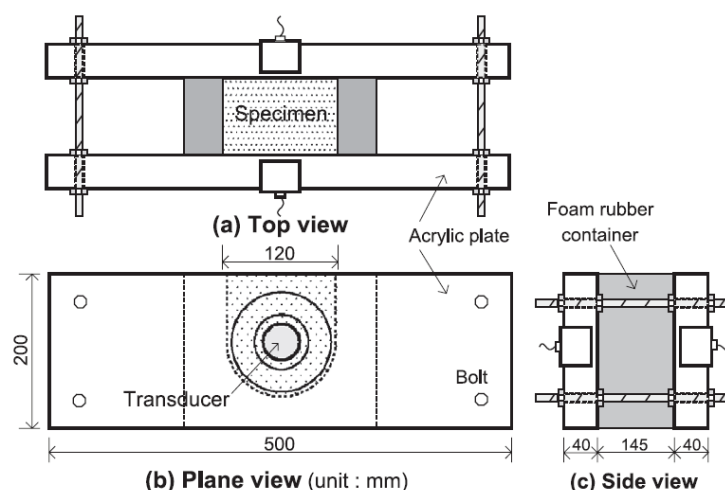


Figure 71 Dispositif expérimental d'un essai ultrasonore en transmission (Lee, et al., 2004)

Dans le cas de la méthode en transmission, la grandeur physique mesurée est la vitesse de propagation de l'onde entre l'émetteur et le récepteur (dispositif expérimental Figure 71). La pénétration de l'onde dans un fluide étant plus aisée que dans un solide, le temps entre le l'émetteur

et le récepteur (temps de vol) est donc dépendant de la proportion et de l'interconnexion des phases hydratées dans le milieu. A l'instar de la méthode en réflexion, de nombreuses études emploient la méthode en transmission afin de suivre la prise de matériau cimentaire (Reinhart, et al., 2004) (Lee, et al., 2004).

L'interaction de la matière solide avec l'onde peut être reliée au comportement mécanique du matériau. En conséquence, le temps de vol est dépendant du type d'onde émise. En supposant le matériau testé homogène isotrope, il est ainsi possible de relier le temps de vol de deux types d'ondes (transversale et longitudinale) à ses coefficients d'élasticité (Carino, 2011) (Martin, et al., 2000). Ces méthodes sont d'autant plus intéressantes qu'elles peuvent être conduites dès la mise en place du matériau et dans des conditions endogènes. Le lien existant entre l'hydratation et le développement des propriétés mécaniques de la matrice cimentaire au très jeune âge peut ainsi aisément être établi en effectuant en parallèle des essais de la calorimétrie adiabatique ou de conductimétrie. Kraus et Hariri (Krauss, et al., 2006) et Boumiz et al. (Boumiz, et al., 1996) vont plus loin en incorporant au sein d'une cellule adiabatique le dispositif ultrason, permettant ainsi de suivre l'hydratation et l'évolution des propriétés mécaniques sur un même échantillon.

- Fréquence de vibration

Cette technologie est généralement employée dans le cas d'applications industrielles pour lesquelles les échantillons sont de faibles dimensions, entre autre les composants électroniques. Ces méthodes se basent sur le lien existant entre la fréquence de vibration naturelle d'une poutre et le module d'élasticité du matériau qui la compose. Une poutre du matériau testé, dont le nombre de degrés de liberté est fixé, est excitée sous l'effet d'une impulsion mécanique (marteau (Schmidt, et al., 2005) (Gascon, et al., 1998), onde sonore (Akhter, et al., 2009)). En raison de la fragilité des matériaux testés l'impulsion excitatrice est très faible. En conséquence, le signal à mesurer est de faible amplitude et nécessite des dispositifs d'acquisition de grande précision (détecteur piezo électrique (Schmidt, et al., 2005), interférométrie laser (Gascon, et al., 1998) (Akhter, et al., 2009) (Gonzalez-Pena, et al., 2001), accéléromètre (Azenha, et al., 2010)).

Si ces dispositifs expérimentaux sont employés couramment sur des matériaux cimentaires (Graft-Johnson, et al., 1969) (Gonzalez-Pena, et al., 2001) (Rozière, et al., 2007), le mode d'application de l'impulsion excitatrice nécessite que les matériaux aient atteint une certaine maturité. Cependant des travaux récents tentent de palier à ce problème afin de suivre l'évolution du module d'élasticité du matériau au cours de sa prise (Azenha, et al., 2010) (Maia, et al., 2011). Pour ce faire, le béton est coulé dans un tube acrylique de grande longueur (60-180cm). L'excitation de la poutre est produite par les vibrations de l'activité humaine environnante. Ces études tendent à montrer la cohérence des modules d'élasticité finaux mesurés par cette technique avec ceux mesurés par des tests de compression classiques, ainsi que la bonne répétabilité de la technique.

3.1.2. Limites des méthodes non-destructives pour l'étude des mortiers CEReM

Les méthodes non destructives sont souvent les seules méthodes citées pour l'étude du comportement du matériau au très jeune âge, en particulier de son module élastique. Cependant, les modules d'élasticité mesurés par ces méthodes (modules « dynamiques ») divergent des modules d'élasticité mesurés par les essais de traction/compression classiques (modules « statiques ») (Figure 72). Dans le cas des matériaux cimentaires, l'un des principaux biais de ces méthodes est de ne pas être en mesure de dissocier l'impact de l'eau contenue dans le matériau de celui du solide sur les grandeurs physiques mesurées. Or les propriétés mécaniques de ces matériaux sont issues uniquement du squelette solide. Ainsi, dans le cas d'essais ultrasonores, bien que faiblement transmissive, l'eau présente dans le réseau poreux participe à la propagation de l'onde, contribuant

de fait à surévaluer le temps de vol des ondes. L'eau ne participant pas au transfert de charge au sein du matériau, le module d'élasticité est donc surévalué par ces méthodes (Martinez y Cabrera, et al., 1992).

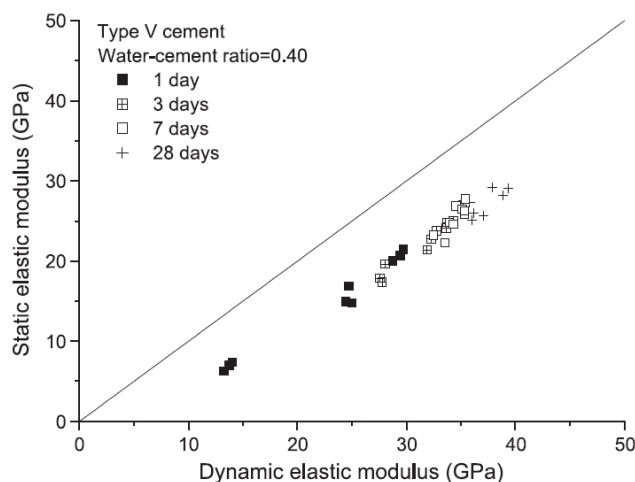


Figure 72 Divergence entre le module d'élasticité dynamique (méthode de la fréquence de vibration) et le module d'élasticité statique d'un béton (Han, et al., 2004)

3.1.3. Méthode de mesure retenue

En raison des forts rapports E/C des matériaux que nous étudions ($E/C = 1$) et de l'impact de l'eau interstitielle sur les mesures de module d'élasticité dynamique, nous avons opté pour des essais destructifs.

Comme nous l'avons précédemment indiqué, les dispositifs de mesure de déformations classiques ne peuvent être employés sur des matériaux non matures sans s'interroger sur la pertinence des mesures. Les jauges d'extensométrie ne peuvent être collées sans agir sur l'humidité du matériau en surface. Le matériau n'ayant pas totalement réalisé sa prise, le lien entre des jauges noyées et la matrice cimentaire risque de ne pas être optimum, conduisant à un possible jeu et donc à une mauvaise évaluation des déformations du matériau.

Dans le cas des extensomètres J2P fréquemment utilisés pour la caractérisation des propriétés des bétons en compression (Boulay, et al., 1981) (Rossi, et al., 2005) (Herve, et al., 2010), en raison de la faible rigidité du matériau, on peut s'interroger sur le lien existant entre le moyen de mesure et l'éprouvette (enserrage par vis). L'identification du module d'élasticité au cours de l'hydratation du matériau ne peut donc être obtenue par les moyens de mesure courants.

Afin de mesurer les déformations de nos éprouvettes au cours de nos essais, nous avons donc opté pour un moyen de mesure sans contact : la mesure de champ déplacement par corrélation d'images ou DIC (Differential Image Correlation). Cette technique permet de réaliser les essais sans que la mise en place du moyen de mesure ne nécessite un préconditionnement pouvant affecter la mesure. D'autre part, le moyen de mesure n'étant pas en contact avec l'éprouvette, son impact sur la mesure est quasi nul. Un autre avantage de cette technique est de permettre la mesure d'un champ de déplacement et d'avoir ainsi accès à une information sur l'ensemble de l'éprouvette et non plus uniquement en certains points de celle-ci.

Les méthodes basées sur la corrélation d'images ont largement été employées dans la littérature pour identifier le comportement mécanique de divers matériaux sous diverses sollicitations : céramique (Leplay, et al., 2010) (Huon, et al., 2007), métaux (Tung, et al., 2010) (Sánchez-Arévalo, et

al., 2008), matériaux polymériques (Chevalier, et al., 2001)). En revanche, peu d'études ont employé cette technique pour identifier le module d'élasticité dans le cas des matériaux cimentaires. Citons cependant les travaux de Huang et al. (Huang, et al., 2010) qui ont caractérisé le comportement en compression à 28 jours de différentes compositions de béton. Leur dispositif d'essai ne mesure pas le champ de déplacement de l'ensemble de l'éprouvette mais détermine par DIC la localisation de deux points aux extrémités de l'éprouvette aux cours de l'essai. Les déformations de l'objet sont alors obtenues en effectuant la différence de déplacement entre ces deux points (Figure 73). Le dispositif de Huang et al., basé sur les mesures par DIC, permet d'identifier le module d'élasticité avec une précision équivalente à celle obtenue par des extensomètres classiques.

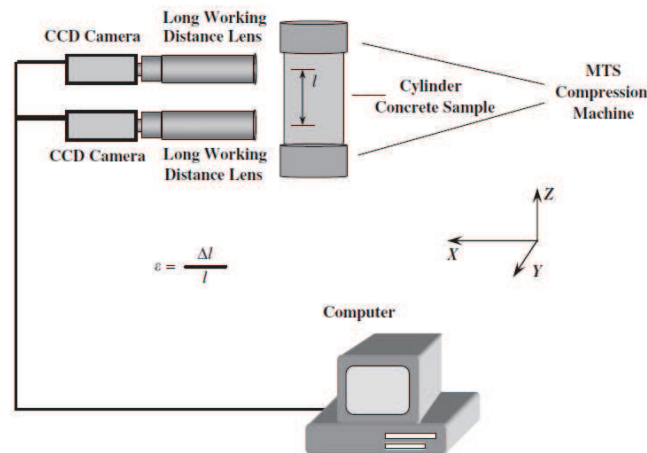


Figure 73 Schéma du dispositif d'identification du module d'élasticité d'un béton (Huang, et al., 2010)

Aucune étude n'a, à notre connaissance, utilisé cette technique pour suivre l'évolution du comportement de ces matériaux au jeune âge.

3.2. Dispositif expérimental proposé

L'objectif de notre étude était de mettre en place un dispositif de mesure permettant la détermination du module d'élasticité des mortiers à l'état frais en se basant sur un algorithme DIC préexistant, développé au sein du LMT-Cachan : Correli-Q4 (Hild, et al., 2002). Cependant à l'image de tout dispositif expérimental, nous nous sommes interrogés sur la pertinence des résultats et les limites du moyen de mesure employé.

3.2.1. Principe de la corrélation d'images

Au cours du chargement, une suite continue d'images de l'échantillon en train de se déformer est réalisée. Le chargement conduit au déplacement du motif de la surface observée entre deux images (image de référence et image déformée). L'algorithme de corrélation d'images identifie l'objet d'étude dans l'image déformée comme la zone possédant l'intensité de niveaux de gris $f(\cdot)$ le plus semblable à celui de l'objet d'étude dans l'image de référence $g(\cdot)$. La détermination du degré de vraisemblance entre ces deux zones est effectuée en recherchant dans l'image déformée la zone maximisant le produit d'intercorrélation de l'intensité de leurs niveaux de gris. Ce calcul est conduit dans l'espace de Fourier (utilisation de la TFR : Transformée de Fourier Rapide).

Le principe physique sous tendant cette recherche de vraisemblance, est le principe de conservation du flux optique du motif de l'objet entre les deux images. Les bruits aléatoires $b(\cdot)$ induits par

l'acquisition des images perturbent la conservation du flux (Eq. 3-1). L'utilisateur de cette technique doit donc disposer de moyens (éclairage, cellules CDD de la camera) suffisamment puissants pour que l'amplitude de ces bruits soit bien inférieure à celle des niveaux de gris mesurés.

$$g(\mathbf{x}) = f(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) + b(\mathbf{x}) \quad (3-29)$$

Ayant localisé les positions initiale et finale du centre de l'objet \mathbf{x} dans les deux images, cette procédure permet de connaître la translation dans le plan de mesure de l'objet notée $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ (Figure 74).

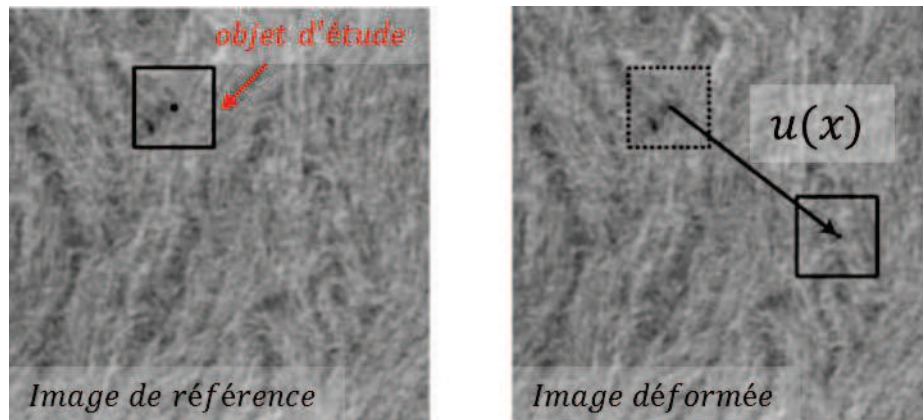


Figure 74 Détermination de la translation d'un objet par corrélation d'images
(adapté à partir de (Bergonnier, et al., 2005))

La méthode énoncée ci-dessus permet d'identifier la translation du centre de l'objet d'étude au cours d'un essai. Afin de mesurer les déformations de l'objet, celui-ci est subdivisé en sous zones appelées ZOI (Zone Of Interest) (Figure 75). La corrélation d'images est menée sur l'ensemble de ces ZOI, permettant ainsi d'obtenir le déplacement en chaque nœud de ce maillage. Les nœuds du maillage correspondent au centre de chaque ZOI. A l'instar des méthodes aux éléments finis, le champ de déplacement recherché est décomposé comme une combinaison linéaire de fonctions de forme. Dans le cas de notre étude, la base de décomposition est une base d'éléments Q4. Des fonctions de forme plus adaptées au champ de déplacement observé (prenant en compte la rotation induite par la flexion) auraient pu être employées à l'image de l'étude menée par Hild et al. (Hild, et al., 2009). Le développement et en particulier la validation de l'algorithme auraient cependant nécessité un temps précieux.

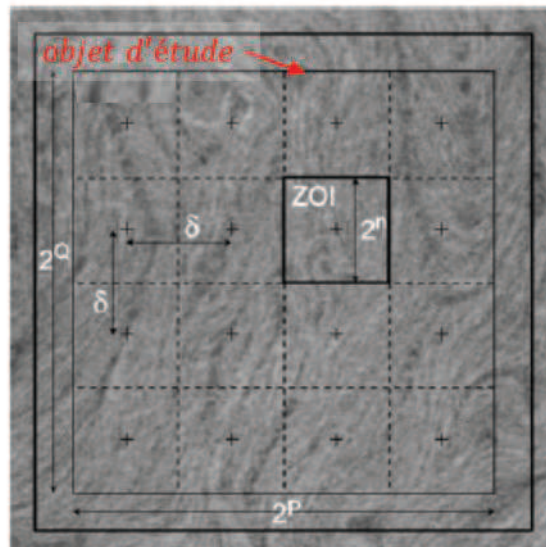


Figure 75 Maillage de l'objet d'étude dans l'image de référence (adapté à partir de (Bergonnier, et al., 2005))

Contrairement à un calcul aux éléments finis, l'estimation des déplacements est d'autant plus précise que la taille des éléments utilisés est importante. L'augmentation des dimensions des ZOI conduit à l'augmentation de la richesse en niveaux de gris de chaque élément. Les éléments étant d'autant plus distinguables dans l'image déformée qu'ils possèdent une signature en niveaux de gris qui leur est propre, l'augmentation de leur taille favorise donc la détermination d'un déplacement précis. Néanmoins, l'augmentation des dimensions des éléments du maillage limite la complexité du champ de déplacement observable. Pour une surface observée, la détermination des dimensions des éléments du maillage est donc un compromis entre la précision de la mesure de déplacement de chaque élément et la précision spatiale du champ de déplacement observé.

3.2.2. Géométrie des éprouvettes

Sous l'effet du retrait restreint, les enduits de façade sont soumis à des contraintes de traction. Nous devons donc développer un essai permettant d'identifier les propriétés de notre matériau sous ce type de chargement. Les essais devaient être conduits sur des matériaux au cours de leur prise. Une deuxième série d'essais devait être réalisée afin de déterminer l'impact du séchage sur les propriétés mécaniques du matériau. La géométrie de séchage des éprouvettes testées devait donc être en accord avec celle d'une couche de mortier placée sur une façade (comme nous l'avons déjà évoqué au chapitre précédent sur l'étude du retrait libre).

Les trois types tests couramment utilisés pour caractériser le comportement en traction des matériaux cimentaires sont l'essai de traction par fendage (ou essai brésilien), les essais de traction uni-axiale, et les essais de flexion.

- Essai brésilien

Une éprouvette cylindrique de mortier est comprimée sur l'ensemble de la hauteur du cylindre. Le test est conduit jusqu'à l'éclatement de l'éprouvette suivant l'axe vertical de chargement. Ce test profite du comportement des matériaux cimentaires dont la résistance en compression est très supérieure à la résistance en traction. L'éclatement du cylindre résulte donc du dépassement de la résistance en traction du matériau suivant l'axe perpendiculaire à l'axe de chargement. La Figure 76 présente les divers procédés d'application de chargement. Le

Tableau 9 répertorie les formules analytiques de détermination des contraintes de traction à proximité du point de chargement. Le numéro des tests se réfère à ceux de la Figure 76. Ce type de test aurait pu être une alternative au type de test employé durant nos travaux.

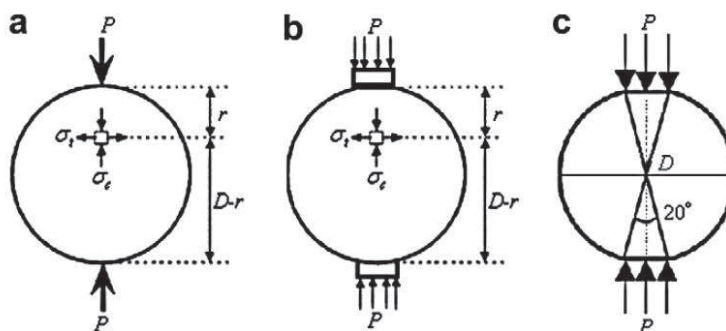


Figure 76 Divers modes de chargement possibles pour un essai de fendage (Lu, et al., 2011)

Tableau 9 Formules donnant les contraintes à rupture pour divers types d'essai brésilien (Lu, et al., 2011), avec : P chargement de compression, B hauteur, D diamètre du cylindre et b hauteur du barreau de retransmission du chargement

Type de chargement	a	b	c
Contrainte de traction	$\frac{2P}{\pi BD}$	$\frac{2P}{\pi BD} \cdot \left(1 - \left(\frac{b}{D}\right)^2\right)^{\frac{3}{2}}$	$0,95 \cdot \frac{2P}{\pi BD}$

- Essai de traction uni-axiale

Si le chargement appliqué est réparti de manière homogène sur l'ensemble des sections testées, ce type d'essai est théoriquement le mieux à même de caractériser le comportement des matériaux en traction. Nous avons dans un premier temps opté pour ce type d'essai.

Afin de s'assurer de la localisation des contraintes maximales dans la zone de mesure et éviter une rupture dans les zones d'application du chargement, nous avons choisi une géométrie en os (Figure 77). Les déformations des éprouvettes devant être mesurées par DIC, la surface des échantillons devait être plane vis-à-vis de la direction de chargement. En se basant sur des simulations numériques, nous avons optimisé la forme des éprouvettes afin d'éviter des concentrations de contraintes entre la zone d'accroche et l'arrondi. Les dimensions des éprouvettes (Longueur:16cm /Epaisseur:2cm /Largeur en zone étroite:4cm) sont en accord avec l'ordre de grandeur de l'ensemble des éprouvettes réalisées durant cette thèse. L'épaisseur de 2 cm permet de reproduire la géométrie de séchage d'une couche de mortier sur une façade et ainsi d'identifier l'impact du séchage sur les

propriétés mécaniques du béton. Des moules en silicone ont été fabriqués et des éprouvettes tests ont été réalisées.

Plusieurs raisons ont conduit à l'arrêt de l'utilisation de ce premier dispositif développé. Les éprouvettes de mortier étaient collées à la chaîne de chargement. Si dans le cas de mortiers ayant séché, des essais ont pu être réalisés, aucun essai sur des éprouvettes conservées en conditions endogènes n'a pu être conduit en raison de leur non-adhérence avec la colle. Un séchage par pistolet thermique des zones d'accroche aurait pu être envisagé, en supposant que ce conditionnement ait un impact mineur sur les propriétés du matériau dans la zone de mesure.

La mesure de déformation a été réalisée sur la zone échancrée de l'éprouvette. Aucun plan de référence (immobile au cours de l'essai) ne pouvait être défini au cours de la mesure. Or, comme nous le verrons dans les sections suivantes, nos mesures étant réalisées à l'aide d'un seul appareil photographique, des mouvements de corps rigides se produisent au cours de l'essai. Sans plan de référence, aucune correction du champ de déplacement mesuré ne pouvait être réalisée faussant les mesures de déformation.

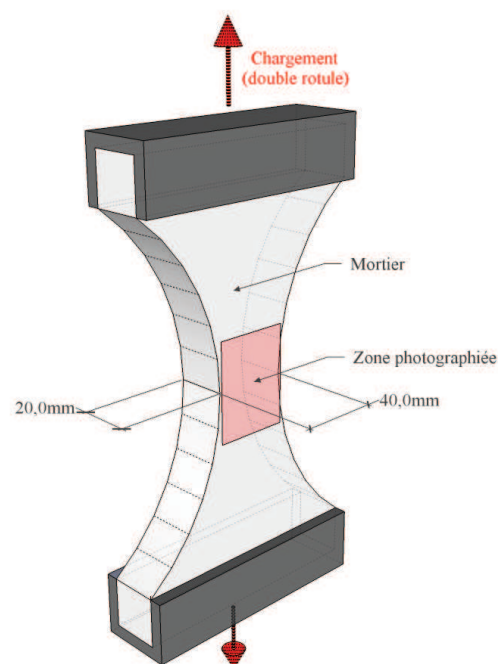


Figure 77 Représentation schématique de l'essai de traction direct testé

- Essai de flexion

Lors d'un essai de flexion, les fibres supérieures de la poutre se compriment sous l'effet du chargement tandis que les fibres inférieures se tendent jusqu'à rupture. A l'image de l'essai de fendage, ces essais profitent de la faiblesse des matériaux cimentaires en traction et du caractère quasi fragile de leur rupture. Cette configuration est donc, dans le cas des matériaux cimentaires, un essai permettant de caractériser leur comportement en traction. Nous avons choisi finalement l'essai de flexion pour étudier nos mortiers.

3.2.3. Présentation du dispositif développé

Comme pour le fendage, le principal avantage de l'essai de flexion est que le lien entre le dispositif d'essai et l'éprouvette est réalisé par contact et non pas par collage ou par serrage entre des mors. Le schéma de principe de l'essai est présenté sur la Figure 78. Les essais sont pilotés en force jusqu'à rupture du matériau. La contrainte à la rupture du matériau est calculée comme suit :

$$\sigma = \frac{M_f}{I_z} \cdot \frac{h}{2} \quad (3-2)$$

Avec σ la contrainte normale en fibre inférieure au droit du point de chargement, M_f le moment fléchissant dans la section au droit du point de chargement, I_z le moment quadratique de la section, h la hauteur de l'éprouvette.

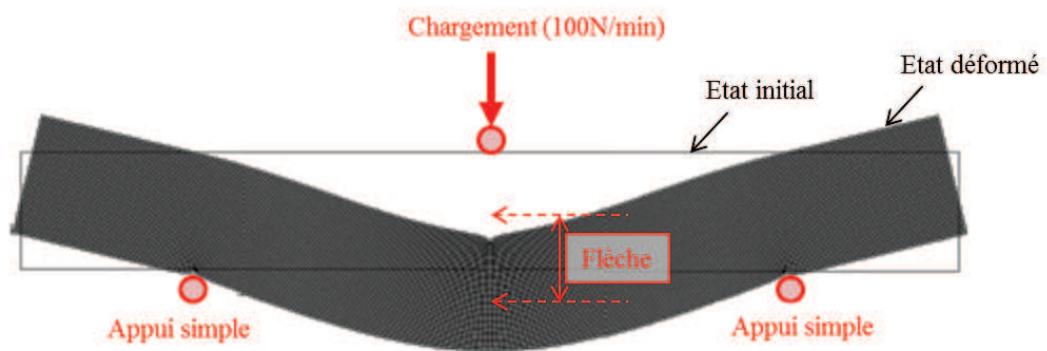


Figure 78 Schéma de principe de l'essai de traction utilisé

L'amplitude du chargement est suivie au cours de l'essai à l'aide d'un capteur de force. Un appareil photographique EOS 450D photographie la surface de l'éprouvette au cours du chargement. Les images sont dans un second temps traitées par corrélation d'images afin de calculer l'évolution du champ de déplacement. L'évolution de la flèche est calculée à partir du traitement de ces données. L'acquisition des images par déclenchement de l'appareil photographique et l'acquisition des mesures de force sont réalisées de manière simultanée par la même centrale d'acquisition. Au final, l'évolution de la flèche en fonction du chargement peut être établie et le module élastique calculé.

La longueur des éprouvettes testées est de 16 cm comme les éprouvettes pour les essais de suivi de l'hydratation par ATG (section 0). L'éprouvette de mortier est placée sur deux appuis simples dont l'écartement est de 10 cm. Un essai de flexion 4 points nous aurait permis d'avoir un état de contrainte homogène entre les deux points de chargement. En raison des faibles dimensions de l'entre-axe, ce mode de chargement ne pouvait être néanmoins aisément réalisable.

Afin d'éviter des moments de torsion parasites, un jeu permet une légère rotation du rouleau de chargement dans les directions perpendiculaires à la direction de chargement. Cette disposition permet de rattraper les défauts de planéité pouvant exister entre la surface sur appui et la surface de chargement.

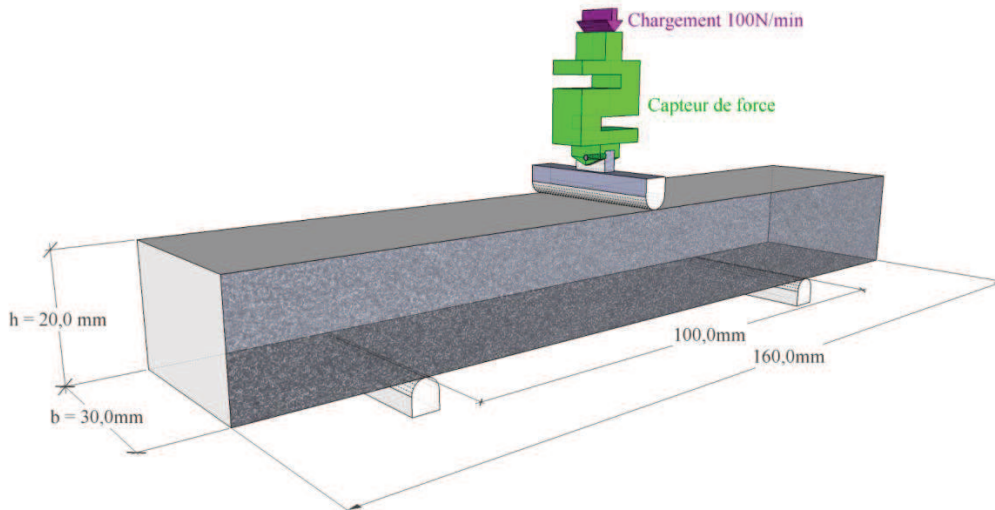


Figure 79 Représentation schématique du dispositif de flexion 3 points adoptés

- Choix de la géométrie et de l'orientation de l'éprouvette

Des essais préliminaires ont été menés sur des matériaux témoins avec une géométrie de 2×4×16cm. L'éprouvette a été disposée de sorte que la section d'essai ait une hauteur de 4 cm et une largeur de 2 cm (avec les notations classiques : $h = 4$ cm et $b = 2$ cm). Malgré les précautions prises durant la mise en œuvre, la surface par laquelle le coulage est réalisé possède de légères aspérités. C'est cette même surface qui est mise en contact avec le point de chargement. Ces défauts ont été gommés pour des matériaux secs, en effectuant un ponçage des surfaces. Cependant, la fragilité des matériaux au jeune âge s'oppose à tout traitement de surface avant essai. Les essais avec cette géométrie ont donc conduit à une mauvaise répartition du point de chargement et une rupture localisée en ce point.

Le mortier étant lisse le long des parois du moule, nous avons donc utilisé cette propriété afin d'assurer une bonne planéité des surfaces de contact. La hauteur des sections testées a donc été choisie égale à 2 cm pour une largeur de 3 cm (Figure 79).

- Méthode de détermination de la flèche par analyse inverse

Dans la configuration choisie ($h = 2$ cm et $b = 3$ cm), nous ne respectons pas la théorie d'Euler Bernoulli. Le lien entre le ratio flèche / chargement et le module d'élasticité ne peut plus être obtenu par des formules analytiques.

Afin de palier à ce problème, nous avons procédé par analyse inverse. Notre essai a été simulé numériquement par éléments finis (sur Cast3m). Le ratio flèche / chargement est calculé pour un matériau fictif de comportement élastique linéaire dont le module d'élasticité est fixé à 1 GPa. A partir du ratio flèche / chargement du matériau fictif à module « unitaire » et du ratio mesuré expérimentalement, nous sommes en mesure d'évaluer le module d'élasticité pour notre mortier.

Le maillage de l'éprouvette simulée sous Cast3m a été réduit au minimum. Les simulations numériques ont été menées en 2D et le calcul réalisé à partir d'élément Q4. L'ensemble des éléments sont de même taille (aucune discrétisation local). Pour les simulations d'éprouvette 2×3×16 cm, la taille minimum de l'élément ayant pu être employé est de 0,4 mm².

- Estimation de l'erreur due à la discrétisation

La dépendance des dimensions du maillage a été étudiée pour les deux sections testées (2×3 et 4×2 cm²) (Figure 80). On remarque que, dans le cas des $4 \times 2 \times 16$ cm (telle que $h = 2$ cm et $b = 3$ cm), la solution fournie par le code de calcul converge vers la solution analytique. L'erreur absolue existant entre la solution numérique obtenue avec le plus d'éléments et la solution analytique considérée comme exacte est de $0,58 \mu\text{m}$ (soit $2,97\%$).

Dans le cas d'une éprouvette $2 \times 3 \times 16$ cm ($h = 2$ cm et $b = 3$ cm), la flèche obtenue par simulation numérique ne converge pas vers la solution analytique (ce qui est normal puisque la solution analytique est basée sur l'hypothèse de Bernoulli, qui n'est pas vérifiée dans ce cas). Ne disposant pas de valeur exacte de la flèche pour cette géométrie, nous supposons que le pourcentage d'erreur entre la valeur exacte et la valeur calculée par éléments finis est du même ordre de grandeur que celui obtenu pour une section $4 \times 2 \times 16$ cm ($2,97\%$). Par ce biais, on estime l'erreur liée à l'approximation de la solution par éléments finis à $2 \mu\text{m}$.

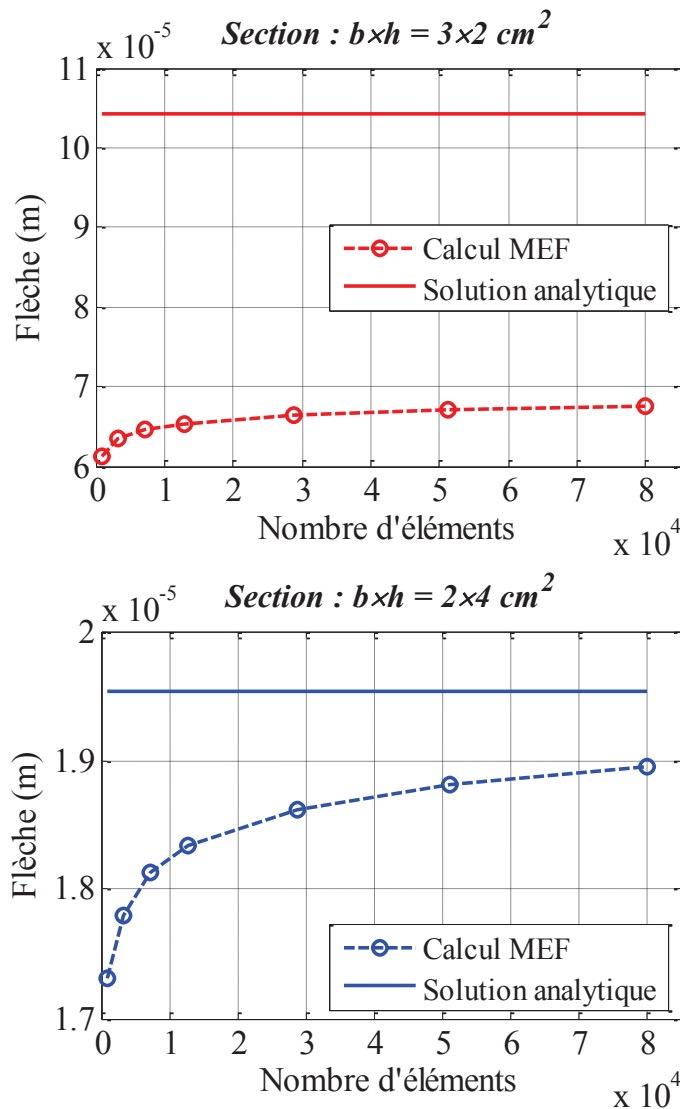


Figure 80 Impact du maillage sur le calcul de la flèche ($E = 1 \text{ GPa}$ /Chargement 100 N) (b : largeur h : hauteur de la section)

3.3. Analyse des erreurs systématiques de mesure

3.3.1. Erreurs dues au dispositif d'essai

Afin de pouvoir effectuer une analyse d'images suffisamment précise, c'est-à-dire pouvoir utiliser des ZOI de faibles dimensions, il est nécessaire de disposer d'une nuance de gris suffisamment importante sur l'ensemble de la surface étudiée (Hild, et al., 2002). Les divers facteurs sur lesquels peut influencer l'expérimentateur afin d'ajuster cette gradation, sont : la texture de la surface observée, l'éclairage et le mode de prise des images.

Par ailleurs, il est nécessaire de s'assurer du centrage de l'image et du parallélisme du plan d'observation avec celui de la surface observée. Les réglages afin d'obtenir une image convenable devant être réalisés dans un temps raisonnable, nous devons limiter le nombre d'étapes préliminaires à l'essai tout en conservant une précision de mesure suffisante.

Sur un échantillon sec, dont les dimensions sont identiques à celles des échantillons testés, la position de l'appareil photo est pré-réglée. Les diodes électroluminescentes sont ensuite placées afin d'obtenir une lumière blanche, diffuse sur l'ensemble de l'éprouvette.

Au vu de la taille des images photographiées, le motif des surfaces photographiées est faiblement texturé. Afin d'améliorer ce paramètre, nous avons donc eu recours à un « mouchetage » des surfaces au moyen de bombes de peinture. Afin d'éviter un séchage intempestif de nos éprouvettes, cette étape est réalisée seulement quelques minutes avant l'essai.

Le temps d'exposition des surfaces et leur éclairage influent sur l'intensité lumineuse captée par les cellules CCD et par là même sur le niveau de gris de l'image obtenue. Ayant réglé la luminosité appliquée à nos échantillons, les seules variables pouvant être réglées sont l'ouverture du diaphragme et sa vitesse d'obturation. Nous avons fixé la vitesse d'obturation pour tous les essais à 1/10 s. Cette valeur a été choisie afin de disposer d'un panel d'ouverture suffisante pour ajuster la qualité de l'image. Ce réglage est effectué à partir des informations fournies par le logiciel de corrélation utilisé qui dispose d'un outil pour estimer la qualité de la texture de l'image.

Le choix de la vitesse d'obturation a un impact direct sur la précision de nos mesures. En effet l'ensemble des mouvements se produisant durant ce temps de pose seront « intégrés ». La vitesse de chargement étant fixée pour tous les essais, la déformabilité du matériau va influencer sur la précision de la mesure effectuée. Plus le matériau est déformable, plus le déplacement entre le début et la fin de la prise de l'image est importante. La vitesse de chargement ayant été fixée à 100 N/min, on détermine numériquement la différence de déplacement intégrée pour différents modules d'élasticité (Tableau 10).

Tableau 10 Impact du module d'élasticité sur le déplacement observable induit par la vitesse d'obturation choisie

Module d'élasticité (GPa)	0,1	1	5	
Δ Flèche "intégrer" (μm)	2	0,2	0,04	

Pour un module d'élasticité faible, si le matériau possède une limite de déformabilité importante, ce problème ne se pose pas, le matériau atteignant au cours du chargement des déplacements suffisamment importants au vu de cette limite. En revanche, si le matériau possède un faible module d'élasticité et une faible déformabilité, comme c'est le cas pour nos matériaux au jeune âge, il sera nécessaire de s'interroger sur la précision des déplacements mesurés.

Ne connaissant pas a priori la valeur du module d'élasticité des matériaux qui seront mesurés, cette erreur ne peut être identifiée. Des alternatives expérimentales pourraient être employées à savoir l'utilisation d'éclairages plus puissants ou de mouchetis plus fins mais surtout l'utilisation de caméras CCD permettant de diminuer la durée de prise.

3.3.2. Erreurs liées à l'algorithme de corrélation d'images

La distribution en niveaux de gris des surfaces étudiées étant fixée, il est nécessaire de déterminer l'erreur systématique réalisée par l'algorithme de corrélation d'images sur l'image de « référence ».

Une fois les essais réalisés, le traitement des images nécessite de s'interroger sur la dimension du maillage à utiliser pour effectuer notre étude. Le choix des dimensions des ZOI à employer est lié à la finesse de la texture de notre image. En effet, afin d'être en mesure de retrouver dans l'image « déformée » chacune des ZOI, il est nécessaire que chacune d'elles soit suffisamment différentiable des autres. Si les éléments sont de grandes dimensions, les niveaux de gris de chacun des éléments seront aisément différentiables les uns des autres, les mesures du champ de déplacement en chaque point seront donc précises, mais estimées sur une large zone. A contrario, si la taille des éléments est faible, la précision spatiale sera plus fine. Cependant, le panel de niveaux de gris entre deux éléments sera peu différentiable, ce qui conduira à réduire la précision de la mesure. Le choix de la taille des ZOI est un compromis entre précision spatiale et précision de la mesure.

Comme nous l'avons indiqué, le logiciel utilisé permet de qualifier le niveau de gris de l'image. Il dispose également d'un algorithme permettant de quantifier l'erreur systématique due au calcul de corrélation d'images au vue de la texture des images testées. Pour ce faire, à partir de l'image de référence, une image déformée est générée numériquement en décalant d'un champ de déplacement connu le signal correspondant à l'image de référence (Hild, et al., 2007). Un calcul de corrélation d'images est alors effectué entre l'image de référence et l'image numériquement déformée. Le déplacement ainsi mesuré est comparé au déplacement imposé et permet de fournir l'incertitude lié au calcul. Ce test est mené pour différentes tailles de ZOI et permet ainsi de choisir les dimensions de ces éléments au vu de la précision recherchée (Figure 81). Dans le cadre de notre étude, il est nécessaire de connaître précisément les déplacements au centre de la poutre au niveau des points d'appui et du point d'application du chargement. Un raffinement du maillage n'est donc pas primordial.

Pour chaque série de calcul réalisée, cette évaluation préliminaire est effectuée afin d'estimer cette erreur systématique pour la taille d'éléments choisie. Les champs de déplacement mesurés sont alors arrondis à la précision du calcul.

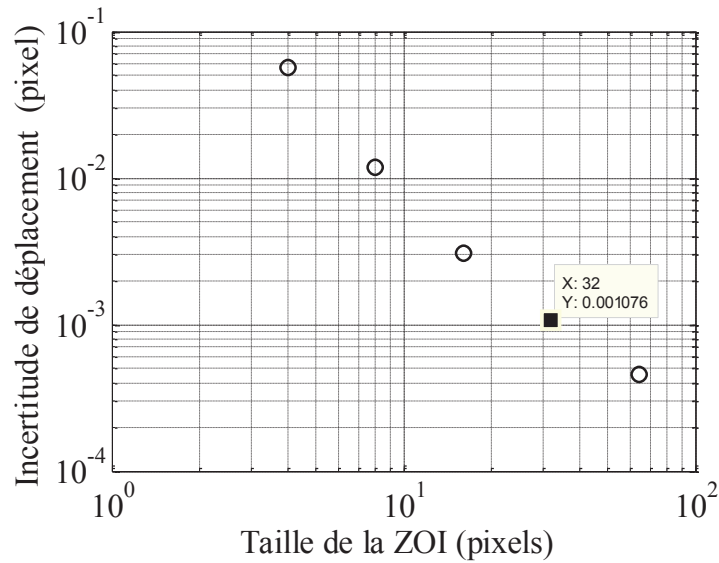


Figure 81 Erreur systématique liée à l’algorithme de corrélation d’images en fonction de la taille de la ZOI employée

3.3.3. Mouvement de corps rigide / hors plan

Connaissant l’état initial de notre échantillon à partir du champ de déplacement, nous sommes en mesure de tracer l’état déformé. Les déplacements obtenus étant de l’ordre du dixième de pixel, les déplacements sont multipliés par 100 afin de pouvoir observer l’évolution de la déformée au cours de l’essai (Figure 82). Le maillage en rouge de la Figure 82 représente la déformée amplifiée construite à partir des champs de déplacement obtenus par Correli-Q4. On observe des mouvements de corps rigides qui n’ont pas lieu d’être. Ces déplacements sont probablement dus à de légers mouvements de la caméra dans le plan parallèle à celui de la surface observée.

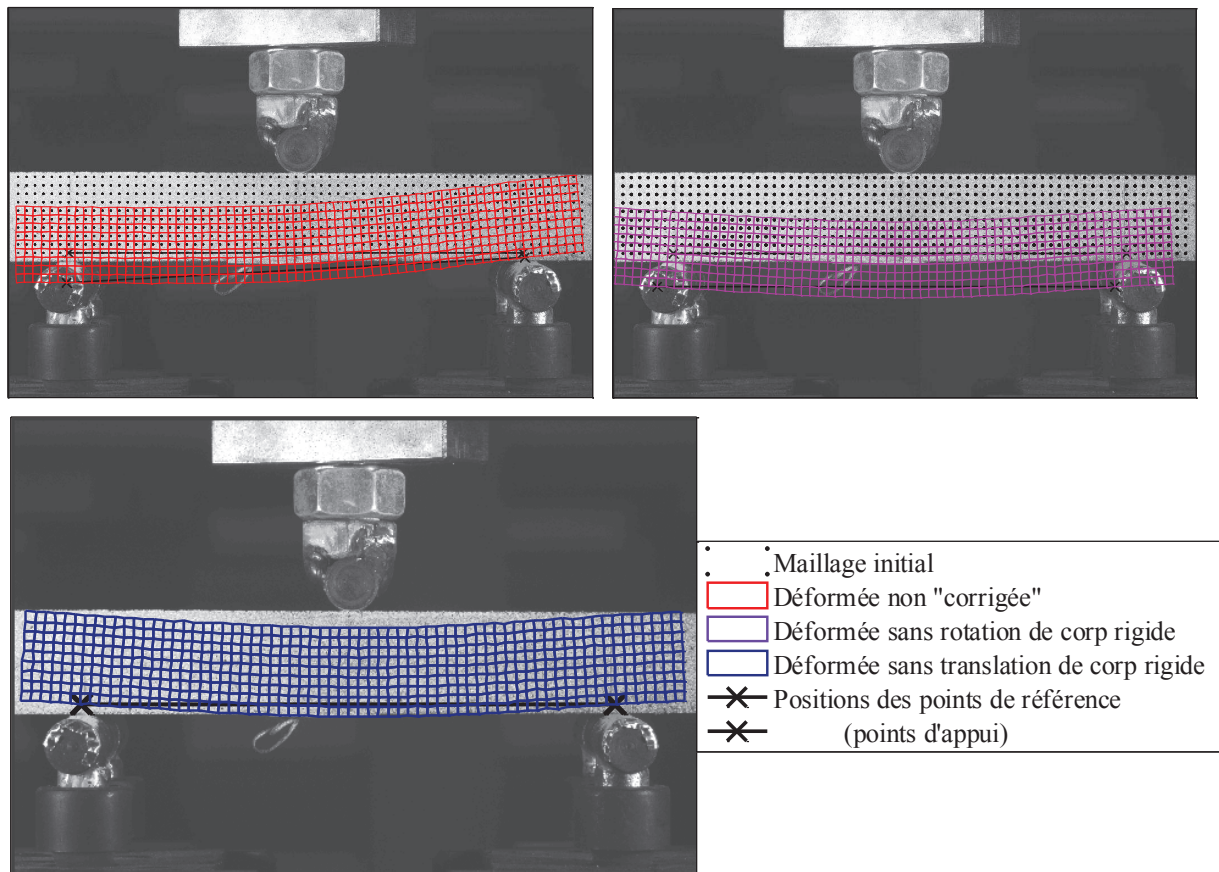


Figure 82 Processus de correction de la déformée afin de supprimer les mouvements de corps rigides parallèles au plan de mesure

Afin de retrouver la forme de la déformée réelle, il est nécessaire d'introduire des hypothèses supplémentaires. D'une part, on suppose que les déplacements verticaux de l'échantillon aux droits des appuis sont très faibles en comparaison avec ceux se produisant dans le reste de la poutre. D'autre part, on suppose que l'échantillon reste horizontalement centré entre les deux appuis.

Par pointage sur l'image de référence, on détermine les coordonnées des appuis sur celle-ci et on en déduit les points les plus proches du maillage de référence. Ces points seront assimilés au cours de ce post-traitement aux appuis. Connaissant ces coordonnées dans le maillage de référence, on peut suivre l'évolution de ces points sur les maillages déformés obtenus par corrélation d'images.

Si l'on suppose que les appuis ne se déplacent pas verticalement, le segment entre les points d'appuis doit être horizontal quelle que soit la déformée. Afin de supprimer la rotation de corps rigides, on détermine l'angle formé par ce segment dans sa configuration initiale et dans sa configuration déformée. A partir de cet angle, on détermine la matrice de rotation qui, multipliée au maillage déformé, permet d'obtenir le maillage déformé sans rotation de corps rigides (maillage violet Figure 82).

Afin de respecter notre hypothèse de non-déplacement vertical des appuis, on translate verticalement l'ensemble du maillage déformé afin que celui-ci se fonde avec le maillage de référence en ces points d'appuis. Enfin, afin d'assurer le centrage horizontal entre les points d'appuis du maillage déformé, on translate le maillage ainsi obtenu afin que le centre du segment entre appuis soit horizontalement à la même position à laquelle il se trouvait dans l'état de référence. Cette suppression des translations de corps rigides nous permet d'obtenir le maillage déformé « corrigé » (maillage bleu Figure 82).

L'ensemble des hypothèses ayant conduit à la détermination des déformées corrigées pourrait être intégré au calcul de corrélation d'images en imposant des conditions aux limites au niveau des appuis. Le but de cette étude n'étant cependant pas d'améliorer le code de corrélation d'images, nous nous sommes limités à post-traiter les résultats obtenus par corrélation d'images.

Ne connaissant pour chaque cliché d'autre distance fixe que l'entre-axe (10 cm), la conversion des pixels en mètres est effectuée à partir du pointage des points d'appui sur l'image de référence. Bien que cet aspect de conversion paraisse anodin, il peut engendrer des imprécisions importantes.

La présence de mouvements dans le plan parallèle à l'échantillon, nous conduit à penser que des mouvements hors plan peuvent exister. Les translations et les rotations perpendiculaires au plan de mesure peuvent avoir pour origine des mouvements de caméra ou l'effet de poisson. Or, le dispositif expérimental employé, à savoir la capture des images par un seul appareil (DIC-2D), suppose que le plan de l'objectif et celui de la surface mesurée restent parallèles tout au long de l'essai.

En présence de mouvements hors plan, l'image capturée étant dans un plan fixe, celle-ci va se déformer et conduire à la mesure du déplacement fictif. Ne disposant pas d'un plan de référence, il est malheureusement impossible de quantifier l'erreur induite par ces mouvements. Les rares études caractérisant ce phénomène préconisent l'utilisation de la stéréo corrélation (DIC-3D) (Haddadi, et al., 2008) (Sutton, et al., 2008). Cette technique a pour principe l'observation d'une même surface au moyen de plusieurs appareils placés à des angles connus permettant de mesurer « en relief » les déplacements de la pièce. Cette technique est déjà utilisée sur des essais de flexion 3 et 4 point afin d'identifier les propriétés mécaniques d'un matériau composite (Mulle, et al., 2009). Ne disposant pas des moyens expérimentaux (trépied et logiciel de corrélation d'images adapté), nous nous sommes restreints à l'emploi de la DIC-2D.

3.3.4. Comportement du matériau

La détermination du comportement de notre matériau se fait par analyse inverse en utilisant les résultats d'un modèle numérique. Or, la modélisation que nous avons employée présuppose un comportement élastique linéaire de notre matériau. Au vue du comportement de la plupart des matériaux à base cimentaire, cette assumption hypothèse n'est pas toujours vérifiée, les matériaux cimentaires ayant un comportement non linéaire avant rupture. Notre vitesse d'échantillonnage étant limitée par la vitesse d'acquisition de notre appareil photo (1 image / s), le nombre de mesures pouvant être réalisés avant rupture ne nous permet pas de pouvoir suivre ce comportement.

Ne connaissant pas a priori le comportement de notre matériau en bordure de pic, la détermination du module d'élasticité sécant sur un nombre restreint de mesures peut induire une forte variabilité des résultats. La Figure 83 montre le comportement d'un béton soumis à une tension uni-axiale. L'éprouvette est soumise à un chargement cyclique mais nous ne nous intéresserons ici qu'au comportement avant rupture. A l'image de cette étude, le nombre de points de mesure pour certains de nos échantillons testés est réduit. On remarque ainsi qu'à la différence du module élastique « initial », la détermination du module sécant est fortement dépendant de la mesure à rupture. Dans le cadre de notre étude, nous déterminerons le module d'élasticité initial en ne prenant pas en compte les mesures juste avant la rupture.

Les erreurs répertoriées dans ce chapitre sont liées au moyen de mesure et à la modélisation adoptée. Il est cependant à noter que d'autres erreurs liées au dispositif expérimental tel qu'un mauvais placement de l'échantillon sur les appuis ou du point d'application de la force peuvent également nuire à la précision de la mesure.

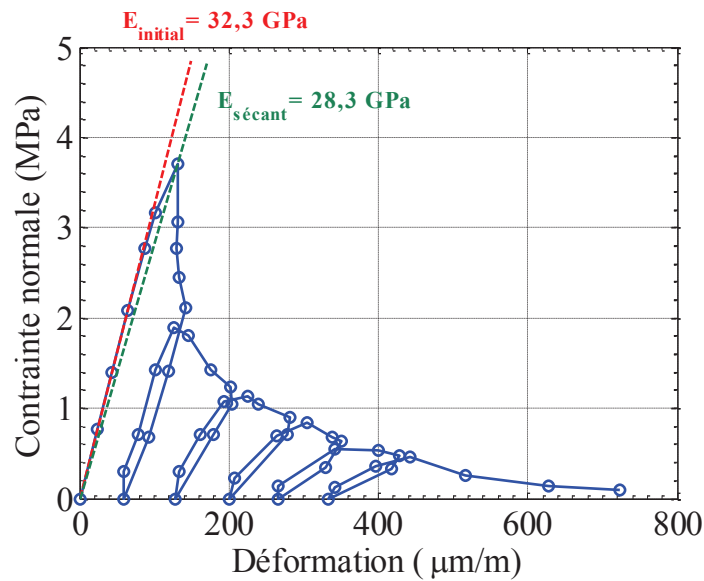


Figure 83 Comportement d'un béton sous tension cyclique uni-axial (Gopalaratnam, et al., 1985)

3.4. Validation de l'essai développé

Mis à part les erreurs liées à l'algorithme de corrélation, les autres erreurs présentées dans la section précédente sont difficilement quantifiables a priori. On peut considérer que, pour un matériau testé, ces erreurs sont des erreurs aléatoires, la répétition des essais nous permettant en théorie d'approcher la valeur vraie. Dans la littérature, la majorité des essais visant à identifier le comportement de matériaux au moyen de la corrélation d'images, à défaut d'identifier ces erreurs, comparent les résultats de leur moyen de mesure avec un autre type d'appareillage. De la même manière, nous avons donc dans un premier temps effectué des essais préliminaires afin d'estimer la validité de l'utilisation d'un modèle élastique linéaire et d'évaluer l'incertitude apportée par la correction des mouvements de corps rigides. Dans un second temps, nous avons étudié la reproductibilité de notre essai.

3.4.1. Dispositif de comparaison

Ces essais ont été réalisés sur un échantillon de mortier précédemment utilisé pour des essais de retrait de dessiccation. Ces éprouvettes ont été conservées dans les conditions du hall d'essai suite à ce premier essai. Bien que leur conditionnement exact nous soit inconnu, leur propriété mécanique avoisine en théorie celle des matériaux que nous testions. Les échantillons testés sont des parallélépipèdes de dimension 2×2×16 cm.

Le choix du moyen de mesure « témoin » a été effectué au vue du faible encombrement de notre dispositif expérimental, des faibles dimensions des éprouvettes testées et des moyens de mesure dont nous pouvions aisément disposer. Nous avons donc opté pour l'emploi d'une jauge d'extensométrie car, nos éprouvettes étant sèches, elles permettaient le collage de celles-ci.

La majorité des études caractérisant le comportement des matériaux en flexion (3 ou 4 points) utilisant des jauges d'extensométrie ou d'autres moyens de mesure ponctuelle (Mulle, et al., 2009) (Kim, et al., 2011) place celles-ci, que cela soit en surface ou dans les matériaux, à différentes hauteurs de la section. Leur objectif est d'observer les déformations des différentes fibres de la poutre et ainsi mesurer la compression des fibres supérieures et l'extension des fibres inférieures. Ce

dispositif peut être avantageux, car il nous permettrait de comparer le champ de déformations obtenu par corrélation d'images vis-à-vis de celui obtenu par ce réseau de jauges. Cependant, il est impératif que la dimension des jauges employées soit faible vis-à-vis de la hauteur de la section testée au risque de ne pas effectuer des mesures ponctuelles et de réaliser une moyenne des déformations sur la largeur de la jauge. La hauteur des sections de nos éprouvettes est de 2 cm, ce qui empêche ce mode d'utilisation.

Il est à remarquer que bien que réalisant des mesures de champ de déplacement (2D), notre dispositif n'a pour but que la détermination d'une différence de déplacement de la flèche (1D). Ne recherchant qu'une variable, il n'est pas nécessaire d'avoir un maillage très fin de notre moyen de mesure témoin pour effectuer une comparaison. Nous avons donc placé notre jauge d'extensométrie sur la fibre inférieure de la section la plus sollicitée, c'est-à-dire au droit du point de chargement. La jauge est placée au centre de la largeur de la section. La spire des jauges employées ont une longueur de 4 mm qui peut être considérée comme faible au vu de l'entre-axe (100mm).

A l'instar de la flèche, connaissant à un instant t la charge appliquée à notre poutre et la déformation suivant la direction de la fibre, il est possible de remonter au module d'élasticité du matériau. Dans le cas d'une flexion pure, la mesure du module peut être obtenue comme suit :

$$E = \frac{\Delta P \cdot l^3}{6 \cdot I_z \cdot b \cdot \Delta \varepsilon_{xx}} \quad (3-3)$$

Avec ΔP le chargement (N) ; l la distance entre axe (m) ; $\Delta \varepsilon_{xx}$ la déformation de la fibre inférieure (m/m) ; b la hauteur de la section (m) ; I_z le moment quadratique de la section droite (m⁴) ; E le module d'élasticité (GPa).

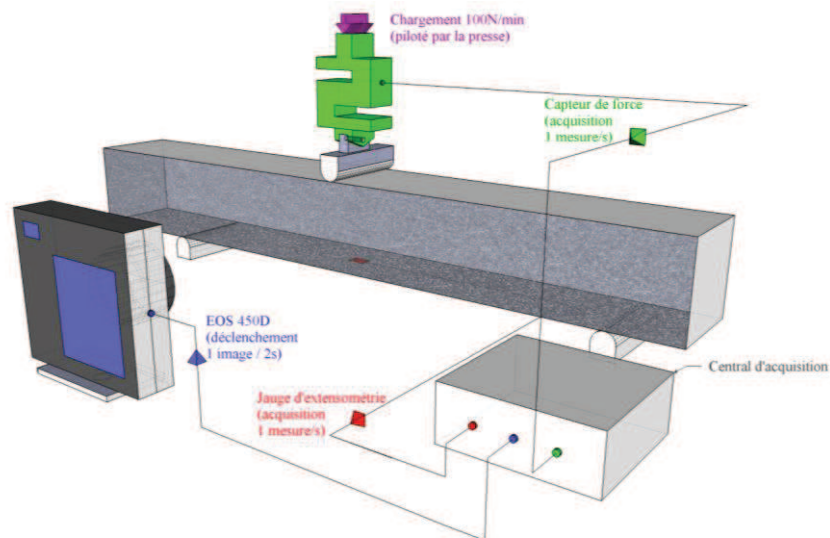


Figure 84 Représentation schématique du dispositif expérimental permettant la comparaison des résultats obtenus par jauge à ceux obtenus par DIC

Comme nous l'avons précédemment vu, notre échantillon ayant une section ne respectant pas les conditions faisant de lui une poutre au sens de la R.D.M., cette relation n'est pas valide. Cependant, au moyen de simulations numériques, on peut aisément montrer que, pour une même rampe de chargement, il existe une relation linéaire entre les déformations obtenues pour deux modules d'élasticité distincts. Connaissant la pente de la courbe force - déformation pour un module élastique de 1 GPa, au moyen de la pente force - déplacement mesurée, nous pouvons en déduire le module d'élasticité du matériau testé.

La jauge est montée dans un $\frac{1}{4}$ de pont. Les mesures obtenues par ce dernier sont recueillies toutes les secondes par la même centrale d'acquisition qui déclenche la prise des images par l'appareil photo et le signal délivré par le capteur de force (Figure 84). Cette simultanéité des acquisitions est indispensable pour pouvoir effectuer la comparaison des deux signaux.

3.4.2. Justesse de la mesure par DIC

Le but de ce premier essai est de déterminer les degrés de confiance que l'on peut accorder à notre hypothèse quant au comportement élastique linéaire du matériau. Ces tests seront comparés aux mesures obtenues par jauge d'extensométrie sur la même plage de chargement afin d'estimer leurs performances respectives.

A partir des champs de déplacement obtenus par DIC, nous avons répété une quinzaine de fois les opérations de correction des mouvements de corps rigides afin de voir leur impact sur notre mesure ainsi que celui lié à la conversion pxl/m.

Les flèches mesurées n'ont pas pour point de référence l'état dans lequel le matériau n'est pas chargé mais celui dans lequel le matériau est lors de l'image de référence. On ne mesure donc pas une flèche mais une différence de flèche. Les courbes force-flèche (DIC) et force-déformation (jauge) recherchées doivent être linéaires et s'annuler à l'origine. Les pentes de nos droites modèles sont déterminées en ajustant celles-ci aux points expérimentaux au moyen de la méthode des moindres carrés (Figure 85 et Figure 86). Un bon indice quant à la validité de notre hypothèse de linéarité sont les coefficients de corrélation élevés que l'on obtient : $R^2_{\text{jauge}} = 0,99991$ et $R^2_{\text{DIC}} = 0,99901$. Ces résultats confortent, pour le matériau testé, l'utilisation d'une loi de comportement élastique linéaire.

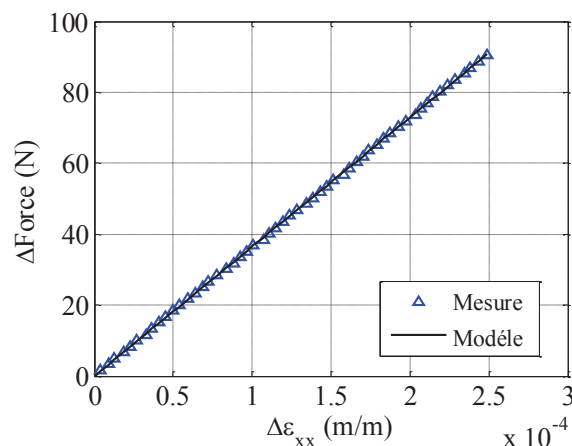


Figure 85 Identification du rapport force-déformation à partir de la différence des déformations mesurées par la jauge d'extensométrie

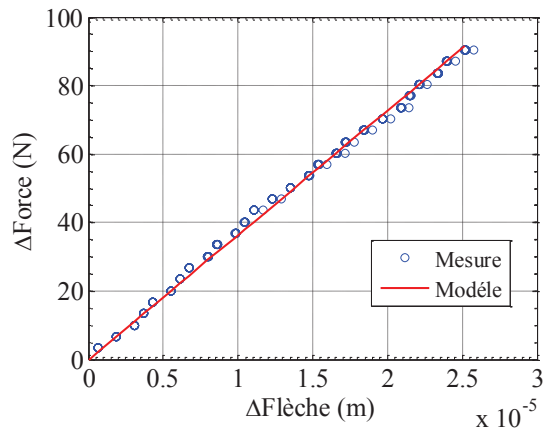


Figure 86 Identification du rapport force-flèche à partir de la différence de déplacement mesurée par DIC

Dans le cadre des essais de DIC, nous traçons les résidus entre notre droite modèle et nos mesures au cours de l'essai afin d'observer la forme de leur distribution (Figure 87). On remarque que la courbe enveloppe de ces résidus est, mise à part un cas, faiblement dispersée au vu de leur amplitude. Ce qui nous amène à conclure que l'impact du post-traitement est faible quant à la détermination de la flèche. Cette conclusion est cependant à nuancer au vu de l'augmentation de la dispersion au cours de l'essai, il sera donc nécessaire pour des essais longs de reproduire ce post-traitement plusieurs fois afin de moyenner les mesures obtenues et ainsi minimiser les effets du post-traitement.

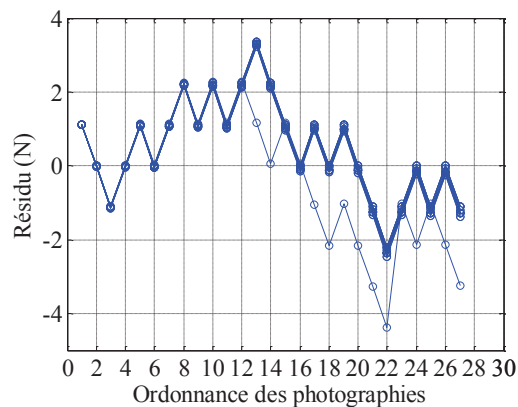


Figure 87 Erreur entre nos mesures par DIC et le modèle élastique linéaire

En outre, les oscillations de cette courbe enveloppe ne sont pas centrées sur zéro, la moyenne des résidus étant en effet égale à 0,4 N. Les erreurs entachant les mesures ne sont donc pas aléatoirement réparties autour de notre modèle. Au vu de la faible dispersion liée au post traitement, ce décalage peut provenir du calcul des champs de déplacement par DIC ou d'un comportement non linéaire de notre matériau et donc de la non validité de notre modèle.

Afin d'identifier le comportement du matériau, on compare la distribution des résidus obtenus par DIC à celle obtenue par nos jauges (respectivement Figure 87 et Figure 88). Il est intéressant de remarquer une augmentation notable des valeurs des résidus en fin d'essai dans le cas des mesures obtenues par jauge. Cette augmentation est probablement liée à la non-linéarité du comportement du matériau à proximité de sa contrainte de rupture. Ce comportement n'est que très local et n'a donc pu être observé par DIC en raison de l'espacement important entre deux points de mesure.

Cependant, sur l'ensemble de l'essai, le comportement du matériau est linéaire, la courbe des résidus ne semblant pas suivre d'inflexion particulière. L'évolution de ces résidus au cours de l'essai semble être dépendante du moyen de mesure employé. Cette observation nous amène à penser que le décalage observé pour la DIC n'est pas lié au modèle mais à la technique de mesure.

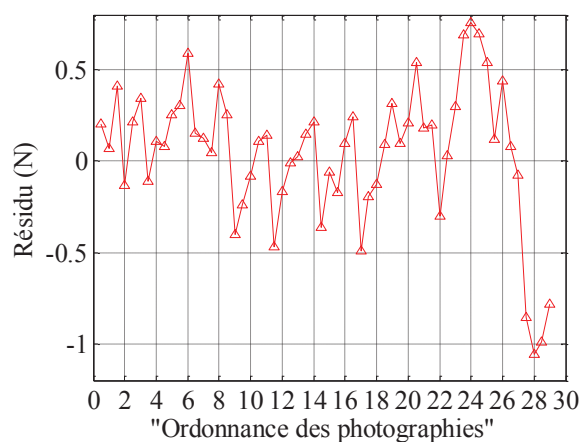


Figure 88 Erreur entre nos mesures par jauge d'extensométrie et le modèle élastique linéaire

Le décalage de la distribution lié à la mesure par DIC et l'hétéroscédasticité (non constance de la variance des mesures au cours de l'essai) liée au post-traitement ne nous permet pas de définir un intervalle de confiance sur notre mesure (non normalité de la distribution des résidus).

A défaut d'un critère de confiance sur notre mesure, nous adoptons donc un critère de dispersion (intervalle intercentile [Q5 Q95]) afin d'estimer l'impact de notre post-traitement. Ainsi, pour cet essai, la différence existant entre notre modèle et les mesures est à relativiser. En effet, 90% des résidus sont contenus dans un intervalle de 4,5 N ce qui est relativement faible au vu de la valeur des forces appliquées.

A partir de la flèche et de la déformation obtenues par éléments finis, nous sommes en mesure d'évaluer pour chacun des moyens de mesure employés le module d'élasticité du matériau. De la même manière, à partir des déplacements de la traverse donnés par l'ordinateur de pilotage de la presse, nous déterminons le module estimé par ces mesures (Tableau 11). Le comportement de notre matériau étant inconnu, on ne peut qu'estimer la valeur vraie du module. Cependant, étant donné l'écart entre le module calculé à l'aide des déplacements de la traverse et ces modules donnés par les deux autres moyens de mesure, on peut mettre en doute la justesse de ces mesures au moyen de la traverse. Il n'y a certainement pas de correspondance entre les déplacements de la traverse et ceux du point d'application du chargement.

La mesure avec la traverse est donc à écarter, à la différence de la mesure par DIC dont l'ordre de grandeur des résultats semble concorder avec ceux obtenus par les jauges d'extensométrie. Sur l'ensemble des quinze post-traitements effectués, 90% des modules calculés sont compris entre 3,70 et 3,64 GPa.

Si le post-traitement peut être une source d'erreur importante (écart intercentile de 0,06 GPa), il n'explique pas l'écart que l'on observe entre les modules obtenus par DIC et par la jauge (0,19 GPa). Cette différence peut provenir de mouvement hors plan durant l'essai ou du lien entre les deux moyens de mesures effectuées par analyse inverse.

Tableau 11 Module d'élasticité en fonction du moyen de mesure

Moyen de mesure	DIC	Jauge	Traverse
Module d'élasticité (GPa)	3,69	3,88	1,30

3.4.3. Validité de l'analyse inverse

La procédure que nous avons employée se base sur la détermination de valeurs ponctuelles, la flèche ou la déformation de la fibre inférieure, en présupposant que ces valeurs sont révélatrices du comportement global de la poutre. Si cette hypothèse est invérifiable par les jauges d'extensométrie, la mesure du champ de déplacement par DIC nous permet de confirmer ou d'infirmer cette hypothèse. Pour ce faire, à partir du module d'élasticité précédemment calculé (3,69 GPa), nous effectuons un calcul par éléments finis et comparons la forme des champs de déplacement modélisés avec ceux mesurés par DIC.

La Figure 89 représente les isovaleurs du champ de déplacement mesuré et modélisé dans la direction d'application de la force. Leur visualisation n'étant pas effectuée par le même logiciel (respectivement Matlab et Paraview), bien que la gamme de déplacement et le nombre d'isovaleurs visualisées soient les mêmes, les échelles de couleur appliquées ne concordent pas parfaitement. En conséquence, les champs visualisés ne sont pas aisément comparables. On peut cependant souligner que ces champs de déplacement sont du même ordre de grandeur et que leur forme est similaire (augmentation globalement symétrique des déplacements des points d'appui vers le point d'application de la force). Le comportement mesuré du matériau est donc globalement en accord avec le modèle.

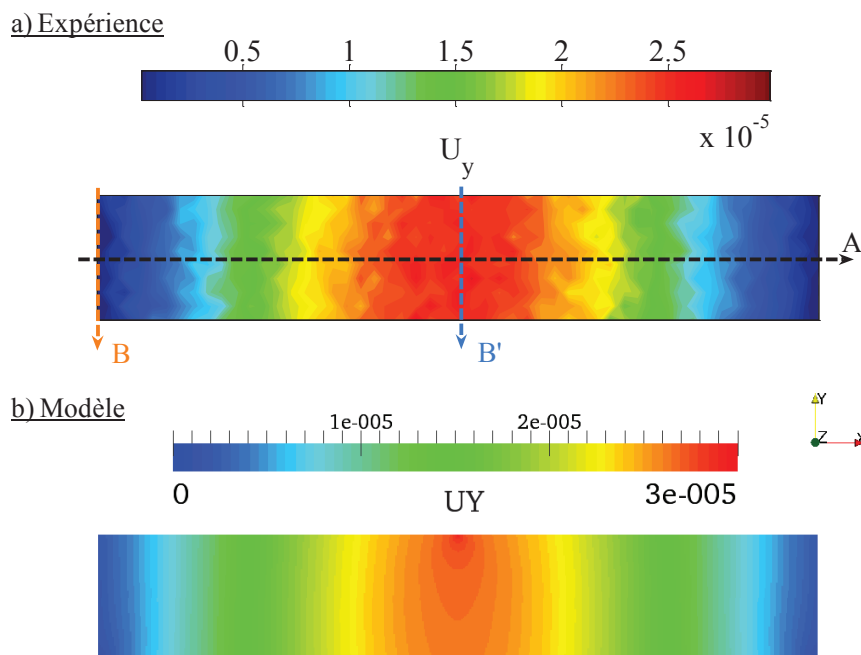


Figure 89 Champs de déplacement vertical entre les points d'appuis en m a) mesuré par corrélation d'images b) modélisé par éléments finis en prenant en compte le module d'élasticité obtenu par DIC (§ 3.4.2)

Afin de comparer localement les mesures au modèle, nous traçons les déplacements suivant des génératrices bien choisies. Ainsi les déplacements verticaux mesurés (Figure 90) le long de la fibre moyenne (génératrice A) sont à l'image des déplacements modélisés, symétriquement répartis, ce qui confirme que la correction des mouvements de corps rigides a été correctement réalisée. La proximité des valeurs entre le modèle et la mesure confirme aussi la validité de notre approche.

Les champs de déplacement sont globalement constants dans la hauteur de la poutre à une même distance du point d'appui (Figure 90). Il n'est donc pas nécessaire de connaître avec précision la localisation de la fibre neutre, toutes les fibres se déplaçant quasiment de la même valeur au vu des différences de déplacement mesurées. Cette observation justifie le fait de privilégier la précision des mesures de déplacement à la résolution spatiale (choix des ZOI de taille importante). Cependant, contrairement à la modélisation, le champ de déplacement mesuré ne révèle pas d'augmentation locale des déplacements au droit du point de chargement.

La mesure de la flèche étant réalisée à partir du déplacement de la fibre moyenne et des points d'appui, il est nécessaire de savoir si une mauvaise localisation de la fibre inférieure peut influencer notablement les mesures. On trace donc les déplacements mesurés et modélisés suivant les génératrices B et B' au droit respectivement de l'appui droit et de la force (Figure 91).

On remarque ainsi qu'effectivement, les déplacements divergent à proximité du point d'application de la force. Cependant, cette divergence est de l'ordre du micromètre et est donc à relativiser vis-à-vis des déplacements moyens de la section. Cette divergence a probablement pour origine les mesures par corrélation d'images (précision moindre en bordure de la zone d'étude) mais également la non prise en compte de la complexité du point de chargement (rouleau et non pas ponctuel).

On remarque aussi que cette inflexion des déplacements modélisés décroît rapidement dans la section et converge vers une valeur en accord avec les déplacements mesurés. Les déplacements mesurés sur les fibres proches de la fibre neutre sont quasi constants que cela soit pour la section au droit de l'appui ou au droit du chargement, validant notre choix quant à la discrétisation du maillage de ZOI.

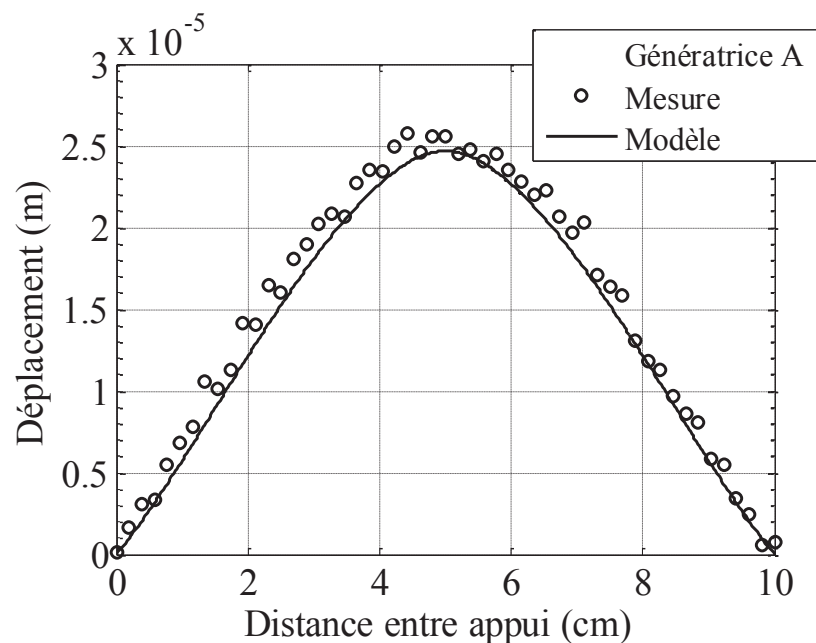


Figure 90 Comparaison des déplacements verticaux mesurés et modélisés le long de la fibre neutre

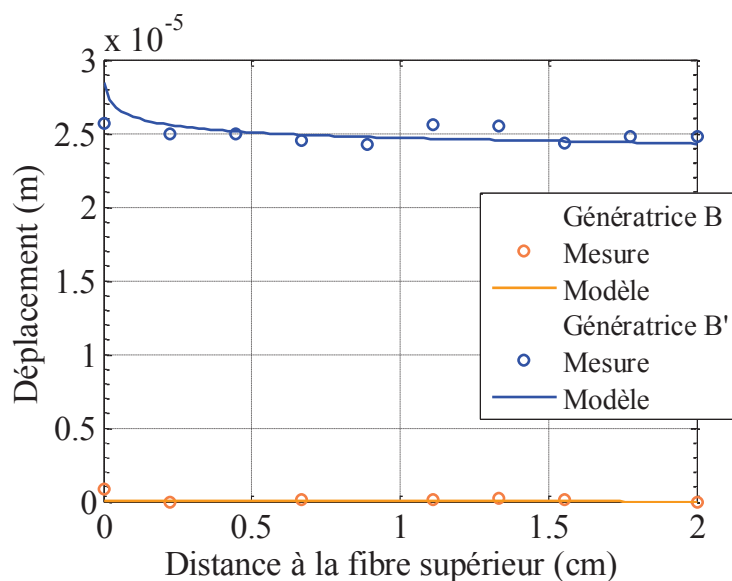


Figure 91 Comparaison des déplacements verticaux mesurés et modélisés au droit d'une section d'appui et au droit de la section de chargement

3.4.4. Répétabilité de l'essai

Ne connaissant pas a priori, la résistance à rupture des matériaux à l'état frais, les essais de flexion ne peuvent être effectués qu'une fois par éprouvette. Il est donc nécessaire d'estimer la répétabilité de procédure de corrélation d'images et du dispositif d'essai. Les sources majeures d'erreur sont vis-à-vis de cette problématique les mouvements de corps rigide, les mouvements hors plan et le non centrage de l'éprouvette entre les points d'appui.

Pour une même éprouvette (matériau à l'état « sec »), nous avons reproduit en série notre essai (remplacement de l'éprouvette sur la presse et de l'appareil photographique entre chaque essai). On suppose que dans le laps de temps qu'a duré l'ensemble des essais, à savoir une heure, les conditions de température et d'humidité ont été constantes. Ces essais ont été également suivis au moyen de jauge d'extensométrie afin de disposer d'un moyen de mesure témoin.

Quels que soient l'essai et le moyen de mesure, il semble que notre modèle s'accorde correctement avec les mesures réalisées (Figure 92 et Figure 93). Cette observation est confirmée par les valeurs des coefficients de corrélation qui sont dans chaque cas supérieurs à 0,99.

Le Tableau 12 répertorie les valeurs de module d'élasticité obtenues pour chaque essai et pour chaque moyen de mesure. Il est à noter que contrairement à l'essai précédent, l'écart de mesure entre la DIC et les jauges de déformation est faible. Pour chaque moyen de mesure, la moyenne des écarts absolus nous indique la dispersion des valeurs entre les trois essais. Dans le cas des mesures par DIC, on remarque une faible dispersion des mesures entre chaque essai (0,04 GPa). L'écart moyen obtenu par les jauges d'extensométrie est du même ordre de grandeur (0,06 GPa). Si l'on suppose que le matériau n'est pas altéré au cours de l'essai, on peut donc estimer que l'erreur de répétabilité de la mesure par DIC est similaire à celle réalisée au moyen de jauge. Ces mesures n'étant réalisées que sur trois échantillons et sur un matériau de comportement mécanique inconnu, nous ne pouvons donner qu'une indication sur cette erreur ($\approx 0,05$ GPa).

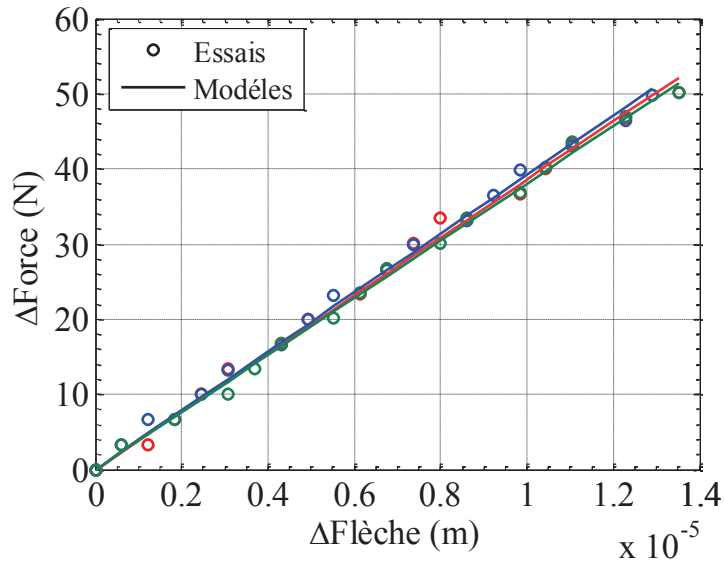


Figure 92 Répétabilité de la détermination du rapport force-déplacement par DIC (Essai 1 : rouge / Essai 2 : bleu / Essai 3 : vert)

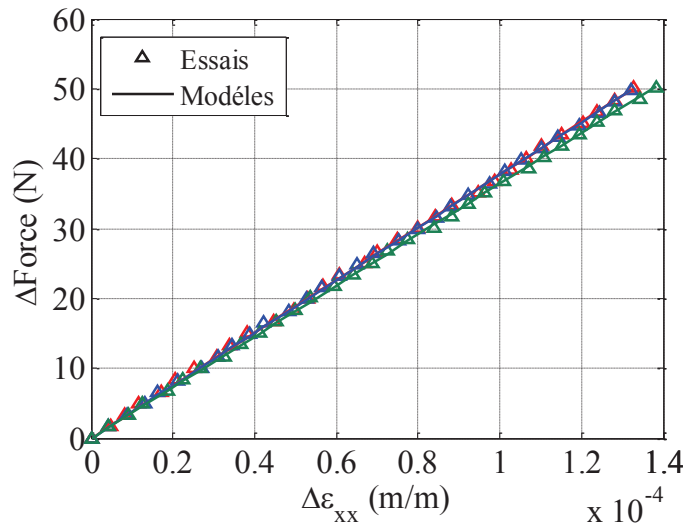


Figure 93 Répétabilité de la détermination du rapport force-déformation par jauge d'extensométrie (Essai 1 : rouge / Essai 2 : bleu / Essai 3 : vert)

Tableau 12 Répétabilité de la mesure du module d'élasticité

Essai	1	2	3	Moyenne	Moyenne des écarts absolus
E_{DIC} (GPa)	3,92	3,98	3,86	3,92	0,04
E_{jauge} (GPa)	4,02	4,02	3,88	3,97	0,06
			écart (GPa)	0,05	

Ne connaissant pas la valeur vraie du module de notre matériau, il est impossible de savoir lequel des deux moyens de mesure est le plus fidèle. Au vu des faibles écarts mesurés, on peut considérer que le module réel est proche de 3,9 GPa. Si l'on additionne, les erreurs de post traitement, de modèle et

de répétabilité, on peut estimer que l'erreur de mesure réalisée par notre procédure de corrélation d'images est inférieure à 0,5 GPa.

3.5. Caractérisation mécanique des mortiers CEReM

Connaissant les avantages et les limites de notre dispositif expérimental, nous avons réalisé l'identification des propriétés de nos mortiers au cours de leur hydratation. Dans un second temps, ce dispositif a été adapté afin de pouvoir déterminer l'impact du séchage sur les propriétés mécaniques du matériau.

3.5.1. Propriétés mécaniques des matériaux en conditions endogènes

3.5.1.1. Protocole expérimental

Les matériaux une fois gâchés sont conservés dans leur moule dans une salle à 20°C durant un jour. Les éprouvettes sont ensuite décoffrées, enveloppées d'un film plastique afin de limiter les échanges hydriques et permettre l'hydratation du matériau, puis placées dans une salle contrôlée en température (23°C). Le conditionnement a été choisi afin de reproduire celui des essais de suivi de l'hydratation par ATG. Ainsi pour chaque échéance (1, 3, 7, 15 et 30 jours), le degré d'avancement de l'hydratation est déterminé à partir des résultats des essais semi-adiabatiques, évitant ainsi la redondance des essais.

Les dimensions des éprouvettes testées (2×3×20 cm) divergent légèrement de celles ayant servi pour la validation de notre procédure (2×2×20 cm). Ce choix est lié à la difficulté du décoffrage de certaines compositions au jeune âge. La hauteur de section testée étant identique (2 cm), cette modification ne doit avoir, en théorie, aucun effet sur la détermination du module d'élasticité.

Nos matériaux étant hétérogènes, la reproductibilité de notre essai sera donc faible. Afin de pouvoir estimer précisément la valeur du module d'élasticité d'une même échéance, il serait nécessaire de reproduire l'essai sur un grand nombre d'échantillons. Leur mise en place et le traitement des données étant long, nous nous sommes limitées à l'étude de trois éprouvettes par échéance.

Les matériaux testés ayant une résistance très faible au jeune âge, aucun palier de chargement ne peut être effectué. Le point de chargement est donc approché au plus près de l'éprouvette avant le début de l'essai. Bien que les surfaces supérieure et inférieure soient parallèles, le point de chargement doit atteindre une certaine valeur avant que toute la largeur de la section soit sollicitée. En conséquence, ce protocole ne nous permet pas de mesurer le module d'élasticité et la résistance en traction du matériau qu'à partir du moment où cette dernière est suffisante pour lui permette de supporter ce « préchargement ».

Comme nous l'avons vu, nous ne pouvons pas avec notre dispositif suivre le comportement non linéaire de notre matériau. Pour chaque essai, nous n'étudions que les images correspondant au comportement linéaire du matériau (Figure 94). En raison des mouvements hors plan pouvant avoir lieu durant la mise en contact de l'éprouvette et du rouleau de chargement, l'image de référence n'est pas la première image réalisée mais la première de notre séquence de mesure. Comme à la section 3.4.2, pour chaque essai, nous nous assurons du comportement élastique linéaire du matériau durant la séquence de mesures et de la dispersion des mesures liée au post-traitement. Nous traçons également la forme de la fibre moyenne déformée pour nous assurer que la correction des mouvements de corps rigide est effective (section 0).

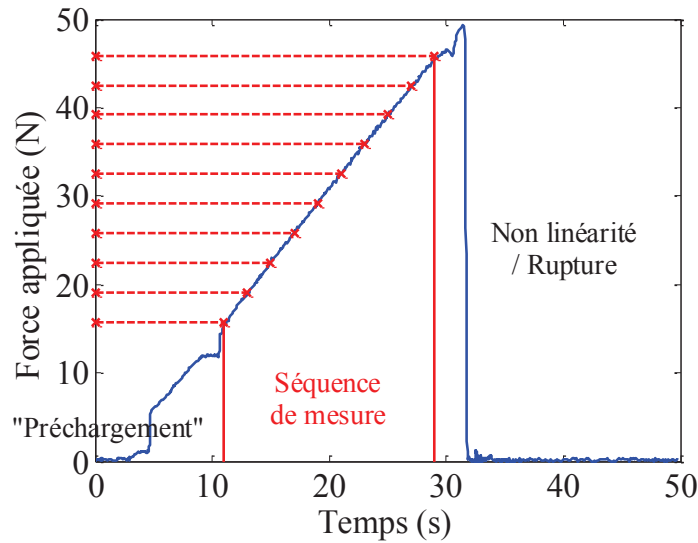


Figure 94 Mode de chargement et traitement des images associé (en pointillé déplacement mesuré)

3.5.1.2. Premières compositions

Il est dans un premier temps nécessaire de savoir si au vu des faibles modules d'élasticité à mesurer, les erreurs de mesure précédemment répertoriées et les erreurs de variabilités sont suffisamment faibles pour permettre le suivi de l'évolution du comportement de notre matériau.

- Erreurs induites par la variabilité du matériau

Les essais menés sur notre matériau 7 jours après sa fabrication sont effectués sur deux gâchés distinctes, ce qui, en théorie, devrait maximiser les effets de variabilité du matériau. La moyenne des écarts absolus des mesures par rapport à leur moyenne est de 0,4 GPa. La dispersion des résultats est donc dans l'ordre de grandeur des erreurs de mesure identifiées dans la section précédente (< 0,5 GPa). La variabilité du matériau n'affecte donc pas notablement la détermination du module. La moyenne des mesures pour cette échéance étant de 1,8 GPa, les erreurs de mesures relatives sont donc élevées. Le module ainsi obtenu peut cependant être considéré comme proche de la valeur vraie.

En revanche, si le matériau est testé plus tôt, les erreurs de mesure sont telles que les résultats obtenus ne fournissent qu'une indication sur l'ampleur du module, mais ne peuvent être considérés comme vrais. Ainsi bien que le module d'élasticité moyen mesuré pour nos matériaux testés 3 jours après leur fabrication soit fort peu dispersé (écart absolu de 0,05 GPa), la moyenne des mesures est de 0,8 GPa, ce qui est fort proche de l'ordre de grandeur des erreurs de mesures.

En outre, au vu de l'amplitude des modules mesurés et de l'importance de la dispersion des résultats, une augmentation des échéances de mesures ne nous apporterait, avec notre dispositif, aucune information supplémentaire quant à l'évolution du module.

L'autre artefact de notre dispositif expérimental est la faiblesse du matériau au jeune âge. Si aucun chargement n'a pu être appliqué 1 jour après la fabrication, un « préchargement » a pu être réalisé à 2 jours mais a conduit à la ruine de l'éprouvette. Aucune valeur de module d'élasticité ou de résistance en traction ne peut être déduite pour cette échéance.

- Résultats

La Figure 95 et Figure 96 donnent respectivement le module d'Young et la résistance en traction du mortier EC0,11% au cours du temps obtenu au moyen de notre dispositif de mesure. La moyenne des mesures pour chaque échéance est calculée afin de pouvoir dégager une tendance quant à l'évolution de ces deux grandeurs. Les propriétés mécaniques se développent de manière exponentielle à partir du deuxième jour après le décoffrage. Il est difficile d'estimer à partir des mesures obtenu si, 30 jours après le gâchage du matériau, les propriétés mécaniques sont maximales. Au vu des courbes de développement, on peut cependant estimer que le module d'élasticité et la résistance en traction maximales sont respectivement inférieurs à 7 GPa et à 4 MPa.

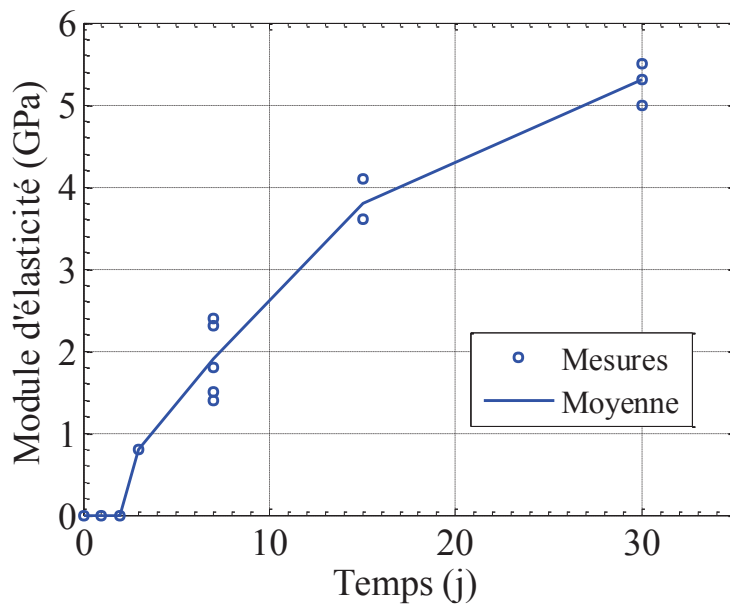


Figure 95 Evolution du module d'élasticité du mortier EC0,11% en condition endogène

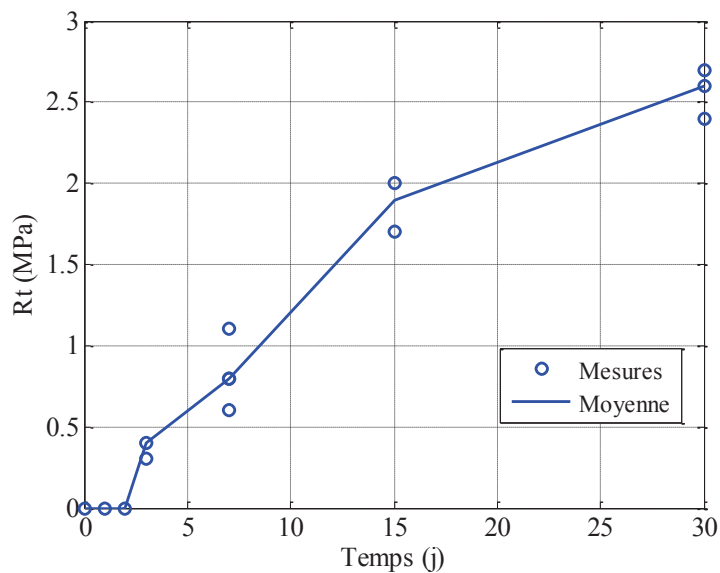


Figure 96 Evolution de la résistance en traction du mortier EC0,11% en condition endogène

La valeur maximale de la résistance en traction ainsi estimée est de l'ordre de grandeur des mesures obtenues dans la littérature pour sur ce type matériau. Au moyen d'essai par fendage, Knapen (Knapen, 2007) mesure des résistances en traction à 28 jours comprise entre 2 et 4 MPa pour des mortiers adjuvantés avec des éthers de celluloses (1%HEC ; 1%MC). Les résistances en traction à 28 jours obtenues par des essais de flexion 3 points (Monge, 2007) et de flexion 4 points (Nicot, 2008) sur des éprouvettes 4×4×16cm de mortiers adjuvantés avec différentes proportion d'éther de cellulose et de latex sont de l'ordre de 4 MPa (Monge, 2007) et comprise entre 4-6MPa (Nicot, 2008).

L'ordre de grandeur du module d'élasticité maximal estimé pour notre matériau est en revanche inférieur à ceux obtenus dans la littérature. Ainsi, Monge mesure un module d'élasticité ultime de l'ordre de 9 GPa et Nicot mesure des modules compris entre 15 et 30 GPa. Cependant, ces deux auteurs ont utilisé une méthode ultrasonore en transmission. Les différences observées entre nos valeurs et les leurs sont probablement dues à la saturation en eau de leur mortier qui influe sur le temps de parcours des ondes ultrasonore et conduit à la surévaluation du module d'élasticité. Des essais ultrasonores sur nos matériaux auraient été nécessaires afin de confirmer cette hypothèse.

- Impact du degré d'hydratation

A partir de la Figure 95 et Figure 96, on remarque la concordance des évolutions du module d'élasticité et de la résistance mécanique. Ces propriétés mécaniques sont toutes deux dépendantes du développement du squelette solide. La Figure 97 met en parallèle l'évolution de la résistance mécanique du mortier EC0,11% et l'évolution de réaction d'hydratation de ce matériau. Comme nous l'avons précédemment indiqué, aucune mesure n'a pu être effectuée deux jours après le gâchage bien que le matériau ait débuté son durcissement. La valeur de la résistance du matériau n'est donc pas nul mais de l'ordre de 0,1 N.

Afin de pouvoir décrire le lien existant entre l'hydratation du matériau et sa résistance en traction en s'affranchissant des limitations expérimentales, nous utilisons une relation empirique couramment employée (De Schutter, 1999) (Krauss, et al., 2006) pour relier ces deux valeurs à savoir :

$$Rt(\alpha) = Rt_i \cdot \left(\frac{\alpha - \alpha_0}{1 - \alpha_0} \right)^b \quad (3-4)$$

Avec Rt_i la résistance en traction lorsque la réaction d'hydratation est complète (MPa) et α_0 le seuil de percolation du matériau. Le seuil de percolation correspond à l'instant à partir duquel l'interconnexion entre les phases hydraté est suffisante pour qu'une sollicitation mécanique soit retransmis dans l'ensemble du matériau.

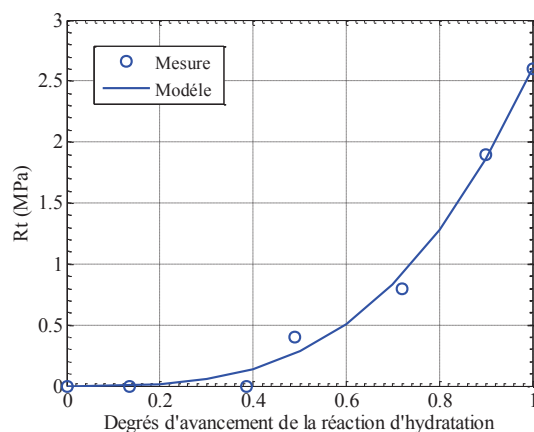


Figure 97 Evolution de la résistance en traction du mortier ECO,11% en fonction du degré d'avancement de la réaction d'hydratation

Nos mesures semblent être en cohérence avec cette loi empirique, le coefficient de corrélation avec ce modèle étant de 0,99644. Etant donné les résultats fournis par ce modèle, le seuil de percolation est assez précoce et correspond à un degré d'hydratation de 0,2. Cependant, le réseau solide ainsi formé est très peu résistant. Le développement du squelette solide effectivement résistant est assez lent ($Rt(0,6) = 0,5$ MPa). Cela provient probablement du rapport E/C élevé du mortier étudié. Le volume d'hydrate nécessaire à l'obtention d'un réseau suffisamment dense doit être élevé en raison de la grande dispersion des grains de ciment.

3.5.1.3. Impact du dosage en éther de cellulose

La Figure 98 et Figure 99 présentent respectivement le module d'Young et la résistance en traction des mortiers ECO,1%, ECO,3% et ECO,4% au cours du temps obtenus avec notre dispositif de mesure. L'ordre de grandeur des propriétés mécaniques à 30 jours pour ces mortiers est équivalent à celui mesuré pour le mortier ECO,11%. En revanche, la cinétique de développement de ces propriétés semble plus rapide. L'initiation du durcissement de ces matériaux se produit entre le premier et le deuxième jour après le gâchage. Il est à noter que pour les trois mortiers, les valeurs du module d'élasticité et de la résistance en traction deux jours seulement après le gâchage atteignent déjà la moitié des valeurs obtenues à 30 jours. Cependant, si l'on trace l'évolution de ces propriétés mécaniques en fonction du degré d'avancement de l'hydratation de ces matériaux (résistance en traction Figure 100), on remarque que leur comportement, notamment celui du mortier ECO,1%, est similaire à celui du mortier ECO,11%. Les différences des cinétiques de développement des propriétés mécaniques entre ces deux types de matériaux sont donc expliquées par la faible vitesse d'hydratation du mortier ECO,11% (qui s'hydrate effectivement moins rapidement comme nous l'avons vu au chapitre précédent).

L'augmentation du dosage en éther de cellulose diminue les valeurs de la résistance en traction à 30 jours. L'augmentation de la proportion d'éther favorise la quantité d'air occlus et par la même le volume global de vides dans le mortier. Pour un même volume de matériau, le volume de mortier « effectif » est donc moindre dans le cas des mortiers fortement adjuvanté. Or ce volume solide est à l'origine de la résistance mécanique et de la rigidité du matériau.

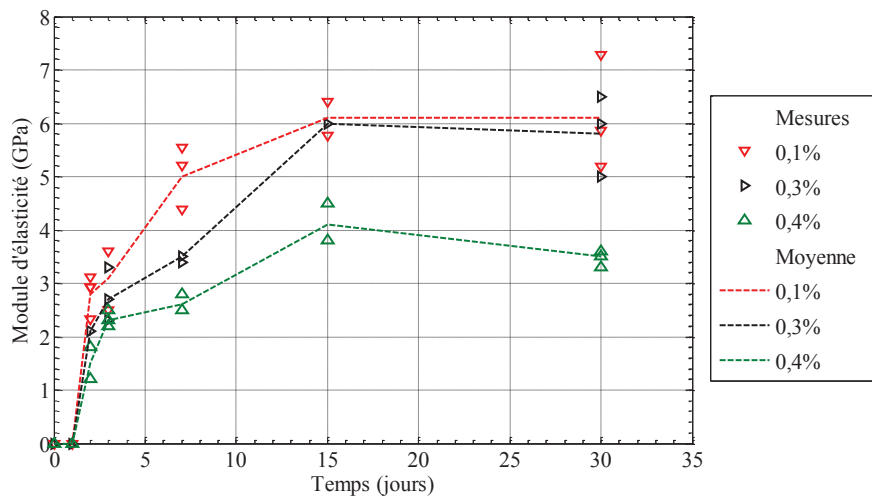


Figure 98 Evolution du module d'élasticité des mortiers ECO,1% ECO,3% et ECO,4% en condition endogène

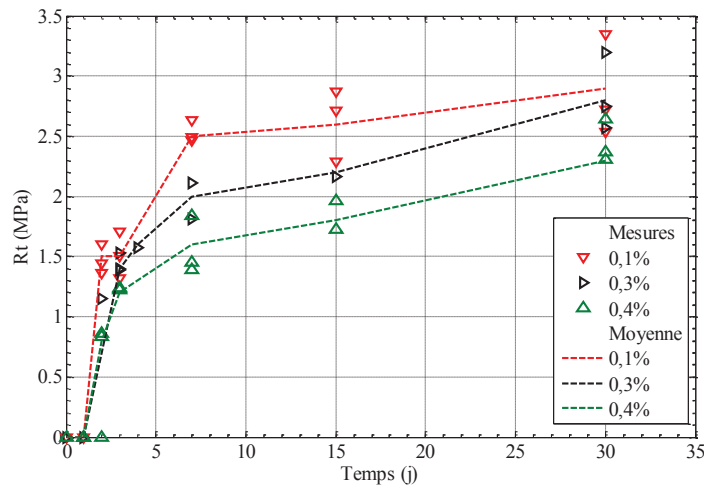


Figure 99 Evolution de la résistance en traction des mortiers ECO,1% ECO,3% et ECO,4% en condition endogène

- Impact du degré d'hydratation

La Figure 100 rapporte l'évolution de la résistance en traction du matériau en fonction du degré d'avancement d'hydratation obtenu au moyen des essais semi-adiabatiques. Afin de pouvoir identifier, le seuil de percolation du matériau à partir des données expérimentales, nous déterminons l'évolution de résistance mécanique suivant la loi empirique présentée précédemment. Le coefficient de corrélation entre les mesures et le modèle est relativement élevé (de l'ordre de 0,98).

A l'image du mortier ECO,11%, le seuil de percolation se produit relativement tôt ($\alpha \approx 0,2$) et ce quel que soit le dosage en éther de cellulose. Bien que la valeur ultime soit plus faible, le développement de la résistance semble se produire de manière plus rapide dans le cas des mortiers fortement adjuvantés. Ce résultat semble cohérent avec l'interprétation que nous avons faite du développement de la microstructure caractérisé par les isothermes d'adsorption. Dans le cas d'un matériau fortement adjuvanté, le mortier « effectif » est en effet plus rapidement dense donc plus rapidement à même de résister à une contrainte mécanique. Le seuil de percolation « effectif » est donc en conséquence plus précoce dans le cas d'un matériau possédant un fort taux d'éther de cellulose. Ce mécanisme est décrit par Figure 101.

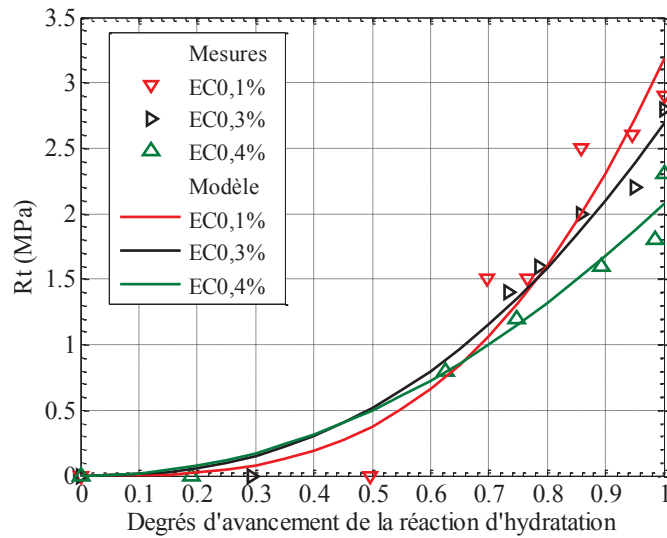


Figure 100 Evolution de la résistance en traction des mortiers EC0,1% EC0,3% EC0,4% en fonction du degré d'avancement de la réaction d'hydratation

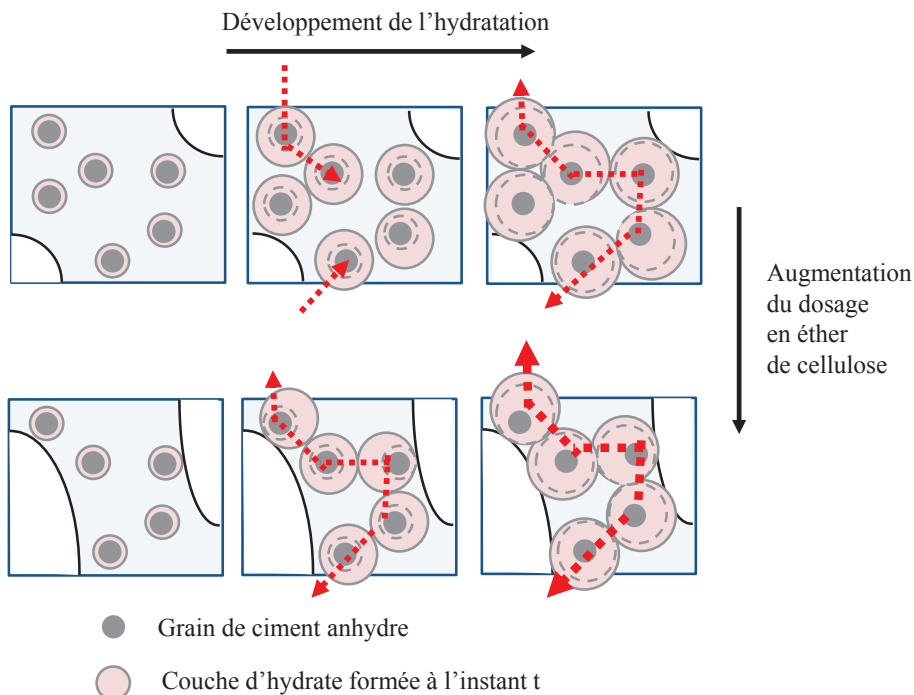


Figure 101 Représentation schématique de l'impact des éthers de cellulose quant au développement de la résistance mécanique

3.5.2. Etude de l'impact du séchage

Comme nous l'avons vu au chapitre 2.3, le séchage du matériau conduit à une limitation progressive de l'hydratation dans la direction perpendiculaire au gradient hydrique. Si l'on suppose que les propriétés mécaniques sont principalement dues au développement du squelette solide lors de l'hydratation progressive du ciment anhydre, le séchage conduit donc à limiter les propriétés mécaniques du matériau.

3.5.2.1. Protocole expérimental

Afin de déterminer l'impact du séchage sur les propriétés mécaniques de nos matériaux, nous avons procédé à des essais de flexion 3 points sur des éprouvettes décoffrées à 1 jours et séchées durant 29 jours à H.R. = 60%. Les résultats obtenus pour les éprouvettes conservées en condition endogène durant 30 jours permettent de comparer ces deux modes de conditionnement.

Il est à remarquer que le module d'Young et la résistance en traction à 1 jour de l'ensemble des matériaux est quasi-nul. Les cinétiques de séchage lors d'un décoffrage à 1 jour sont relativement rapides ce qui en théorie conduirait une limitation brutale de l'hydratation et à l'obtention de propriété mécanique faible comparativement à celle obtenu en conditions endogènes.

Les matériaux ont été coulés dans des moules afin d'obtenir des éprouvettes parallélépipédiques de dimension 2×4×16 cm. Les éprouvettes sont protégées de la dessiccation durant 1 jours à 20°C puis décoffrées et placées dans une enceinte contrôlée en humidité et en température (H.R. =60%,23°C) jusqu'à 30 jours après le gâchage, échéance de l'essai. Les surfaces latérales des éprouvettes sont protégées de la dessiccation reproduisant ainsi la géométrie de séchage employée pour le suivi de la perte en masse.

Avant essai, les éprouvette 2×4×16 cm ainsi obtenues sont sciées afin d'obtenir des éprouvettes d'essai de 2×2×16 cm (Figure 102) et ainsi disposer d'une section de hauteur cohérente avec les essais réalisés en conditions endogènes. Le séchage conduisant à un gradient de degré d'hydratation perpendiculaire à la surface de séchage, ce découpage était nécessaire afin que les fibres supérieures et inférieures de l'éprouvette soient composées d'une section de matériau identique.

Suite à ce découpage, les surfaces supérieures des éprouvettes sont délicatement poncées afin d'assurer leur planéité. Contrairement aux essais réalisés sur des matériaux frais présentés précédemment, ces opérations de rectification sont possibles en raison de la prise des matériaux. Ces essais sont réalisés sur un minimum de trois éprouvettes pour chaque composition.

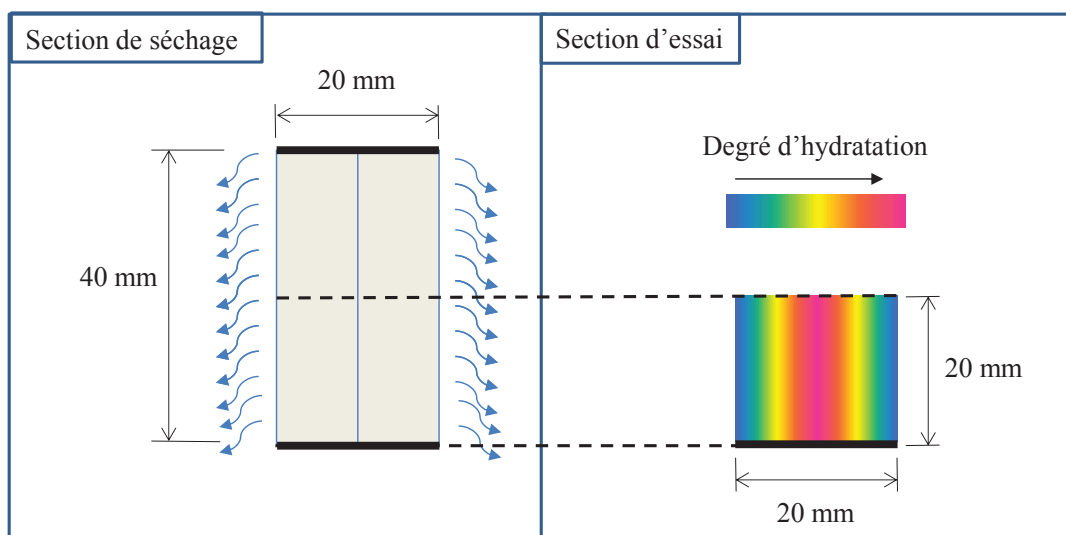


Figure 102 Représentation schématique de la section testée lors des essais de flexion 3 point en condition séchante

3.5.2.2. Résultats

Le module d'élasticité et la résistance en traction obtenus en cas de séchage sont comparés aux résultats obtenus pour le même matériau conservé en conditions endogènes durant la même

période (30 jours) (Figure 103 et Figure 104). On observe que pour la majorité des mortiers, le séchage induit une diminution de la résistance en traction et du module d'élasticité. Sachant que lors du décoffrage à 1 jour les propriétés de ces matériaux étaient quasi-nulles, le développement des propriétés mécaniques durant les 29 jours qui ont suivi peut être attribué à la poursuite de l'hydratation au cœur des éprouvettes.

En revanche dans le cas des mortiers EC0,1%, on remarque une augmentation notable du module d'élasticité et de la résistance en traction dans le cas des éprouvettes sèches comparativement aux éprouvettes conservées en conditions endogènes. Le faible corpus d'échantillons testés peut expliquer la grande différence observée entre les deux types de conditionnement. Il ne permet cependant pas de comprendre l'effet bénéfique du séchage.

Dans le cas de mortiers et de bétons matures, divers auteurs ont montré que le séchage à des humidités relatives inférieures à 60% pouvait conduire à une augmentation de la résistance en compression par comparaison avec des matériaux conservés en conditions endogènes (Mills, 1960) (Burlion, et al., 2005) (Yurtdas, et al., 2006). Le mécanisme couramment rapporté pour expliquer ce phénomène est une augmentation de la dépression capillaire induite par le départ de l'eau libre. Cette succion serait assimilable à une précontrainte isotrope du matériau et conduirait à une augmentation de sa résistance mécanique (Yurtdas, et al., 2006). La diérèse des gels de C-S-H pourrait également un facteur important. La densification de la structure de C-S-H conduirait d'une part à une modification la forme des pores capillaires (Yaman, et al., 2002), d'autre part à l'obtention d'un gel de C-S-H plus résistant (Scherer, 1998). Il est possible que l'un de ces mécanismes soit à l'origine de l'accroissement de la résistance mécanique observé pour le mortier EC0,1%.

Pour les deux types de conditionnement testés, les valeurs de module et de résistance sont la moyenne d'uniquement trois essais. La faible dimension du corpus de données conduit tout de même à s'interroger sur la pertinence de ce résultat.

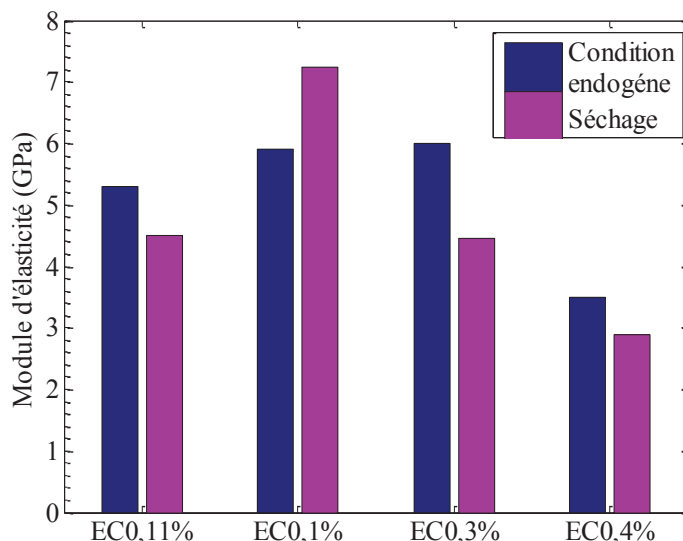


Figure 103 Impact du conditionnement des mortiers sur le module d'élasticité à 30 jours

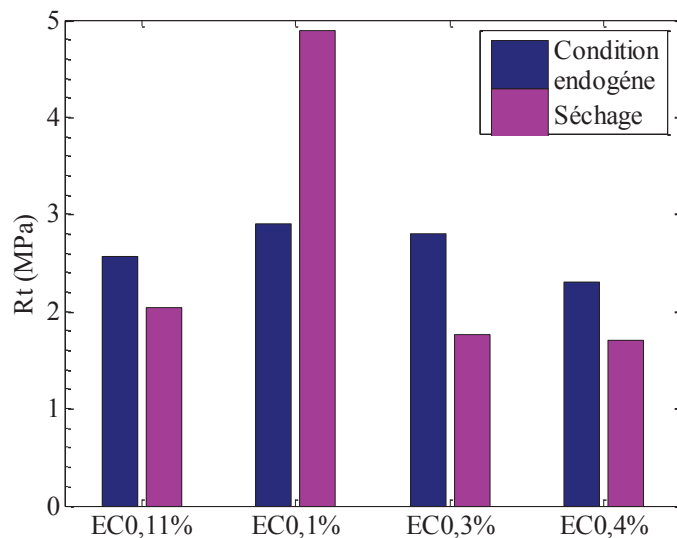


Figure 104 Impact du conditionnement des mortiers sur la résistance en traction à 30 jours

3.6. Synthèse

Une revue bibliographique a été menée afin d'évaluer les avantages et les inconvénients des essais permettant le suivi de l'évolution du module d'élasticité au cours de l'hydratation des matériaux cimentaires. Divers travaux (Martinez y Cabrera, et al., 1992) (Han, et al., 2004) ayant mis en exergue les limites des méthodes indirectes (onde ultrasonore, fréquence de vibration), nous leur avons préféré les essais destructifs. Suite à ce choix, différentes géométries d'éprouvettes, différents modes de chargement et différents moyens de mesure ont été envisagés, voire testés (essai de traction direct) afin de déterminer le module d'élasticité et la résistance en traction de nos matériaux.

Nous avons opté pour un essai de flexion 3 points, la mesure de la flèche par DIC et la comparaison à un modèle élastique linéaire permettant d'identifier le module d'élasticité du matériau. Des études préliminaires nous permirent d'optimiser les dimensions des éprouvettes testés et d'évaluer les performances de notre dispositif expérimental (précision inférieure à 0,5GPa)

Des essais ont été alors menés afin de suivre le développement du module d'élasticité et la résistance de nos mortiers conservés en conditions endogènes. Les mesures de résistance en traction à 30 jours sont en accord avec l'ordre de grandeur de celles obtenues pour des matériaux équivalents (Monge, 2007) (Nicot, 2008). En revanche, les modules d'élasticité mesuré à 30 jours sont inférieurs à ceux obtenus par ces mêmes études en raison de l'emploi de méthodes ultra sonore qui tendent à sur estimer, du fait de la présence d'eau interstitielle, les valeurs du module d'élasticité.

Le suivi de l'évolution des propriétés mécaniques de nos matériaux en fonction de leur cinétique d'hydratation indique que leur développement suit les lois empiriques classiquement observées pour les matériaux cimentaires (De Schutter, 1999) (Krauss, et al., 2006).

L'augmentation du dosage en éther de cellulose limite les propriétés mécaniques ultimes des mortiers et ce en raison de l'augmentation de la quantité d'air occlus. A contrario, l'augmentation du taux d'éther semble favoriser un développement plus rapide de la résistance et du module

d'élasticité. En se basant sur les résultats microstructuraux obtenus à partir des essais d'isotherme d'adsorption, une interprétation de ce phénomène est proposée.

La géométrie des éprouvettes fut adaptée afin de caractériser l'impact du séchage sur les propriétés mécaniques de nos matériaux. Pour ce faire, les valeurs obtenues 30 jours après le gâchage dans le cas de matériaux décoffrés à 1 jour puis soumis au séchage (H.R. =60%, 23°C) sont comparées à celles obtenues lorsque le matériau est conservé en conditions endogènes. Les résultats semblent indiquer que le séchage influence peu le développement des propriétés mécaniques. Diverses hypothèses ont été proposées afin d'expliquer ce phénomène.

4. ETUDE DU RETRAIT RESTREINT D'UNE COUCHE MINCE DE MORTIER SUR UN SUPPORT

Selon plusieurs auteurs (Emmons, et al., 1994) (Cusson, et al., 1996), la durabilité d'un enduit de mortier est fortement affectée par la fissuration induite par le retrait restreint lié au séchage ou à la carbonatation, aux déformations thermiques différentielles et à la qualité de l'adhésion avec le substrat. Au jeune âge, le développement de l'état de contraintes dans le système mortier/support est fort complexe. Il est en effet fortement hétérogène dans la couche de mortier en raison de la combinaison de divers phénomènes : interaction hydratation-séchage, évolution des propriétés mécaniques, fluage, etc. L'hétérogénéité du matériau et le caractère aléatoire des défauts rend difficile la prédiction et la localisation des fissures dans le système mortier/support.

Comme nous le présentons au début de ce chapitre au cours d'une brève synthèse bibliographique, il existe divers essais de retrait restreint. Pour la plupart, on peut s'interroger sur la représentativité des maquettes employées, sur la mise en place du mortier et sur l'interaction entre matériaux et moyens de mesure.

Un dispositif expérimental basé sur la corrélation d'image (DIC) a donc été proposé dans la suite afin de prévenir ces artefacts de mesure. Suite à des essais de validations, des études expérimentales ont été menées afin d'évaluer l'impact du traitement de surface des supports, en tentant de découpler l'influence de l'hydratation et du séchage (trois temps de décoffrage) sur la fissuration lors du retrait restreint. Une deuxième campagne expérimentale a également été menée afin de comprendre l'influence du taux d'éther de cellulose sur la fissuration lors du séchage sachant qu'aucun consensus n'est encore établi dans la littérature quant à son impact (cf. chapitre 0).

4.1. Synthèse bibliographique sur les essais de retrait restreint

Cette section a pour objectif de présenter les avantages et les inconvénients des différents protocoles expérimentaux proposés dans la littérature.

4.1.1. Essais linéiques

Ces essais sont menés afin de limiter, suivant une direction préétablie, les déformations de retrait (Bloom, et al., 1995) (Charron, 2003) (Rosario Veiga, et al., 2007). Pour cela, une éprouvette de mortier est placée dans un moule dont l'une des extrémités est reliée à une presse (Figure 105 Schéma de principe des essais de retrait restreint unidirectionnel Figure 105). Par son intermédiaire, un chargement est appliqué à l'éprouvette afin de compenser les déformations de retrait. Ces dernières sont mesurées en continu par l'intermédiaire de comparateurs LVDT disposés à la surface de l'éprouvette. La géométrie des éprouvettes est optimisée afin de prévenir toute concentration de contraintes en bordure du pont de chargement. Une éprouvette de dimensions identiques est généralement testée en parallèle afin d'évaluer le retrait libre. La principale difficulté de ce type d'essais est liée à l'asservissement et au mode de chargement.

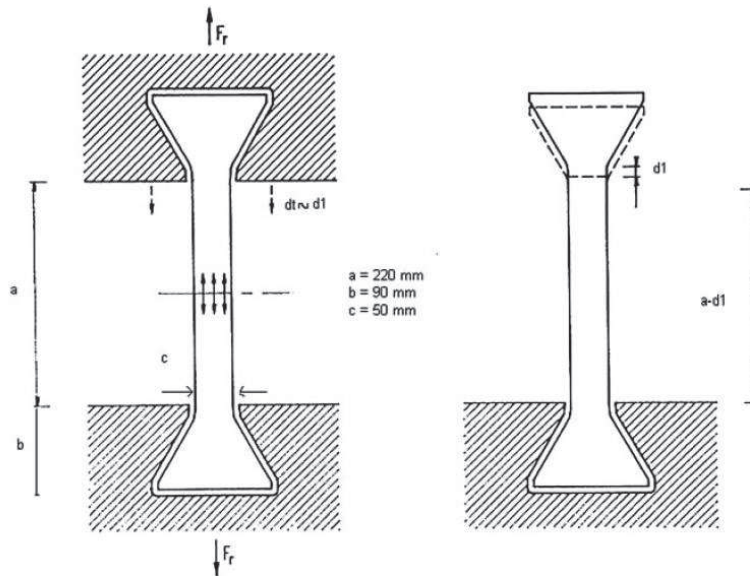


Figure 105 Schéma de principe des essais de retrait restreint unidirectionnel (Rosario Veiga, et al., 2007)

4.1.2. Essais de retrait restreint en plaque

L'objectif de ces essais est d'étudier la fissuration à la surface d'une plaque de mortier induit par le retrait restreint (Kraai, 1982) (Yokoyama, et al., 1994) (Lin, et al., 2010). Le mortier étudié est ainsi coulé dans un cadre rigide qui limite les déformations induites par le retrait du matériau (Figure 106). Le lien avec le cadre est assuré par des tiges d'acier. La plaque de mortier est placée sur un film de téflon afin de limiter la friction. Cette maquette est alors placée dans une enceinte dans laquelle elle est soumise aux charges environnementales testées.

Les paramètres étudiés dans cette expérience sont la longueur et l'ouverture de fissuration à la surface de la plaque. La mesure de cette fissuration est réalisée par l'observation de la surface à l'œil nu et à l'aide d'un fissuromètre optique à différentes échéances.

On peut s'interroger sur la représentativité du mode de restriction adopté lors de cet essai. L'espacement entre les barres permettant la liaison semble en effet être un paramètre important quant à la forme du réseau de fissure observé. Ainsi, on peut remarquer sur l'exemple fourni par Lin et al. (Lin, et al., 2010) (Figure 106) une concordance entre les fissures et l'emplacement de ces barres.

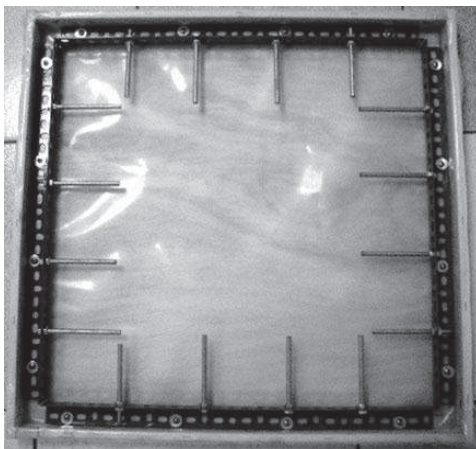


Figure 106 Dispositif de retrait restreint proposé par (Lin, et al., 2010) (à gauche) et exemple d'un réseau de macro fissure sur une plaque de mortier obtenu par ce type expérience (à droite)

4.1.3. Essais à l'anneau

Le mortier (ou le béton) est coulé autour d'un anneau métallique dont la rigidité est représentative de celle du support correspondant à l'application du matériau testé. Le retrait endogène, de dessiccation ou de carbonatation du matériau d'étude est limité par le support ce qui entraîne le développement de contraintes de traction dans l'anneau de mortier et peut conduire à sa fissuration. Ce type de dispositif a ainsi été utilisé par certains auteurs afin de déterminer l'échéance d'amorçage et de suivre le développement de cette fissuration (Sellevold, et al., 1994) (Momayez, et al., 2005) (Turatsinze, et al., 2006).

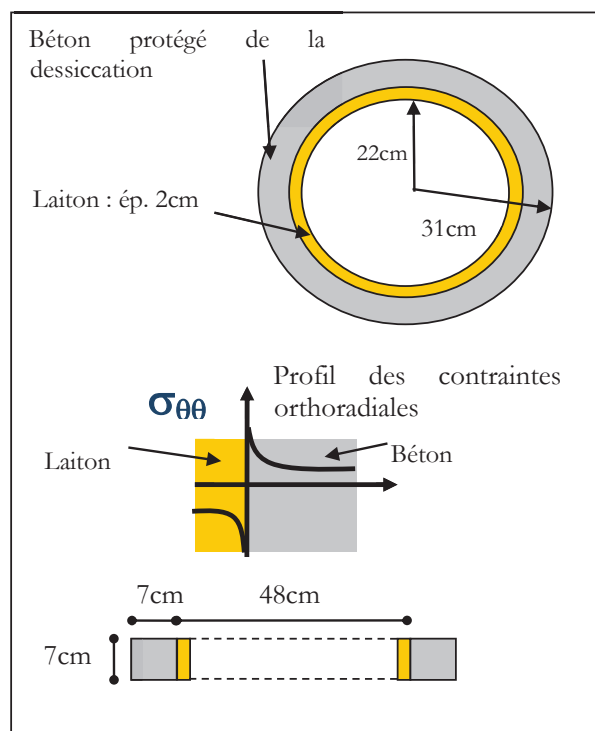


Figure 107 Représentation schématique de l'essai à l'anneau proposé par (Briffaut, 2010) afin d'identifier l'évolution des contraintes de traction dans une couche de béton induites par le retrait restreint

En optimisant l'épaisseur de l'anneau métallique, ce type d'essais est également employé afin de déterminer l'évolution des contraintes de traction à l'interface entre les deux matériaux (Figure 107) Pour ce faire, des jauges extensométriques sont collées sur la surface interne à l'anneau métallique suivant la direction orthoradiale. Connaissant le comportement élastique du métal employé, il est alors possible de calculer les contraintes de compression moyennes dans l'épaisseur de cet anneau et en employant un modèle analytique (Hossein, et al., 2004) (Monge, 2007) ou numérique par M.E.F. (Briffaut, 2010), d'en déduire les contraintes de traction dans le mortier.

Pour ce type d'essais, l'anneau métallique est libre de se déformer. La restriction que celui-ci induit sur la couche de mortier évolue donc au cours de l'essai. Afin de pallier ce problème, des essais ont été développés afin de compenser la contraction de l'anneau. Ainsi, Haouas (Haouas, 2007) coule un anneau de mortier autour d'un cylindre métallique dans lequel une pression de gaz est progressivement appliquée afin de conserver au cours de l'essai sa géométrie initiale. Dans le cas de l'essai proposé par Messan (Messan, 2006), le support est un cylindre d'élastomère quasi incompressible. La forme de ce noyau est maintenue en appliquant au moyen d'une presse un effort

vertical. Un dispositif équivalent (asservissement au moyen d'une presse) est utilisé par Gagné et al. (Gagné, et al., 2006) pour l'étude du retrait empêché en conditions endogènes (Figure 108).

Le principal avantage de ce type d'essais est de fournir, en disposant d'une modélisation adaptée, l'évolution des contraintes dans le mortier au cours de son retrait. D'autre part, le support est réutilisable, permettant lors d'une série d'essais de disposer d'une restriction identique, favorisant théoriquement leur reproductibilité. Néanmoins, le principal biais est la nature physico-chimique du support et la différence de son état de surface (rugosité/porosité/humidité interne) avec la réalité. Or, comme nous l'avons vu au chapitre bibliographique, ces paramètres sont prépondérants quant au développement du lien entre deux matériaux (adhésion) et par la même sur la restriction induite par le support.

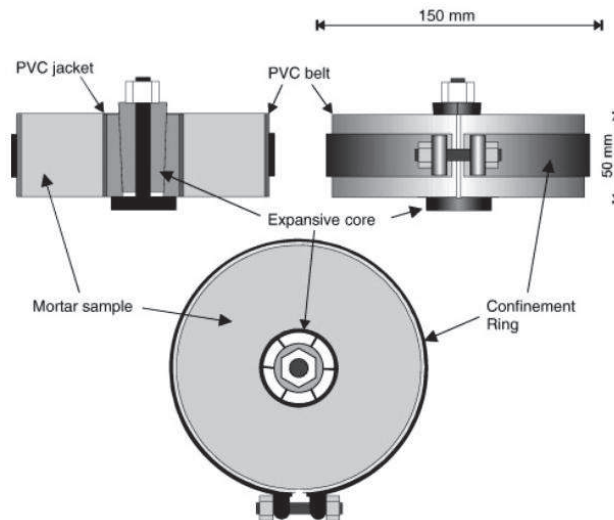


Figure 108 Représentation schématique de l'essai de retrait restreint proposé par Gagné (Ismail, et al., 2008)

4.1.4. Essais de retrait restreint par un support

Sont regroupés dans cette catégorie l'ensemble des essais pour lesquels une couche de mortier est coulée sur un support dont la surface est représentative d'un cas réel. Certains auteurs évaluent, à l'image des essais de retrait restreint en plaque, la fissuration au terme du séchage de la couche de mortier (Banthia, et al., 1996) (Laurence, 2001). Les paramètres récoltés sont ainsi le nombre, la longueur et l'ouverture des fissures en surface au moyen d'un fissuromètre optique. Ces mesures ne permettent cependant pas de déterminer si ces fissures atteignent l'interface entre le mortier et le support, et si cela est le cas, si leur propagation se poursuit dans le support ou conduit à une délamination de la couche de mortier. Afin de répondre à ces questions, Laurence (Laurence, 2001) étudie la fissuration interne à l'enduit de mortier au moyen de la technique des répliques. Une section de la couche de mortier fissurée est prélevée. La vaporisation d'un solvant et l'application d'un film plastique sur cet échantillon permettent d'obtenir une empreinte de la fissuration interne. Sa surface est alors métallisée afin de permettre une identification par MEB. Le principal problème de cette observation est que celle-ci ne peut être réalisée qu'au terme de l'expérience et qu'elle conduit à la destruction de l'échantillon.

Nombre d'essais ont été également développés afin d'évaluer l'évolution des déformations dans le mortier et/ou dans le support.

Cette mesure est couramment menée à l'aide d'un extensomètre mécanique en surface (Laurence, 2001) (Momayez, et al., 2005) (Abbasnia, et al., 2005) (Beushausen, et al., 2007). Deux plots sont

collés à la surface du matériau étudié. Ceux-ci sont alignés suivant la direction de déformation recherchée. Le suivi de l'espacement entre ces plots au cours de l'essai est réalisé ponctuellement au moyen d'un extensomètre mécanique. Notons que, dans le cas de nos matériaux, le collage de ces plots à la surface de la couche de mortier serait difficile en raison de la forte saturation en eau des mortiers étudiés. Une alternative pourrait être, à l'instar des essais menés par Beushausen et Alexander (Figure 109), de suivre les déformations se produisant dans le bloc de béton. Cependant contrairement aux matériaux étudiés durant cette thèse, le mortier de réparation testé par ces auteurs possède des propriétés mécaniques relativement élevées, ce qui conduit lors du retrait des couches de mortier à une déformation du support assez grande pour être mesurée.

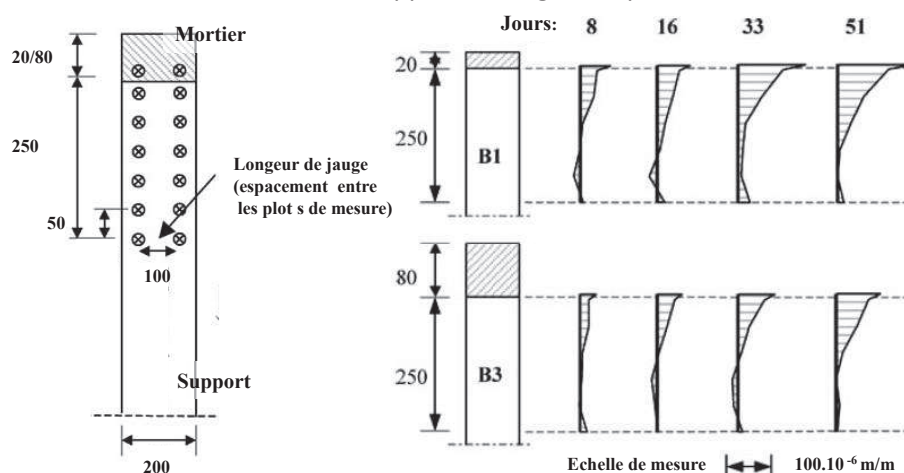


Figure 109 Dispositif expérimental permettant le suivi des déformations d'un système mortier/béton par extensomètre (Beushausen, et al., 2007)

Un dispositif expérimental proposé par Détriché (Détriché, 1983), également utilisé par (Nicot, 2008), permet le suivi des déformations globales des mortiers en couche mince. Le matériau frais est coulé dans un moule métallique placé sur le support étudié. Des tiges métalliques sont préalablement placées de part et d'autre du moule à mi-épaisseur de la couche de mortier permettant de suivre les déplacements induits par le séchage (Figure 110). Le moule est recouvert de téflon afin de limiter les frictions avec le mortier. Ce dispositif fournit une mesure de la déformation moyenne de la couche de mortier. Cependant, l'exploitation des résultats devient caduque dès qu'une fissure de traction se produit entre les deux points d'ancrage permettant la mesure des déplacements.

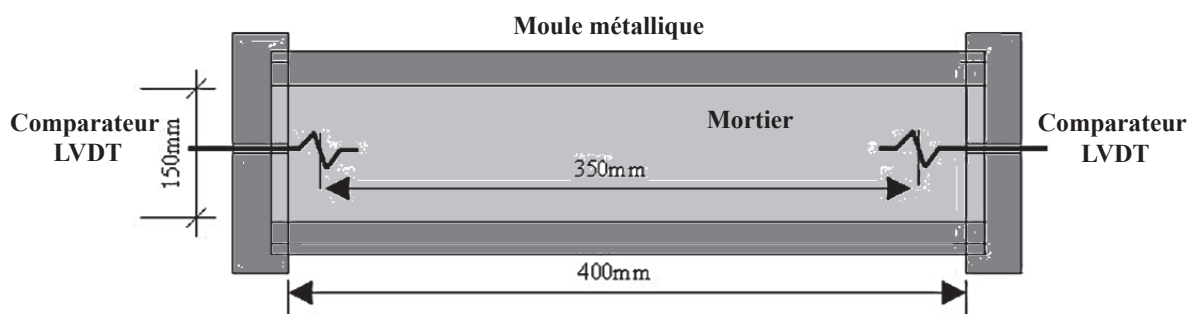


Figure 110 Dispositif de mesure du retrait restreint au moyen de comparateur LVDT (Nicot, 2008)

L'évolution des déformations dans le système mortier/support peut être également effectuée en noyant dans les matériaux d'étude des jauges d'extensométrie (Al-Gadhib, et al., 1999) (Amba, et al.,

2010) ou des fibres optiques (Bernard, et al., 2002). En plaçant ainsi plusieurs jauges dans l'épaisseur de la couche de mortier (Figure 111), ces techniques permettent le suivi des déformations de retrait parallèlement au gradient hydrique induit par le séchage. A l'instar des essais au moyen d'extensomètre mécanique, le suivi des déformations est effectué suivant une direction préétablie par l'utilisateur. Une attention particulière doit donc être prise lors de la pose de ces jauges afin de s'assurer de leur localisation et de leur orientation au risque d'obtenir une mauvaise interprétation des déformations mesurées.

Ce dispositif de mesure est particulièrement intéressant dans le cas de couches de mortier relativement épaisses telles que celles employées en réparation. Pour des applications de mortier d'épaisseur plus faible (dans notre cas 1 cm), on peut s'interroger sur l'impact de ces jauges sur le transfert hydrique au travers du matériau lors du séchage et par là même sur les déformations de retrait. En outre, les mesures obtenues par ce dispositif ne peuvent être aisément interprétables qu'en l'absence de fissure. Or, en raison de la faible déformabilité au jeune âge des matériaux que nous étudions, dans la majorité des essais qui ont été menés (décrits dans la suite), le séchage des mortiers conduit à un amorçage de la fissuration relativement précoce, ce qui aurait rendu difficile l'emploi de cette technique.

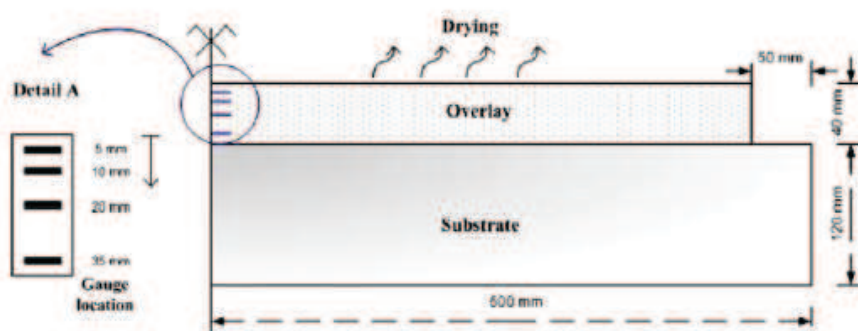


Figure 111 Mesure des déformations se produisant dans la couche de mortier au moyen de jauges noyées d'extensométrie (Amba, et al., 2010)

4.1.5. Bilan

L'étude de l'impact du retrait restreint ne peut être effectuée précisément que sur des supports dont la surface est représentative d'un support réel. Comme nous le verrons dans ce chapitre, le mode de fissuration et par voie de conséquence l'état de contrainte dans le matériau, est fortement dépendant de la nature du lien entre le support et la couche de mortier. Les essais linéiques, en plaque ou à l'anneau ne permettent donc pas de caractériser un système mortier/support mais permettent uniquement d'identifier le comportement d'un mortier en fonction d'une sollicitation induite par le séchage.

Globalement, deux types d'expérience peuvent être répertoriés. Le premier type d'essai concerne ceux permettant le suivi des déformations de retrait restreint. Ces expériences présentent l'avantage de permettre un suivi continu de l'état des déformations. Cependant, ces mesures sont effectuées localement ce qui nécessite une mise en place minutieuse des moyens de mesure (jauge, fibre optique). Les mesures fournies par ce type de dispositif ne sont cependant interprétables qu'en l'absence de fissuration. Or, l'initiation de la fissuration dans nos mortiers est relativement précoce. La deuxième catégorie d'expériences regroupe celles permettant de mesurer les conséquences de ce retrait restreint à savoir la fissuration du système mortier/support. Cependant, les dispositifs de mesure employée (observation par fissuromètre ou par SEM), ne permettent qu'un suivi ponctuel de l'état de fissuration, car elle nécessite une observation minutieuse des surfaces. D'autre part, ils ne

permettent pas de savoir si les fissures de traction atteignent l'interface et ainsi peuvent influencer sur la décohéssion entre les deux matériaux.

Dans les sections suivantes, nous présentons les dispositifs expérimentaux qui ont été développés afin d'identifier l'impact du retrait restreint sur une couche de mortier coulé sur un support représentatif. Les champs de déplacement induit par le séchage du mortier sont mesurés par corrélation d'images. L'avantage de ce moyen de mesure est de permettre une mesure en continu d'une surface et non pas d'un point. A l'origine, le dispositif avait pour but de mesure les déformations de retrait restreint. Cependant, la fissuration précoce de nos matériaux nous a conduit modifier son utilisation et à l'employer afin de permettre le suivi des modes de fissuration et de leur ampleur au cours du séchage.

4.2. Développement de dispositifs d'étude de l'impact du retrait restreint d'une couche mince de mortier coulé sur un support

Des essais à l'anneau ont été réalisés sur le mortier ECO,11% afin d'évaluer l'impact du temps de décoffrage sur la fissuration au cours du séchage. Cependant, les différents essais menés au moyen de cette technique se sont révélés très peu concluants (ils sont présentés en Annexe). La faible épaisseur de l'anneau de mortier, et par conséquent la difficulté de mise en œuvre, peut expliquer notre échec avec cet essai. L'absence de reproductibilité de l'essai dans le cas de la géométrie de séchage souhaitée nous a amené à abandonner l'exploitation des résultats et son utilisation pour les autres types de mortiers.

Nous présentons dans la suite les dispositifs de retrait libre et de retrait restreint que nous avons développés et utilisés pour étudier l'ensemble des mortiers CEReM.

4.2.1. Dispositif de mesure du retrait libre

4.2.1.1. Objectif

Les problématiques et les erreurs associées à la mesure du champ de déplacement par corrélation d'images (DIC) sont similaires à celles décrites au chapitre 3 consacré à la détermination du module d'élasticité (erreur de l'algorithme DIC, bruit, mouvement de corps rigide). Cependant, contrairement aux essais de flexion 3 points, la durée des essais de retrait restreint est relativement longue (plusieurs jours). Le dispositif de mesure (appareil photographique, éclairage) étant similaire, on peut s'interroger sur la capacité des moyens dont nous disposons à suivre l'évolution des champs de déplacement sur une aussi longue période. D'autre part, du fait de la faible épaisseur des couches de mortier étudiées, il est difficile de disposer d'un moyen de mesure concurrent afin de pouvoir vérifier l'exactitude des champs de déplacement obtenu par DIC.

Au préalable des essais de retrait restreint, des essais de mesure du retrait libre ont donc été menés afin de répondre à ces interrogations.

4.2.1.2. Protocoles expérimentaux

Le retrait de dessiccation a été mesuré par DIC et par des comparateurs LVDT suivant des conditions de conservations identiques. Des éprouvettes prismatiques (2×4×16 cm et 20×20×1 cm), fabriquées avec la composition ECO,1%, ont été protégées de la dessiccation par un film de polyane et conservées à 25°C±2°C durant 24 heures après le gâchage. Elles ont ensuite été décoffrées et placées dans la même enceinte à H.R.= 30±5% et 25±2°C.

La mesure du retrait du retrait libre par comparateur LVDT est menée sur l'éprouvette prismatique de 2×4×16 cm. Comme au chapitre 3, seules les surfaces 4×16 cm sont libres de sécher, les autres faces étant recouvertes de papier film aluminium. Cette configuration de séchage permet de reproduire la géométrie de séchage d'une couche de mortier de 1 cm placée sur un mur (cf. Figure 63)

Les champs de déplacement de la surface 20×20 cm de la seconde éprouvette sont mesurés par DIC. Cette surface est en contact avec l'extérieur tandis que toutes les autres surfaces de cette éprouvette sont protégées de la dessiccation par des bandes d'aluminium adhésif (Figure 112). La profondeur de séchage est donc similaire à celle de l'essai réalisé avec LVDT. La surface inférieure de la plaque est placée sur deux tiges en bois afin de limiter une possible friction et donc un possible retrait restreint.

Une photographie de la surface séchante est réalisée toutes les 10 minutes durant une dizaine de jours à l'aide d'un appareil EOS 350D. L'appareil est vissé à un pied lui-même encastré sur un support sur lequel est placée la plaque, limitant ainsi les mouvements de la caméra et ces possibles effets sur la mesure (Figure 112). Le temps d'exposition adopté est de 1 seconde, ce qui est relativement faible vis-à-vis de la cinétique du retrait. Ce temps d'exposition et l'éclairage adopté (plusieurs LED) permettent de limiter l'effet du bruit sur la mesure. Il est à noter que les LED nous permettent également un éclairage de la surface sans apport de chaleur et donc sans influence sur le séchage et le retrait du mortier. La surface de mesure est mouchetée afin d'obtenir une distribution en niveau de gris relativement importante et ainsi d'améliorer l'efficacité de l'algorithme de corrélation (Besnard, et al., 2006).

Afin de limiter la variabilité liée à la fabrication du mortier, les éprouvettes pour DIC et LVDT sont coulées à partir de la même gâchée. De plus, afin d'obtenir les mêmes conditions de séchage pour les deux essais, les surfaces séchantes de l'éprouvette 2×4×16 cm ont également été mouchetées.

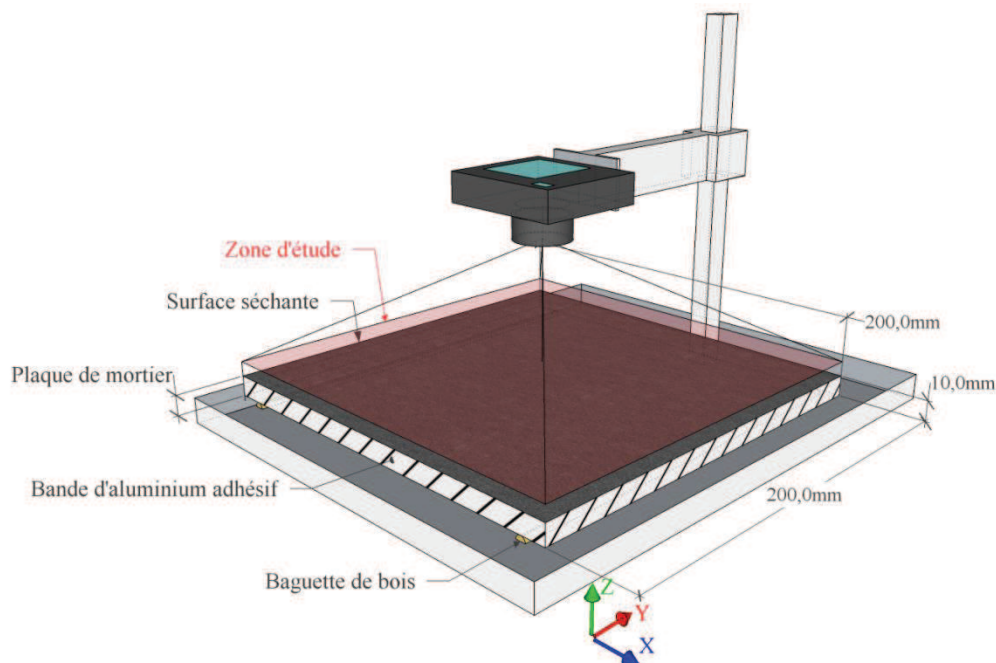


Figure 112 Représentation schématique du dispositif permettant la mesure du retrait libre par DIC

4.2.1.3. Analyse de la mesure du retrait libre par DIC

- Précision de l'algorithme de corrélation d'images

Comme décrit au chapitre 3, une analyse de la texture de l'image initiale est réalisée afin d'estimer les performances de l'algorithme de DIC et déterminer la taille minimum des éléments pouvant être employée vis-à-vis de la précision et de la cinématique du champ de déplacement observée. L'image de référence est numériquement décalée d'un déplacement connu. L'algorithme de corrélation d'images est alors employé afin d'estimer le déplacement entre l'image de référence et l'image numériquement décalée. La différence entre le déplacement imposé et le déplacement calculé permet d'identifier l'erreur induite lors du calcul de corrélation d'images et les erreurs pour différentes dimensions de ZOI.

Dans le cas de la mesure du retrait libre, en l'absence de fissuration, la cinématique des champs de déplacement observé est relativement simple (contraction de la surface de l'éprouvette). Il n'est donc pas nécessaire de raffiner excessivement le maillage de corrélation. L'évaluation a priori de la technique DIC employée nous a donc amenés à l'utilisation de ZOI de taille 32 pixels (1 pixel = 0,2 mm) pour une précision de 0,5 μm .

Ce calcul d'erreur n'est qu'une évaluation de la précision de l'algorithme de corrélation d'images et ne prend pas en compte les fluctuations (texture / mouvement du plan de mesure) pouvant affecter la mesure du champ de déplacement au cours de l'essai. La comparaison des résultats obtenus par cette technique avec ceux obtenus par comparateur LVDT avait pour but d'estimer qualitativement la validité de notre dispositif expérimental.

- Discussion quant au champ de déplacement mesuré

Les champs de déplacement suivant les deux directions du plan de mesure 11 jours après le décoffrage sont représentés sur la Figure 113. Un gradient de déplacement quasi-uniforme suivant la direction du champ de déplacement est observable. On remarque cependant que, dans les deux directions, les iso-valeurs des champs de déplacement sont légèrement incurvées vers les coins de la surface. Cette incurvation pourrait être liée à une flexion de la plaque de mortier entre les deux baguettes qui servent d'appuis. Cependant, ce phénomène est observable suivant les deux directions de mesure et, si une flexion s'était produite, la forme des champs de déplacement serait fortement différente suivant les deux directions (un calcul par MEF avec Castem nous l'a confirmé).

En outre, l'observation à l'œil nu de la plaque à la fin de l'essai ne révèle aucune courbure notable de la plaque en son centre. Ce phénomène peut être lié à un séchage parasite de l'éprouvette. En effet, un décollement du film adhésif a pu participer au séchage et un retrait de dessiccation plus prononcé en bordure de la surface séchant. Cette interprétation permet d'expliquer l'incurvation plus prononcée du champ de déplacement U_y et la densification des iso-valeurs du champ U_x le long des bordures de la surface parallèle à l'axe y . Le tuilage de la plaque de mortier pourrait être également à l'origine de cette incurvation. Cependant les observations visuelles menées au terme de l'expérience ne permis pas de le confirmer.

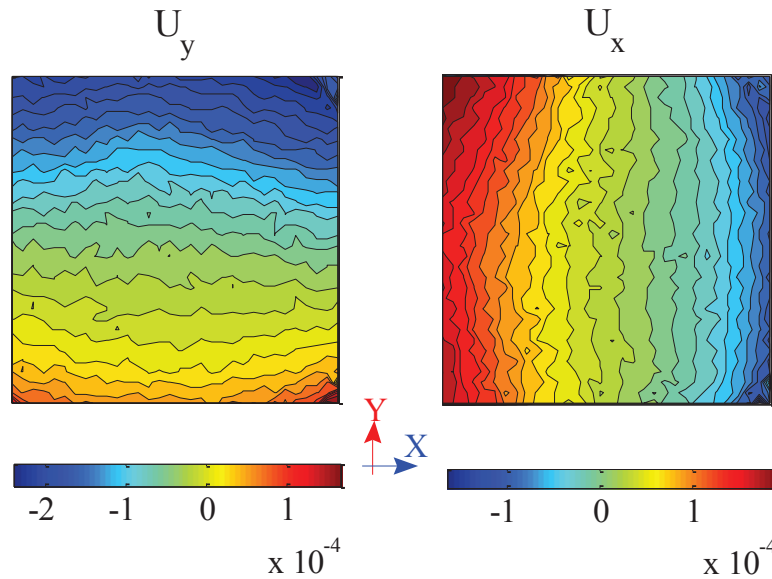


Figure 113 Champs de déplacement (en mm) 11 jours après le décoffrage de l'éprouvette (décoffrage à 1j)

L'évolution des iso-valeurs de déplacement indique une contraction quasi-uniforme de la surface de l'éprouvette liée au retrait libre de dessiccation. Aucun saut de déplacement n'est observé. Des observations par fissuromètre optique n'ont révélé aucune micro ou macro fissure. Ces résultats montrent qu'aucun retrait auto-restreint de l'éprouvette ou une possible limitation des déplacements par les appuis ne s'est produit.

- Comparaison avec les mesures par LVDT

Afin de pouvoir comparer les résultats obtenus par DIC avec ceux obtenus par comparateur LVDT, il est nécessaire de convertir l'information surfacique en une variable unidimensionnelle, à savoir la déformation globale de la surface étudiée. Ainsi, suivant les deux directions du plan de mesure, la déformation moyenne de la plaque est déterminée en interpolant linéairement le champ de déplacement et en calculant la différence moyenne des déplacements entre les deux extrémités de la plaque suivant le champ de déplacement considéré.

L'évolution des déformations obtenues à partir des deux moyens de mesures est rapportée par la Figure 114. La légère anisotropie des déformations mesurées par DIC est probablement liée à une protection des faces latérales un peu défailtante et non symétrique comme expliqué dans le paragraphe précédent. L'amplitude des déformations finales mesurées par DIC suivant les deux directions du plan est relativement proche de celle mesurée par LVDT. D'autre part, la cinétique globale du retrait (augmentation entre 1,5 et 5 jours puis une stabilisation) est similaire pour les deux moyens de mesure. Au vue de la variabilité des mesures de retrait pour ce type de matériau, on peut estimer que la technique de corrélation d'images employée permet le suivi des déplacements induits par le retrait sous condition que l'étanchéité des faces latérales est bien assurée.

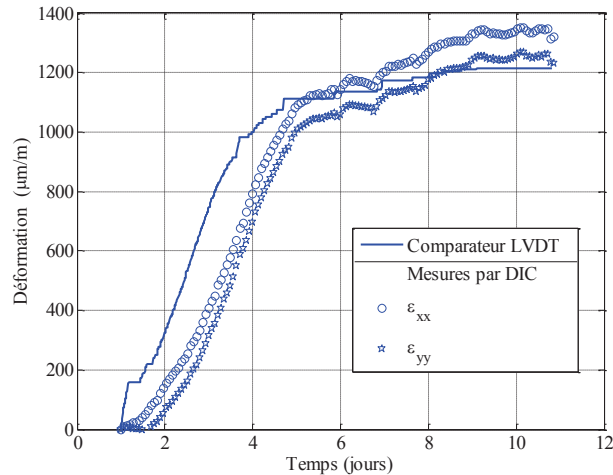


Figure 114 Déformation de retrait libre obtenu par DIC et à l'aide de comparateur LVDT

4.2.2. Dispositif de caractérisation de la fissuration de surface induite par le retrait

4.2.2.1. Objectif

Notre objectif était de savoir si le retrait de dessiccation de la couche de mortier conduit à une fissuration de sa surface soumise au séchage et de déterminer si le dispositif de corrélation d'images peut être en mesure de rapporter la localisation et l'ampleur de cette fissuration.

4.2.2.2. Protocole expérimental

Dans le cadre de cette expérience, le support employé est un bloc de béton de 20 cm³. Cette dimension a été choisie afin d'avoir une épaisseur de béton permettant de reproduire la rigidité d'un mur. Ce support a été fabriqué par nos soins. L'état de surface de ce support n'a pas été contrôlé ni modifié.

Une couche de mortier EC0,11% de 20 cm² et d'épaisseur 1 cm est coulé sur l'une des surfaces. Le matériau a été coulé à la surface de contact des matériaux (Figure 115). Ce mode de mise en œuvre peu orthodoxe a été choisi afin de limiter l'impact de l'applicateur sur l'adhésion entre les deux matériaux. Il a pu être réalisé en raison de la capacité des éthers de cellulose à éviter la ségrégation et la grande fluidité du mortier étudié.

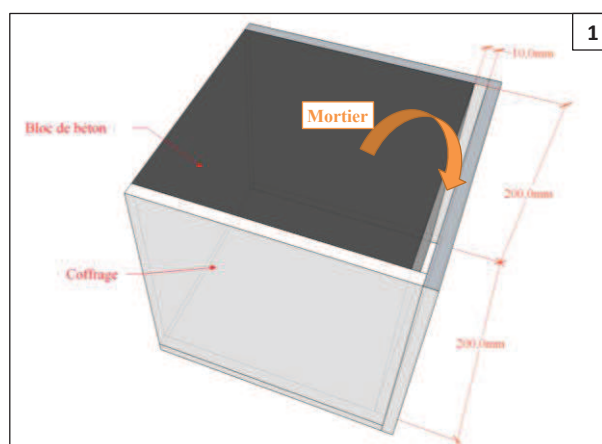


Figure 115 Représentation schématique des modes de mise en œuvre (type 1) du mortier frais adopté

L'ensemble des surfaces de la couche de mortier sont protégées de la dessiccation durant 24 heures à température contrôlée ($25^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$). La plus grande surface est alors exposée au séchage ($30\pm 5\%$ H.R. et $25\pm 2^{\circ}\text{C}$) tandis que les surfaces adjacentes sont protégées par des films d'aluminium adhésif et de polyane (Figure 116). La bande d'aluminium recouvrant à la fois les surfaces de béton et de mortier, sa mise en place a été plus aisée, favorisant son adhésion et sa capacité d'étanchéité.

La composition du matériau employé, la géométrie de la couche de mortier ainsi que ses conditions des conservations et de séchage sont identiques à celles employé lors de l'essai de retrait libre réalisé à l'aide du même dispositif expérimental (paragraphe 2.5.1). La taille des éléments choisis pour le calcul par corrélation d'images de champ de déplacement est identique à celui employé lors de l'essai de retrait libre à savoir 32 pixels. L'évaluation a priori de la technique de corrélation d'images est en conséquence du même ordre de grandeur ($5\ \mu\text{m}$).

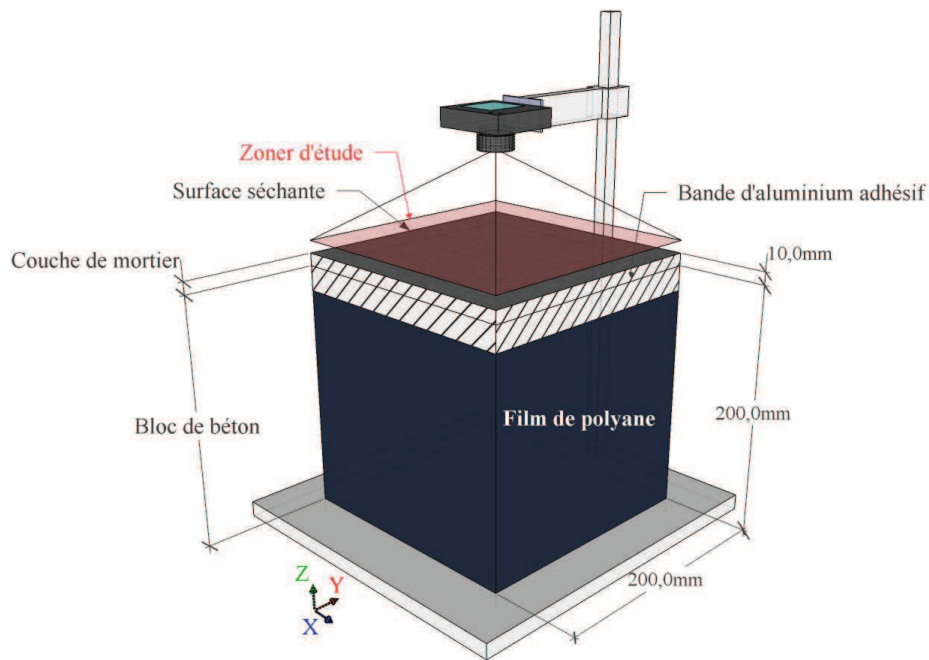


Figure 116 Représentation schématique du dispositif permettant le suivi de la fissuration de surface
4.2.2.3. Champ de déplacement et localisation de la microfissuration

Aucune macrofissure n'a été observée au terme de cette expérience (une dizaine de jours). Seules des microfissures s'étant développées sur l'ensemble de la surface ont été détectées au moyen d'un fissuromètre optique.

En travaillant sous l'hypothèse des petites déformations, les champs de déplacement calculés par corrélation d'images permettent de calculer les composantes du tenseur des déformations linéarisées. Ce calcul étant réalisé pour l'essai de retrait libre et d'essai restreint, on remarque que la présence du support conduit au développement d'extensions locales (Figure 117), confirmant l'apparition d'une microfissuration.

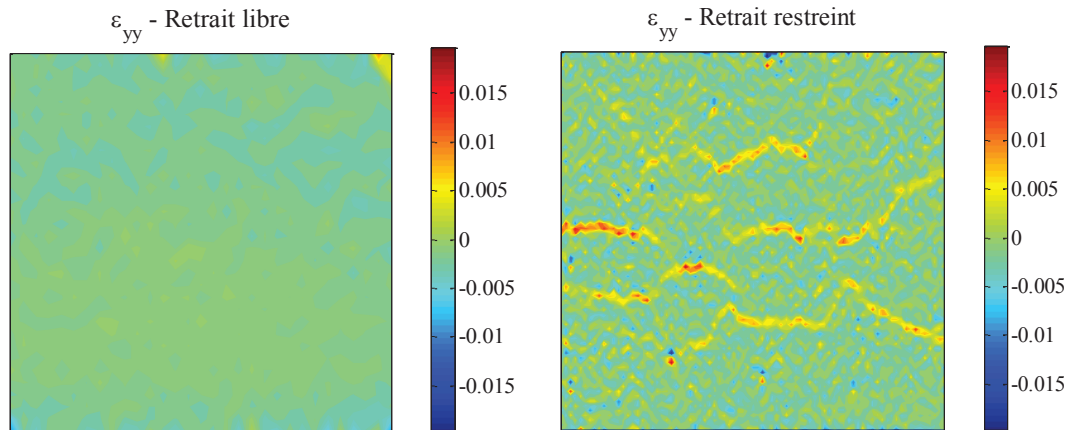


Figure 117 Champ de déformation suivant la direction de l'axe y dans le cas du retrait libre et du retrait restreint (20×20cm – Iso-valeur des déformations en m/m)

Si la présence de microfissures est ainsi confirmée, l'information quant à la forme de ce réseau de microfissures est répartie suivant chacune des composantes du tenseur des déformations. Le calcul d'une déformation équivalente $\hat{\varepsilon}$ couramment utilisée en mécanique de l'endommagement pour les matériaux cimentaires (Mazars, 1986) permet d'obtenir un critère unidimensionnel et d'obtenir cette information :

$$\hat{\varepsilon} = \sqrt{\langle \varepsilon \rangle_+ : \langle \varepsilon \rangle_+} \quad (4-1)$$

Avec ε le tenseur des déformations et $\langle \cdot \rangle_+$ l'opérateur de la partie positive

Dans le cadre de la corrélation d'images, ce critère a été précédemment utilisé par Lagier et al. (Lagier, et al., 2010) pour l'étude de fissures liées à l'inclusion de granulats dans une pâte de ciment soumise au séchage. Cette approche est particulièrement pertinente pour les matériaux cimentaires qui possèdent une faible déformabilité en traction et faible résistance en traction.

Ce post-traitement permet de suivre l'évolution de la microfissuration à la surface de la couche de mortier (Figure 118). La forme du réseau de microfissures est représentatif de la fissuration induite par le retrait restreint et est similaire à ceux observés par Laurence (cf. Figure 119) (Laurence, 2001) sur des mortiers de réparation ou par Colina et Acker (Colina, et al., 2000) sur des bétons. La localisation de ces microfissures a été confirmée par des observations au moyen d'un fissuromètre optique à la fin de l'essai.

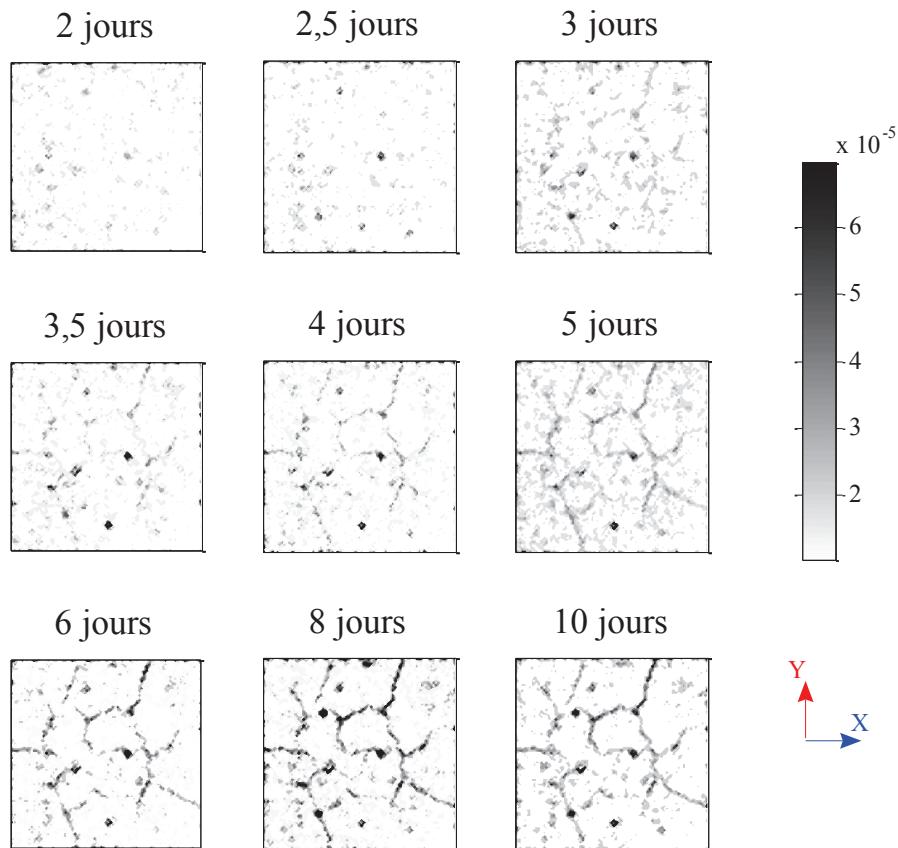


Figure 118 Cartographie de la microfissuration à la surface du mortier au cours de l'essai de retrait restreint (20×20cm-Iso-valeurs de la déformation équivalente de Mazars en m/m)

Suite à l'initiation de la fissuration (3 à 4 jours après le gâchage), la forme du final du réseau de microfissures semble être atteinte et reste à peu près identique jusqu'à la fin de l'essai. Suite à cette échéance, l'augmentation de l'intensité du critère proposé semble indiquée que le développement du retrait restreint conduit à une augmentation de l'ouverture des fissures existantes sans création de nouvelle fissure.

Lors de l'initiation de la fissuration, les essais de retrait libre indiquent que les déformations sont de l'ordre de 800 $\mu\text{m}/\text{m}$ et que la valeur ultime du retrait de dessiccation n'est pas encore atteinte ($\sim 1200 \mu\text{m}/\text{m}$). Les contraintes de traction qui se développent donc en surface de la couche de mortier dépassent à cette échéance la résistance en traction du matériau. La poursuite du retrait du matériau conduit à l'augmentation de l'ouverture des fissures ce qui conduit à observation plus distinct de celles-ci au moyen de notre critère.

4.2.2.4. Limite de la méthode

La méthode présentée permet le suivi de l'évolution globale de la fissuration à la surface de l'enduit. Cependant, le manque de précision de la mesure ne permet pas de déterminer l'instant exact au cours duquel se produit la fissuration.

En outre, il est difficile d'obtenir de cette cartographie un paramètre reproductible permettant de caractériser l'ampleur de la microfissuration. Afin de caractériser la densité de fissuration de surface, Laurence (Laurence, 2001) propose un indice de fissuration (*I.F.*) déterminé à partir de l'interception du réseau de fissure avec un quadrillage (Figure 119) et défini comme suit :

$$I.F. = \frac{\sum_{j=1}^6 \left(\frac{\sum_i \omega_i}{d} \right)_j}{n} \quad (4-2)$$

Avec ω_i l'ouverture de fissure en μm de la fissure i , d la longueur du côté ou de la diagonale, n le nombre d'axe de mesure ($n = 6$)

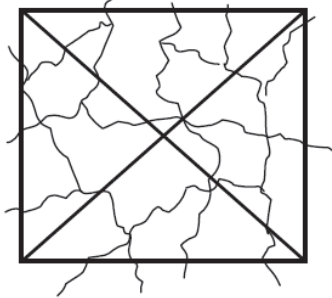


Figure 119 Détermination de la densité de fissuration de surface induit par un retrait restreint (dimension du carré : 40 cm)

Même si cela a été envisagé au départ, nous n'avons pas utilisé un tel indice, en raison du manque de précision du calcul de corrélation d'images sur une surface aussi ample et donc de l'impossibilité de déterminer précisément l'ouverture des fissures.

4.2.3. Dispositif de caractérisation de la fissuration à l'interface mortier / support

4.2.3.1. Objectif et démarche

Le dispositif présenté au paragraphe précédent manquant de précision, nous avons choisi de modifier notre dispositif expérimental afin de pouvoir mesurer l'ouverture de la fissuration liée au décollement de la couche de mortier à l'une des extrémités de notre maquette. Le retrait restreint induit des contraintes de cisaillement et de traction à l'interface entre ces deux matériaux (Figure 120). L'ampleur de ce décollement est donc théoriquement représentative de l'ampleur des contraintes de traction se développant dans l'épaisseur de la couche de mortier.

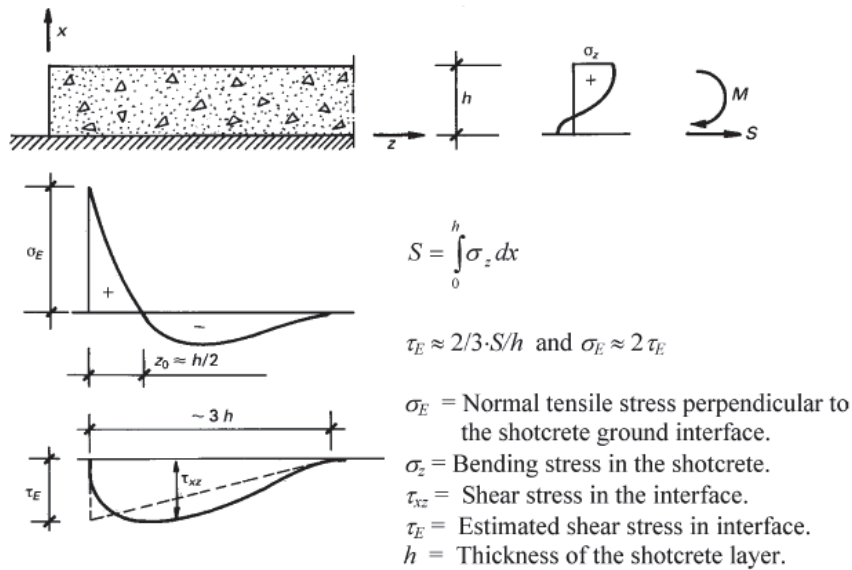


Figure 120 Représentation schématique de l'état de contrainte en bordure de la maquette d'après (Jonasson, 1977) tiré de (Malmgren, et al., 2005))

4.2.3.2. Protocole expérimental

Afin de développer cet essai, une première expérience a été réalisée dans des conditions de cure et d'essai identique à celles présentées au chapitre précédent (protection face à la dessiccation durant 1 jour à 25°C / conditions de séchage : 30% H.R. et 25°C / type de support en béton identique). Afin de permettre le suivi des déplacements dans l'épaisseur du mortier en évitant le séchage de la face mesurée, une vitre transparente est plaquée contre cette surface, maintenue par des serre-joints. Le maintien de l'étanchéité des autres faces latérales est assuré par une bande d'aluminium adhésif et une couche de polyane. Le dispositif de mesure est identique (appareil photo, éclairage, mouchetie), si ce n'est que l'appareil photographique est placé sur un trépied.

Une seconde série d'expériences a été menée afin d'estimer la reproductibilité de notre dispositif et l'emploi de l'ouverture de la fissure de décollement comme indicateur objectif de l'impact du séchage sur l'état de fissuration des éprouvettes.

Dans le cadre de ces essais, le mortier ECO,11% est coulé perpendiculairement à la a été euvre interface entre les matériaux. La couche de mortier est conservée en conditions endogènes durant 1 jour à 23±2°C. La maquette est alors décoffrée et placée dans une salle contrôlée en humidité et en température (60±5% H.R. et 23±2°C). Les protections appliquées permettent un séchage unidirectionnel de la plus grande surface de mortier (Figure 121).

Afin de permettre une reproductibilité de l'essai, une attention plus grande a été prise quant à l'état de surface du bloc support. Ce paramètre est primordial afin de contrôler et limiter les variables pouvant influencer l'adhésion entre les deux matériaux qui influe elle-même sur le développement de l'état de contrainte et de la fissuration dans la couche de mortier.

Connaissant l'importance de la rugosité du support sur le développement de l'adhésion (Garbacz, et al., 2006) (Santos, et al., 2007), les blocs en béton utilisés ont été fabriqués par une société spécialisée dans les traitements surfaces. Ces blocs respectent ainsi la norme EN 1766:2000. Pour ces essais de reproductibilité, les surfaces du béton ont été sablées (diamètre 1-2 mm).

Deux semaines avant les essais, les blocs support sont placés dans les conditions d'humidité et de température d'essai (60±5% H.R. et 23±2°C). Cette disposition a pour objectif d'assurer une humidité interne au bloc de béton assez proche de celle en surface.

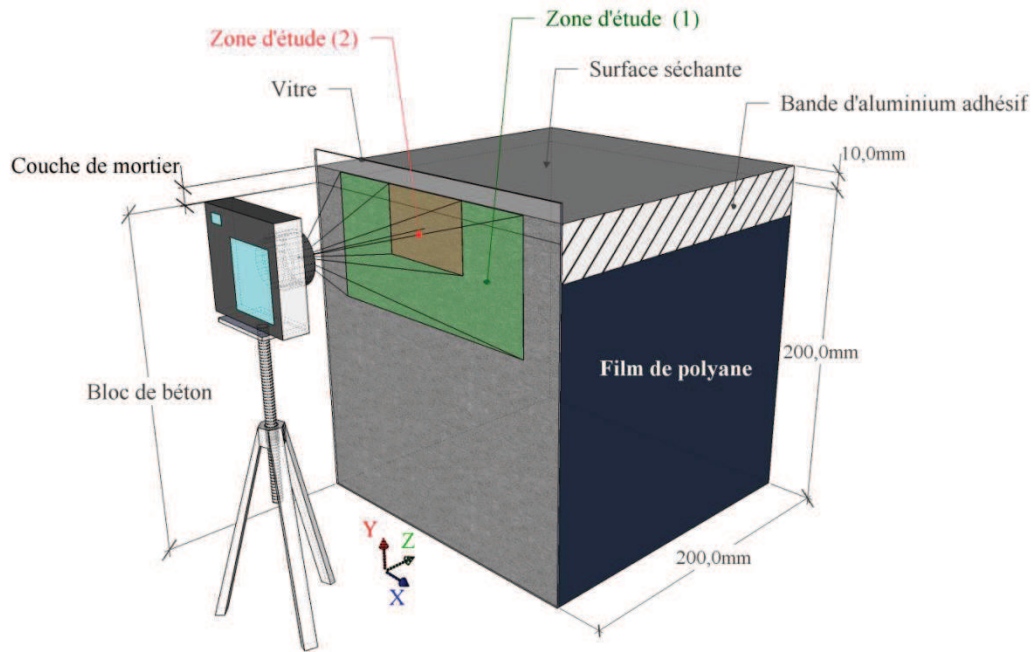


Figure 121 Représentation schématique du dispositif permettant le suivi de la fissuration à l'interface

4.2.3.3. Développement et analyse de l'essai

- Correction du champ de déplacement

Contrairement aux essais menés en observant la surface séchante du mortier, l'appareil photographique est placé sur un trépied. Comme lors des essais de flexion, ce dispositif conduit à des mouvements du plan de mesure. Afin d'être capable de déterminer précisément les ouvertures de fissure, il est nécessaire de corriger le champ de déplacement calculé. Pour cela, on suppose qu'en raison de la forte rigidité du bloc en béton, comparativement à celle de la couche de mortier, le retrait de dessiccation induit des déformations, et donc des déplacements, relativement faibles dans le béton. Le support est donc considéré comme immobile au cours de l'essai. Le champ de déplacement observé dans la zone du béton est interpolé à partir de fonctions de forme de type Q4. Le champ de déplacement est alors extrapolé sur l'ensemble de la zone d'étude et retranché au champ de déplacement calculé par DIC. La Figure 122 reproduit les champs de déplacement calculés par corrélation d'images et le déplacement ainsi corrigé.

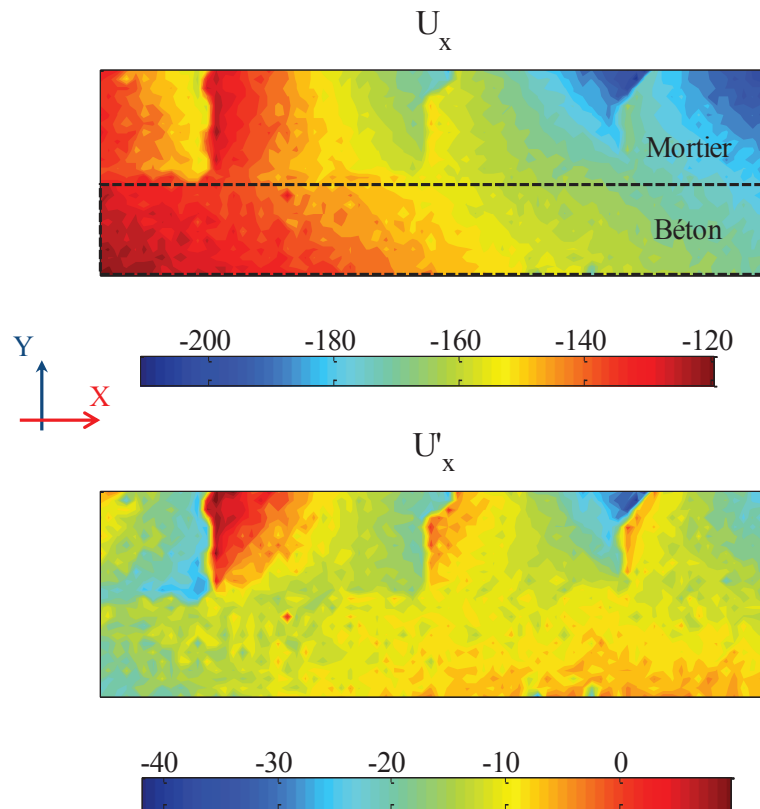


Figure 122 Suppression des mouvements de corps rigide

A partir du champ de déplacement ainsi corrigé, la cartographie d'endommagement tel que défini à la section 4.2.2.3 est calculé (Figure 123). Trois microfissures (cercle continu) se propagent depuis la surface séchante, perpendiculairement à celle-ci, jusqu'à atteindre l'interface avec le béton. Ce mode de fissuration est en accord avec l'évolution de la contrainte de traction lors du retrait restreint. En outre, on remarque l'apparition d'une fissure de décollement liée à des contraintes de cisaillement et de traction (Figure 123). La localisation de ces fissures a été confirmée par des observations à l'aide d'un fissuromètre optique.

Il est à remarquer que le post-traitement semble révéler une fissuration dans le bloc du béton (cercle en pointillé). Aucune microfissuration n'a cependant été observée dans cette zone. En fait, l'augmentation de la zone d'étude conduit à la disparition de cette zone. Ce phénomène est lié à un manque de précision de l'algorithme de corrélation d'images en bordure de la zone d'étude. En effet, le calcul d'inter-corrélation est conduit dans un espace de Fourier au moyen d'un algorithme de transformée de Fourier rapide (TFR) afin de permettre un calcul rapide. L'utilisation de cette transformée sur un intervalle fini (la zone d'étude adoptée) suppose la périodicité du signal. Afin de limiter cet effet en bordure de la zone d'étude, cette dernière est donc étendue en périodisant les pixels de bord (« edge blurring » (Hild, et al., 2002)). Malgré cette correction, c'est en bordure de la zone d'étude que l'erreur du calcul d'inter-corrélation reste la plus élevée.

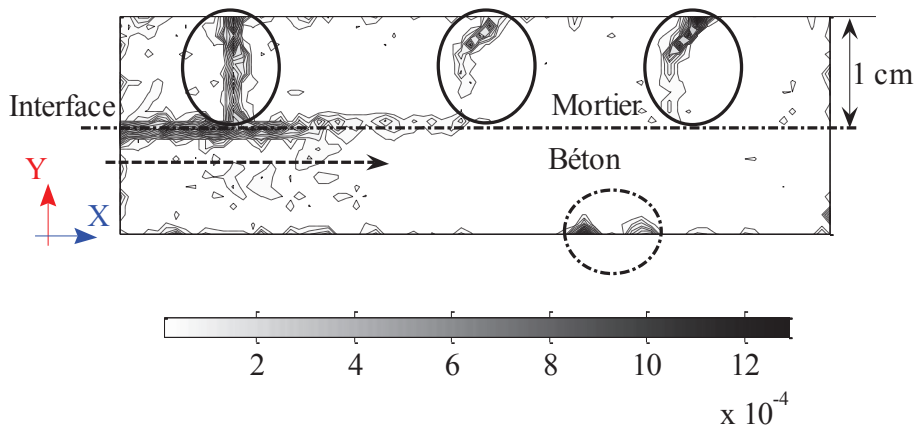


Figure 123 Cartographie d'endommagement à l'interface entre le mortier et le béton au terme de l'essai de retrait retreint (en m/m)

- Ouverture des fissures « de traction »

Comme indiqué précédemment, trois microfissures se propagent au travers de la couche de mortier et atteignent l'interface entre les deux matériaux. Au-delà de cette observation, il peut être intéressant pour certaine application de quantifier l'ouverture de ces fissures, par exemple la détermination de leur impact (en termes de perméabilité et de diffusivité) sur la propagation d'agents agressifs (chlorure, CO_2) dans la couche de matériau (Aït-Mokhtar, et al., 1999).

L'ouverture des fissures a été déterminée au centre de la couche de mortier le long de la génératrice A'-B' tracé sur la cartographie d'endommagement (Figure 124). Afin de pouvoir obtenir une mesure précise, quelques précautions doivent être prises lors du calcul, car la texture de l'image de la zone où se produit la fissuration est modifiée du fait de la création de cette fissuration. En conséquence, cette zone dans l'image « déformée » est difficile à appareiller à celle correspondant à l'image de « référence ». Ceci conduit à une perte de précision de la corrélation dans cette zone. L'ouverture de ces fissures ne peut être calculée comme la différence de déplacement de part et d'autre de ces fissures. Afin d'effectuer une mesure plus précise, les déplacements du mortier entre chaque saut de déplacement est interpolé (ligne rouge en continu Figure 124). La méthode d'interpolation est similaire à celle employé pour la détermination des déformations de retrait libre (chapitre 4.2.1.3). La différence des déplacements interpolés au droit de ces fissures nous indique des ouvertures de 24,3, 17,3 et 15,1 μm . L'ordre de grandeur des ouvertures de fissure ainsi calculé est en accord avec les observations réalisées par fissuromètre optique.

Les lignes rouges en pointillés de la Figure 124 correspondent aux fluctuations maximum des déplacements vis-à-vis du déplacement ainsi interpolé. Ces fluctuations maximum de l'ordre de 10 μm sont relativement élevées vis-à-vis des ouvertures de fissures mesurées.

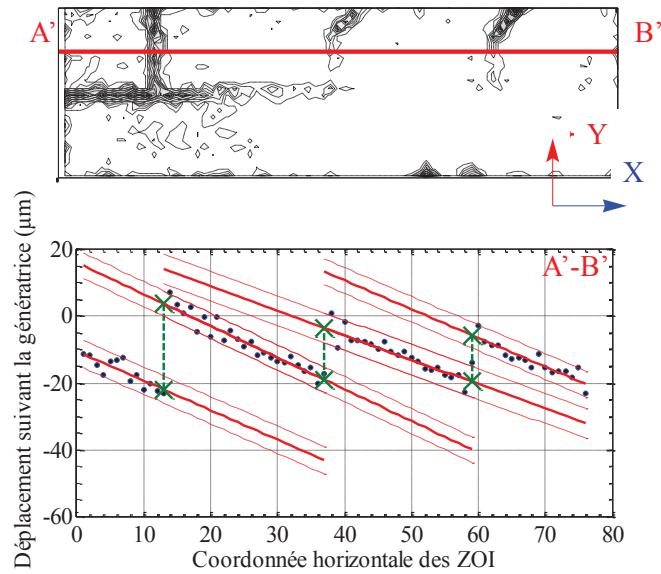


Figure 124 Détermination de l'ouverture des fissures de traction dans la couche de mortier par l'interpolation des champs de déplacement

- Ouverture de fissure de décollement

Comme nous l'avons déjà indiqué, un indicateur de l'état d'endommagement du système mortier / support peut être donné par l'ouverture de fissure à l'interface des deux matériaux. Ce mode d'endommagement révèle la capacité de retrait de dessiccation à séparer les deux matériaux. Afin d'évaluer correctement l'ouverture de cette fissure, la méthode d'interpolation présentée précédemment est utilisée sur l'ensemble de l'interface de la zone d'étude. Connaissant la localisation des fissures (Figure 125), l'interpolation des déplacements est effectuée le long de génératrice interceptant une fissure d'interface (C-D) et une autre génératrice le long de laquelle aucune fissuration n'est observée (A-B).

En l'absence de fissuration (génératrice A-B), le saut de déplacement mesuré est inférieur à l'erreur d'interpolation (ligne rouge en pointillée). Cette valeur ne correspond donc à une fissure mais un maximum local du champ de déplacement calculé par corrélation d'images. A contrario, dans le cas de la génératrice C-D, le saut de déplacement mesuré est supérieur à l'erreur d'interpolation et est localisé à l'interface mortier / support. Une ouverture de fissure de 24,6 μm est ainsi mesurée, valeur qui est en accord avec les observations réalisées au d'un fissuromètre optique. Ces résultats doivent être pris avec précaution au vu de l'importance des fortes fluctuations du champ de déplacement : de l'ordre de 10 μm .

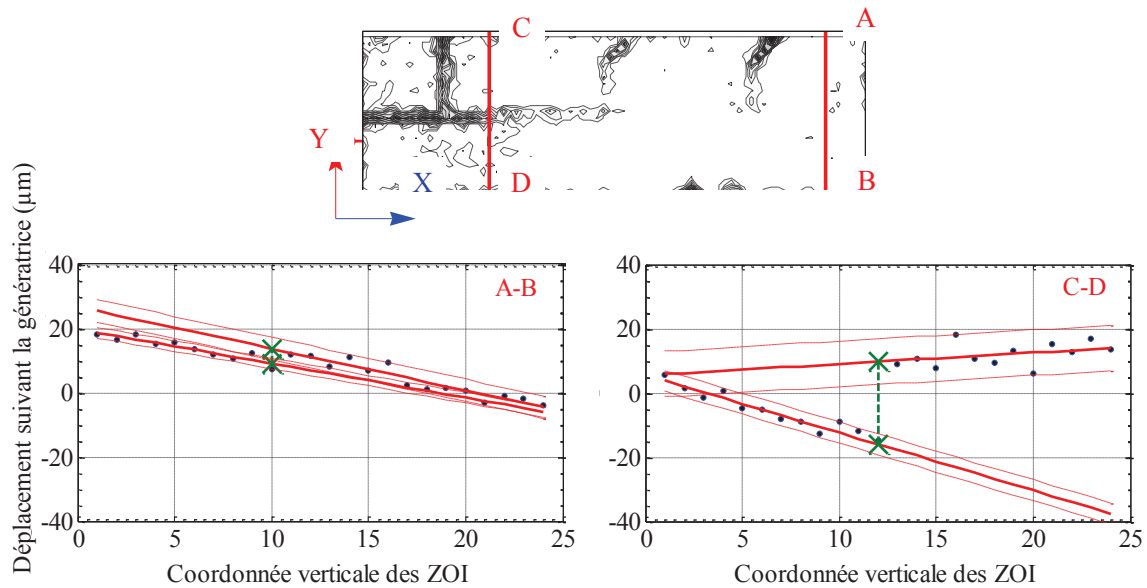


Figure 125 Détermination de l'ouverture de fissure d'interface par l'interpolation des champs de déplacement

- Reproductibilité de l'essai

Afin d'être en mesure de mesurer des ouvertures de fissures plus faibles, l'objectif de l'appareil photographique a été changé pour un objectif SIGMA. Cet objectif permet de zoomer sur une zone de 4 à 5 cm, contre une zone de 10 cm avec l'objectif précédemment employé (respectivement zone rouge (2) et verte (1) dans la Figure 121). Les dimensions de la zone d'étude étant réduites, la taille physique des ZOI pouvant être employées lors du calcul de corrélation peut ainsi être plus faible. La contrepartie est que le nombre de fissures pouvant être observées est limité. Le choix d'une zone de 4-5 cm de large s'est fait en accord la densité de fissures observé lors des essais préliminaires. L'évaluation a priori de la technique DIC conduit pour des ZOI de 32 pixels à une précision de 0,1 μm .

Trois expériences ont été menées sur trois blocs de béton de composition, de traitement de surface et de conditionnement identiques. Au terme de l'expérience, la localisation et l'ordre de grandeur de l'ouverture des microfissures ont été déterminé au moyen d'observation par fissuomètre optique. Dans les trois cas, ces observations révèlent des microfissures dans la couche de mortier et une fissure à l'interface entre les deux matériaux d'ouverture de fissure inférieure à 10 μm . La cartographie d'endommagement calculé à partir des champs de déplacement est en accord avec ces observations (Figure 126).

Il est remarqué que, dans l'essai 1, la cartographie d'endommagement ne présente aucune fissuration de traction. Cette absence est liée à la faible dimension de la zone d'étude, ce mode de fissuration ayant été observée par fissuomètre optique de part et d'autre de cette zone. La cartographie d'endommagement de l'essai 2 semble indiquer un décollement local important au centre de la zone d'étude dont l'ampleur n'est pas révélatrice des observations par fissuomètre optique. Ce phénomène est lié à un défaut local de la texture de la surface d'étude. En effet, l'interpolation des déplacements de part et d'autre de ce défaut confirme une ouverture de fissure relativement faible ($\sim 5 \mu\text{m}$).

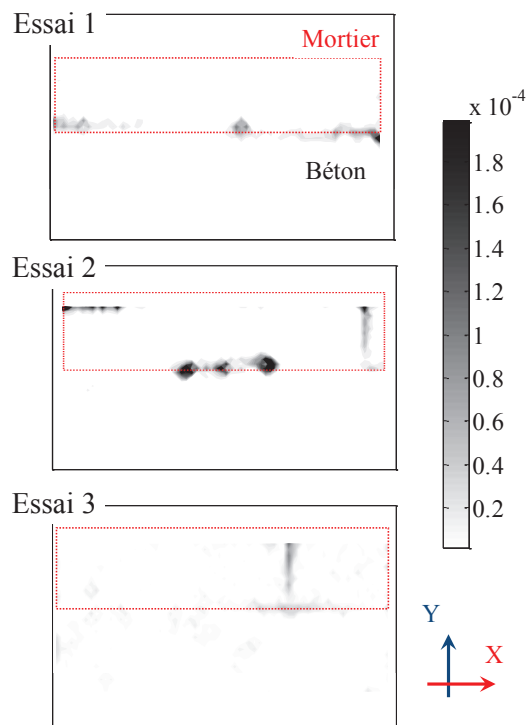


Figure 126 Comparaison des cartographies d'endommagement (eq. 4-1) à l'interface mortier/béton 6 jours après le décoffrage (en m/m)

L'ouverture des fissures à l'interface est déterminée sur l'ensemble de la zone d'étude. L'adjonction de l'objectif employé permet de diminuer les fluctuations maximum qui sont de l'ordre de $5 \mu\text{m}$. En raison de l'hétérogénéité et de la variabilité de la localisation des défauts, l'ouverture de ces fissures est variable dans la zone d'étude. De plus, l'interface entre les deux matériaux n'est localement pas rectiligne ce qui conduit à une imprécision quant à la mesure de l'ouverture de fissure. La dispersion statistique le long de l'interface observée est en conséquence supérieure à la résolution des mesures. Afin de pouvoir interpréter les résultats et limiter ces artefacts, l'ouverture de fissures est calculée le long de l'interface et l'intervalle interquartile de cette distribution a été conservé afin de pouvoir comparer les résultats.

La dispersion des mesures est relativement élevée par rapport à l'ouverture des fissures ainsi calculée. Cependant, pour les trois essais, les médianes des ouvertures de fissures au terme de ces expériences sont relativement proches (Figure 127). D'autre part, les évolutions globales de la fissuration sont similaires avec une initiation de la fissuration un jour après le décoffrage et une stabilisation à 6 jours. En conséquence, il semble que le dispositif expérimental proposé permette de fournir des résultats reproductibles. La détermination de l'ouverture de fissure à l'interface peut être employée comme un paramètre objectif afin de réaliser des études comparatives.

L'évolution de l'ouverture de fissure inter-faciale est tracée en fonction du retrait libre de dessiccation mesuré par LVDT, phénomène moteur de la fissuration (Figure 128). On remarque que, suite à l'initiation de la fissuration (pour environ $100 \mu\text{m}$ de retrait libre), l'ouverture de fissure semble se développer linéairement avec l'accroissement du retrait. La présence ou non d'une fissure transverse dans la zone d'étude ne semble influencer ni l'évolution de l'ouverture de fissure, ni l'ouverture de fissure au terme de l'essai.

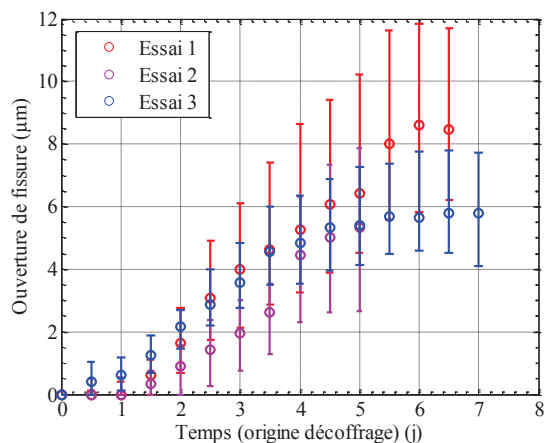


Figure 127 Comparaison de l'évolution des ouvertures de fissure à l'interface lors d'essai de retrait restreint dont les conditions expérimentales sont identiques (décoffrage à 1j) (barre erreur = intervalle interquartile)

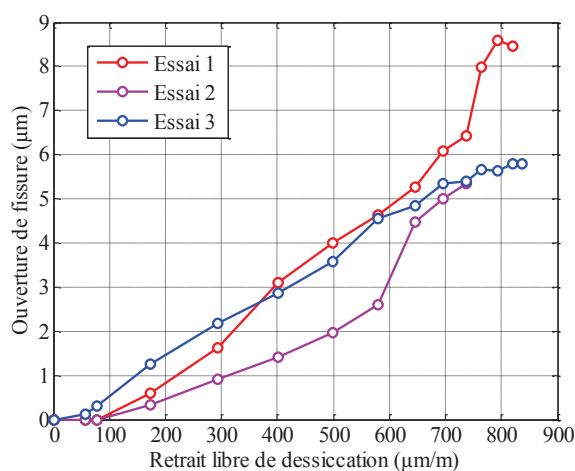


Figure 128 Evolution de l'ouverture des fissures à l'interface en fonction du retrait libre de dessiccation (décoffrage 1j / surface sablée 1-2mm)

4.3. Etude expérimentale des mortiers CReM

4.3.1. Impact du support et du temps de décoffrage dans le cas du mortier EC0,11%

4.3.1.1. Objectifs et démarche

L'objectif de cette campagne expérimentale est de déterminer l'impact du temps de décoffrage sur le développement de la fissuration dans la couche de mortier. En effet, comme nous l'avons vu, l'augmentation du temps de cure conduit à une augmentation de l'ampleur du retrait, phénomène moteur quant au développement des contraintes dans la couche de mortier. A contrario, l'augmentation du temps de décoffrage favorise théoriquement la cohésion du matériau et l'adhésion de celui-ci avec le support. La résistance en traction du mortier et l'adhésion entre les deux matériaux étant favorisées, le seuil de fissuration dans le mortier et à l'interface est donc théoriquement accru. En conséquence, le temps de cure conduit à des effets antagonistes quant à une possible fissuration entre les deux matériaux. Les expériences ont été menées pour évaluer le type de fissuration et ainsi d'être en mesure d'évaluer l'impact de chacun de ces paramètres.

Comme nous l'avons évoqué au chapitre bibliographique, l'adhésion est fortement dépendante de l'état de surface du matériau. Outre l'impact du temps de cure, nous avons donc déterminé l'évolution de la fissuration de la couche de mortier pour trois types de support distincts : une surface sciée et deux surfaces sablées de profondeur (1-2 mm) et (3-4 mm). Le traitement de surface qui leur a été appliqué a été confié à une entreprise spécialisée assurant que l'ensemble des blocs respecte la norme EN 1766:2000.

Afin de limiter, le nombre de variables pouvant influencer le développement de l'adhésion entre les deux matériaux, les blocs utilisés ont été fabriqués à partir de la même composition de béton. Ainsi les matériaux étant identiques pour chaque essai, les liens physico-chimiques se développant entre les deux matériaux sont théoriquement identiques.

Le mode de conservation avant essai des blocs supports est identique pour l'ensemble des essais. Ainsi, les supports sont placés 2 semaines dans une salle contrôlée en humidité et température (H.R.=60±5% / 23 ±2°C) qui correspondent aux conditions de l'essai. L'humidité interne du béton en peau du béton, qui est un paramètre influant sur l'adhésion, est par conséquent identique pour chaque essai.

Le mode d'application du mortier est également identique pour chaque essai. Le mortier une fois gâché est coulé parallèlement à la a étéure interface entre les deux matériaux. La mise ne place du matériau frais se faisant par gravité (Figure 115), ce mode de mise en œuvre a l'avantage de limiter l'impact de l'applicateur sur l'adhésion.

A défaut de pouvoir évaluer l'ensemble des paramètres influençant l'adhésion, les dispositions expérimentales prises permettent de les contrôler, limitant la variable d'étude au type de traitement de surface du support (porosité de surface / rugosité).

Les essais ont été menés durant les 7 jours succédant le décoffrage. L'évaluation de la fissuration est réalisée au moyen du dispositif présenté au paragraphe 4.2.3.3. En raison de la durée de la mise en place et d'exécution des essais, l'expérience n'a pu être menée qu'une fois pour chaque variation du paramètre d'étude. Les types et la localisation des fissures sont confirmés à chaque fois à l'aide d'un fissuromètre optique.

4.3.1.2. Impact du type de traitement de surface du support

- Cas d'un décoffrage 1 jour après le gâchage

La Figure 129 présente les cartographies d'endommagement du mortier EC0,11% décoffré 1 jour après le gâchage pour les différents types de support utilisés. Quel que soit le type de support, le mode de fissuration prédominant dans les zones d'étude est une fissure à l'interface entre les deux matériaux.

Les observations au moyen du fissuromètre optique confirment l'absence de fissure de traction sur l'ensemble de la surface du mortier dans le cas de la surface sciée. En revanche, ce type d'observation indique la présence de fissures de traction dans le cas des surfaces sablées en dehors de la zone d'étude. L'initiation de la fissuration à l'interface se produit 1 jour après le décoffrage du matériau, et ce quel que soit le type de support (Figure 130). L'initiation de cette fissuration ne semble donc pas être liée à la nature de la surface du matériau.

Dans le cas du bloc scié, le développement de la fissuration à l'interface conduit au décollement de l'ensemble de la couche de mortier. Cet essai confirme que la fissuration peut conduire à une perte d'adhérence. D'autre part, l'absence de fissure de traction indique que la résistance du lien entre le mortier et le support est inférieure à la résistance de cohésion du mortier. Le suivi de l'ouverture de fissure n'a pas pu se faire au-delà de 160 µm (Figure 130), la modification de la texture de l'image

déformée induit par une telle fissuration conduisant à la non-convergence du calcul d'inter-corrélation de l'ensemble de la zone d'étude.

Pour les deux autres types de support, le séchage de la couche de mortier conduit une fissuration limitée à l'interface. Ainsi, au terme de ces expériences, l'ouverture de ces fissures est de $8,5 \mu\text{m}$ et $5,5 \mu\text{m}$ (médiane) respectivement pour la surface sablée à 1-2mm et 3-4mm. Au vue de la distribution de la mesure de ces ouvertures sur l'ensemble des zones d'étude (écart interquartile respectif 5 et $2 \mu\text{m}$), on peut considérer que la profondeur du sablage du matériau influe peu sur l'ampleur de la fissuration.

A surface effective équivalente, la nature physico-chimique des matériaux et les conditions de cure étant identiques, d'un point de vue microscopique, l'adhésion entre le mortier support est donc théoriquement identique quel que soit le type de traitement de surface employée. En outre, les conditions d'essai et les géométries de séchage des couches de mortier étant identiques, les sollicitations induites par le retrait restreint sont également identiques pour les trois essais. Il est donc cohérent que l'initiation de la fissuration à l'interface entre les deux matériaux se produise à une même échéance.

La divergence observée entre la surface sciée et les surfaces sablées est liée à la propagation de la fissure perpendiculairement à la surface de mesure. Dans le cas de la surface sciée, la surface étant faiblement rugueuse, la pointe de fissure est dans l'alignement de l'interface entre les deux matériaux. Aucune aspérité locale ne limite sa propagation (mode de propagation mixte) sur l'ensemble de l'interface lors de l'accroissement des sollicitations induit par le retrait restreint (cisaillement, traction), conduisant au décollement de la couche de mortier.

Dans le cas des surfaces sablées, la propagation de la fissure le long de l'interface entre les matériaux est limitée par les aspérités du support. L'ouverture de fissure mesurée est en conséquence moindre.

La restriction du support conduit alors au développement de fissure de traction perpendiculaire à la surface

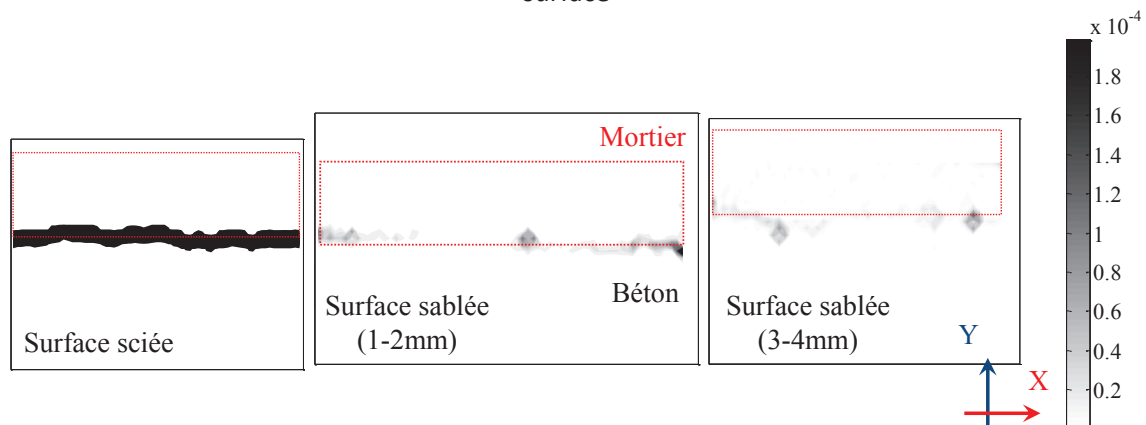


Figure 129 Cartographies d'endommagement à l'interface mortier/béton du mortier EC0,11% au terme des expériences (cure 23°C durant 1j/ séchage H.R.=60%,23°C)

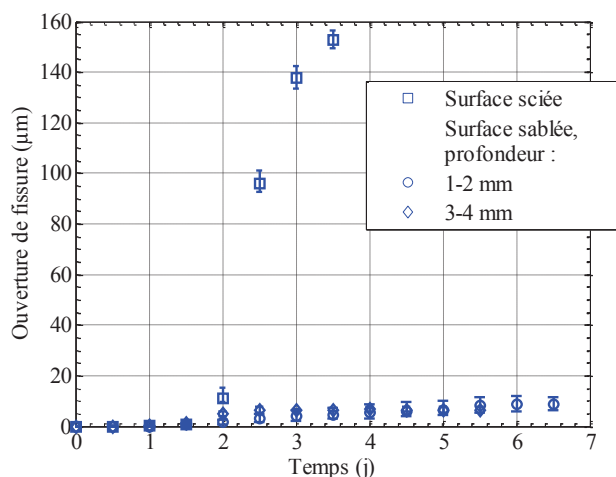


Figure 130 Développement de l'ouverture de la fissure à l'interface entre le mortier EC01% décoffré à 1 jour pour différents types de support

- Cas d'un décoffrage 7 jours après le gâchage

Les cartographies d'endommagement du mortier EC0,11% décoffré à 7 jours pour les trois types de support testés sont rapportées dans la Figure 131. Contrairement au décoffrage à 1 jour, dans le cas de la surface sciée, le séchage de la couche de mortier ne conduit pas à sa dissociation complète du support. Bien que la surface effective soit identique, la fissure ne se propage pas sur l'ensemble de l'interface entre les deux matériaux. Cette différence de comportement en fonction de l'échéance de décoffrage est probablement liée à l'augmentation de l'adhésion entre les deux matériaux au cours de sa cure. La sollicitation nécessaire à la rupture locale du lien entre les deux matériaux étant plus élevée, la progression de la fissure est plus difficile.

Autre dissemblance, une fissuration transverse à la couche de mortier est observable dans les zones d'étude. Sa présence traduit l'augmentation de la densité de ce type fissuration pour cette échéance décoffrage (observation par fissuromètre optique à la surface séchante). On observe que ce type de fissure se développe depuis la surface séchante, se propageant au travers de la couche de mortier et atteint l'interface. L'initiation de la fissuration pouvant se produire dans le plan perpendiculaire à celui du plan de mesure, la fissure de décohéation liée à la propagation de la fissure transverse peut apparaître avant que celle-ci n'atteigne l'interface (cf. Figure 134).

La poursuite du séchage conduit à l'expansion de cette fissure à l'interface et contribue l'accroissement de l'ouverture de ce type de fissure. Pour cette échéance de décoffrage, la rugosité du support ne semble pas notablement modifier le mode de rupture induit par le retrait restreint. Cette observation est confirmée par le calcul de l'évolution de l'ouverture de fissure à l'interface (Figure 132). Ainsi, 5,5 jours après le décoffrage, les ouvertures de fissure mesurée sont relativement proches au vue de la dispersion des mesures (écart interquartile de l'ordre de 20 μm) : surface sciée 24 μm ; surface sablée (1-2mm) 33 μm ; surface sablée (3-4 mm) 20 μm. Le développement de ce mode de rupture est principalement lié la propagation des fissures de traction à l'interface. L'amorçage de ce mode de rupture se produit, à l'instar du décoffrage à 1 jour, durant la première journée suivant le début du séchage du mortier, et ce, quel que soit le type de support testé.

Pour cette échéance de décoffrage, les dimensions de la surface effective entre les matériaux influent donc peu sur la création et le développement de l'ouverture de la fissure à l'interface. Le temps de cure ayant été suffisamment important, l'hydratation du mortier est quasiment complète

(cf. section 0). L'adhésion entre mortier et support est optimum lors du décoffrage. Lors du séchage de la couche de mortier, la résistance d'adhésion du matériau est localement importante ce qui limite la création d'une fissure d'interface quel que soit la rugosité du support. La restriction importante du support couplé avec l'accroissement de l'ampleur du retrait de dessiccation pour cette échéance conduit au développement de contrainte de traction importante à la surface de la couche de mortier qui induit une fissuration. Cette dernière se propage au travers de la couche de mortier jusqu'à l'interface et favorise le délaminage de la couche de mortier.

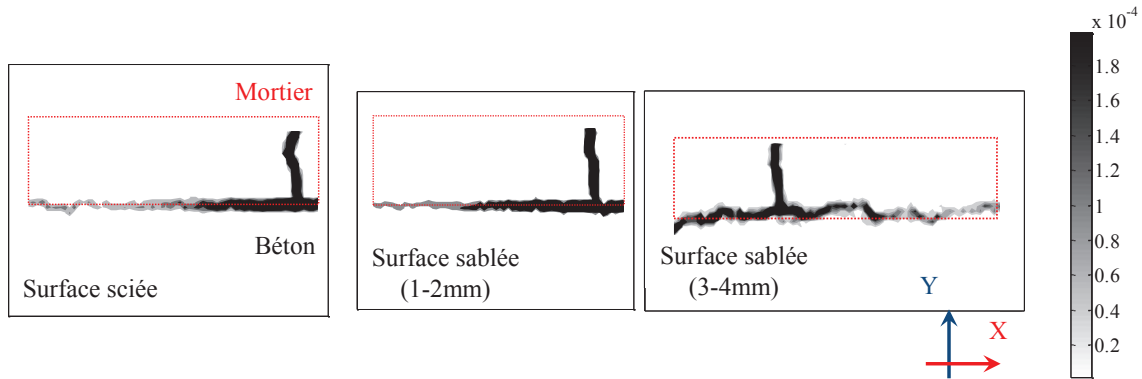


Figure 131 Cartographies d'endommagement à l'interface mortier/béton du mortier EC0,11% au terme des expériences (cure 23°C durant 7j/ séchage H.R.=60%,23°C)

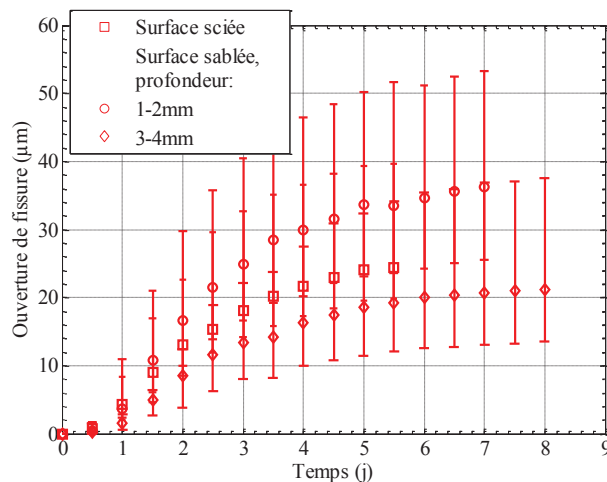


Figure 132 Développement de l'ouverture de la fissure à l'interface entre le mortier EC01% décoffré à 7 jours pour différents types de support

4.3.1.3. Impact du temps de décoffrage

La cinétique de l'ouverture des fissures à l'interface est tracée en fonction de l'évolution du retrait libre de dessiccation mesuré par LVDT (Figure 133). Notons que seule la médiane des valeurs d'ouvertures de fissure est présentée. Globalement, l'augmentation du temps de décoffrage conduit à une intensification de l'ouverture de fissure finale. Ce résultat est cohérent car l'augmentation du temps de décoffrage conduit à l'augmentation du retrait de dessiccation final (section 2.5).

Cette observation n'est cependant pas valable pour les mortiers décoffrés à 1 et 3 jours respectivement pour les surfaces sciée et sablée (1-2 mm). Dans le premier cas, comme nous l'avons vu précédemment, l'ampleur de cette fissuration est liée à la combinaison d'une faible adhésion du mortier à 1 jour et du manque d'aspérité de la surface de support qui entraîne le décollement de l'ensemble de la couche de mortier. Dans le second cas (surface sablée 1-2 mm), l'ouverture de

fissure finale lors du décoffrage à 3 jours est notablement supérieure à celles des décoffrages à 1 et 7 jours. L'ampleur de la distribution des mesures d'ouverture de fissure étant relativement réduite (intervalle interquartile 12 μm), ce phénomène n'est pas a priori explicable. Des observations par fissuromètre optique ont confirmé l'ordre de grandeur des mesures par DIC sur l'ensemble de la maquette expérimentale. Un essai complémentaire aurait été nécessaire afin de confirmer ce résultat qui est en désaccord avec les autres cas d'étude.

Outre l'ampleur de l'ouverture de décollement finale, l'augmentation du temps de décoffrage semble également influencer la cinétique de développement de cette fissuration. On remarque ainsi que dans le cas des surfaces sablées, l'accroissement du temps de décoffrage semble favoriser un développement plus rapide de la fissuration. Ainsi, dans le cas d'un support sablé 1-2mm, l'initiation de la fissuration se produit pour un retrait de l'ordre de 70 μm , mais la pente de la courbe fortement plus accentué dans le cas d'un décoffrage plus tardif.

Dans le cas d'une couche de mortier placée sur un support dont la surface est sablée (3-4mm), l'initiation de la fissuration se produit pour les trois temps de décoffrage pour un retrait de dessiccation de l'ordre de 70 $\mu\text{m}/\text{m}$. Contrairement à la surface sablée (1-2mm), suite à cette amorçage, l'évolution de l'ouverture de fissure est identique jusqu'à environ 290 $\mu\text{m}/\text{m}$. Au-delà de cette valeur, on remarque à nouveau une divergence des ouvertures de fissure entre les trois temps de décoffrage.

Cette divergence de cinétique en fonction du temps de décoffrage est difficilement explicable. On peut supposer que ce phénomène est lié à des modes de fissuration différents pour chaque cas.

L'accroissement de la fissuration est dû à la fois au contrainte de cisaillement et de traction en bordure de la maquette et à la propagation de la fissure transverse à l'interface. Ainsi dans le cas d'un décoffrage plus tardif, la densité de fissure transverse étant plus importante, ce type de fissuration a plus d'impact sur l'ouverture de fissure mesurée.

Cette explication est cependant limitée car dans le cas d'une surface sablée (3-4mm) (Figure 135), le mode de fissuration est similaire à celui observé dans le cas d'une surface (1-2mm) (Figure 134). Or, l'initiation de la disjonction entre ces courbes est plus tardive. Dans le cas de la surface fortement rugueuse, contrairement aux autres types de surface, la courbe entre l'ouverture de fissure et le retrait de dessiccation est fortement non linéaire. Ceci semble indiquer que le rôle moteur joué par ce retrait dans la fissuration est fortement contrebalancé. Il est ainsi probable que cette non linéarité soit le fait de la relaxation des contraintes due au fluage de dessiccation du mortier.

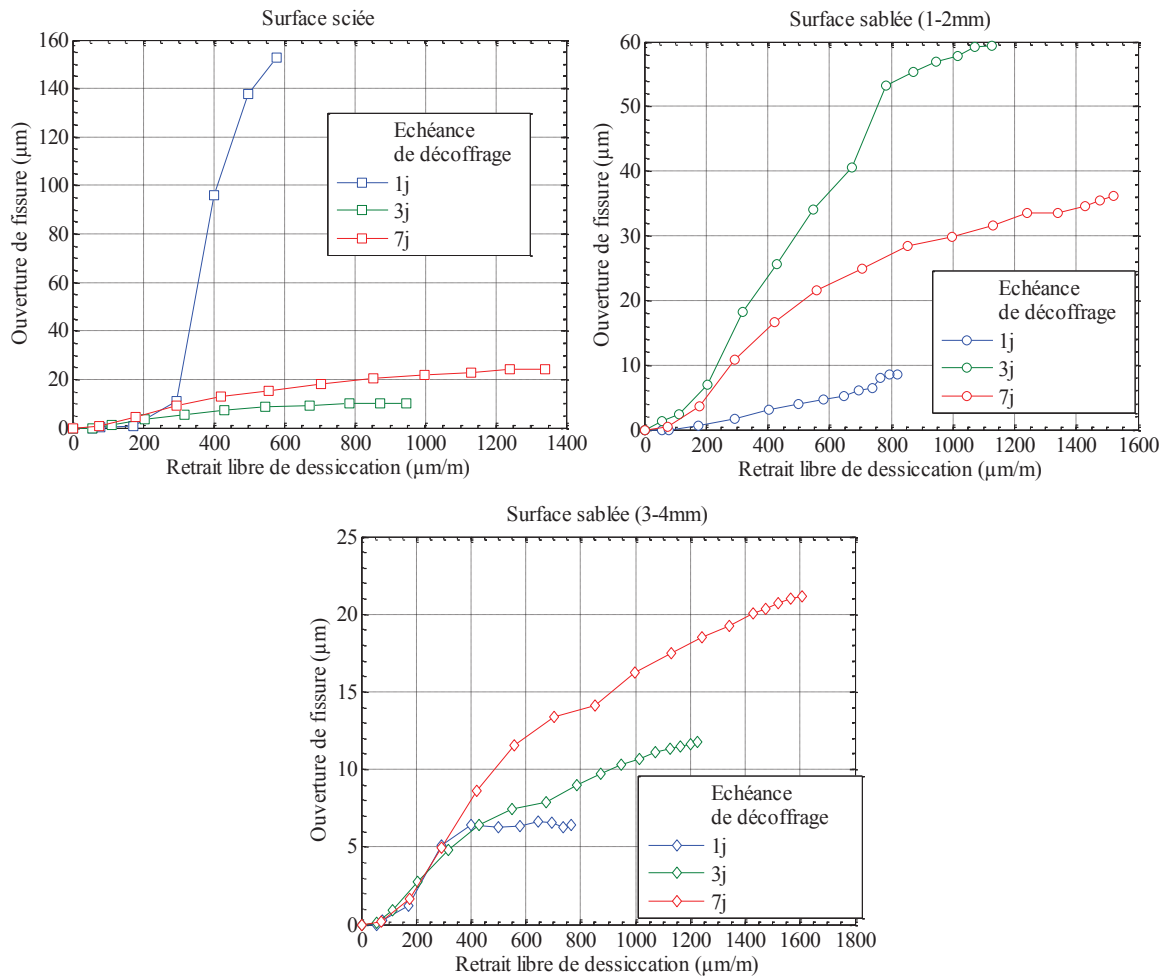


Figure 133 Evolution de l'ouverture des fissures à l'interface en fonction du retrait libre de dessiccation pour les différents temps de décoffrage testés

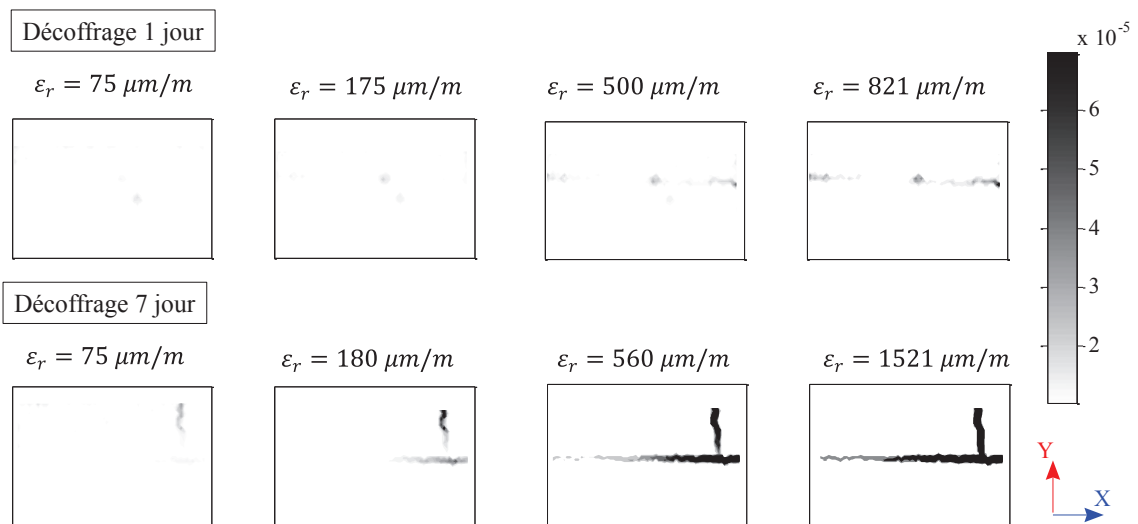


Figure 134 Evolution de la cartographie d'endommagement dans le cas d'un mortier coulé sur une surface sablée (1-2mm) pour différentes échéances de décoffrage

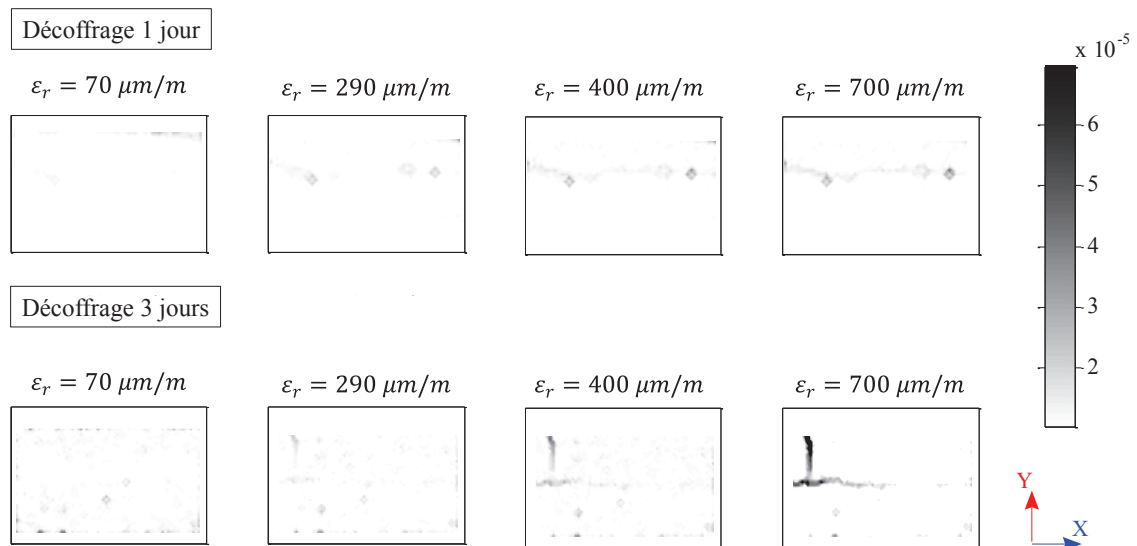


Figure 135 Evolution de la cartographie d'endommagement dans le cas d'un mortier coulé sur une surface sablée (3-4mm) pour différentes échéances de décoffrage

4.3.2. Evaluation de l'impact du dosage en éther de cellulose sur la fissuration

4.3.2.1. Objectifs et démarche

Cette campagne expérimentale avait pour but d'identifier l'impact des éthers de cellulose sur développement de la fissuration dans la couche de mortier. Les essais n'ont été réalisés que pour un seul temps de décoffrage, à savoir 1 jour après le gâchage. Comme nous l'avons vu pour cette échéance aux chapitres 2 et 3, l'augmentation de la quantité d'éther de cellulose contribue à accentuer l'ampleur du retrait de dessiccation et à diminuer la résistance en traction de ces matériaux. En ne considérant que ces deux paramètres, la fissuration devrait théoriquement augmenter avec le dosage en éther. Cette rapide analyse ne prend néanmoins pas en compte le rôle de l'adhésion entre les deux matériaux et celui du fluage de dessiccation.

Le conditionnement des matériaux employés, les conditions d'essai (cure à $23\pm 2^\circ\text{C}$ et essai à $23\pm 2^\circ\text{C}$ et $60\pm 5\%$ H.R.), les géométries des échantillons ainsi que le dispositif de mesure sont identiques à ceux utilisés pour l'étude du comportement du mortier ECO,11% (paragraphe 4.3.1).

L'augmentation du dosage en éther réduit l'étalement du matériau frais. En conséquence, le mode de mise en œuvre adopté pour le mortier ECO,11% (coulage du matériau parallèlement à la surface du support Figure 135) est rendu difficile pour des mortiers fortement adjuvantés. Le recouvrement du matériau frais sur l'ensemble de la surface n'est alors plus assuré. Une autre méthodologie a été donc adoptée pour cette étude. Ainsi, le mortier une fois gâché est coulé perpendiculairement à la surface du support (Figure 136). Le matériau est alors étalé et arasé au moyen d'une spatule permettant d'obtenir une épaisseur de couche de mortier de 1 cm. Cette surface est protégée de la dessiccation au moyen d'un film de polyane.

Comme nous l'avons montré au paragraphe précédent, le comportement à la fissuration dans la couche de mortier est fortement dépendant de l'état de surface du support, lorsque le décoffrage est effectué à 1 jour. En conséquence, l'étude de l'impact du taux d'éther de cellulose quant au développement de la fissuration a été réalisée sur deux types de support : surface sciée et surface sablée 1-2mm).

4.3.2.2. Impact du mode de mise en œuvre

Le mode de mise en œuvre peut conduire à une modification de l'adhésion entre les deux matériaux. Afin d'évaluer les modifications induites par le changement de mise en œuvre sur la fissuration, l'essai avec le mortier ECO,11% présenté au paragraphe 4.3.1(décoffrage à 1 jour / surface sablée 1-2mm) a été renouvelé avec le second type de mise en œuvre.

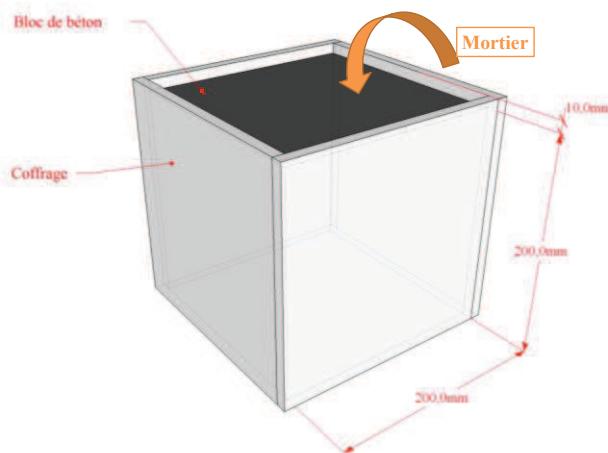


Figure 136 Représentation schématique des modes de mise en œuvre (type 2) du mortier frais adopté

Les modes de rupture déterminés au moyen de la cartographie d'endommagement ne semblent pas être notablement influencés par le mode d'application de la couche de mortier (Figure 137). Il est remarqué que la cartographie d'endommagement dans le cas du mode de mise en œuvre de type 2 est plus bruitée que celui obtenu pour le type 1. Ces perturbations sont probablement liées à des défauts lors de l'application du mouchetage. La connaissance des modes de fissures probables et les observations par fissuromètre optique permettent de distinguer ces artefacts des fissures. De plus la détermination de l'ouverture de fissure étant réalisée par l'interpolation des déplacements de part et d'autre de la fissure, ces artefacts n'affectent que peu les mesures de leur ouverture. Le mode de rupture observé dans les deux cas est une fissure de décollement à l'interface. Des observations par fissuromètre optique révèlent aussi la présence de fissures de traction en dehors de la zone d'étude. L'ordre de grandeur de l'ouverture de fissure à l'interface ne semble pas non plus modifié (Figure 138). Six jours après le décoffrage, ces ouvertures sont de 8,5 et 5 μm , respectivement pour la mise en œuvre de types 1 et 2. L'ordre de grandeur des médianes est relativement faible au vu de la dispersion des mesures (espace interquartile égal à 5 μm).

Le suivi de la fissuration semble indiquer une divergence quant au développement de l'ouverture de fissure à partir du 4^e jour après le décoffrage et une stabilisation des valeurs dans le cas du mortier coulé perpendiculairement à la surface du support (mode 2). Etant donnée la dispersion des résultats, il est néanmoins difficile de conclure sur un effet du mode de mise en œuvre sur la fissuration du mortier.

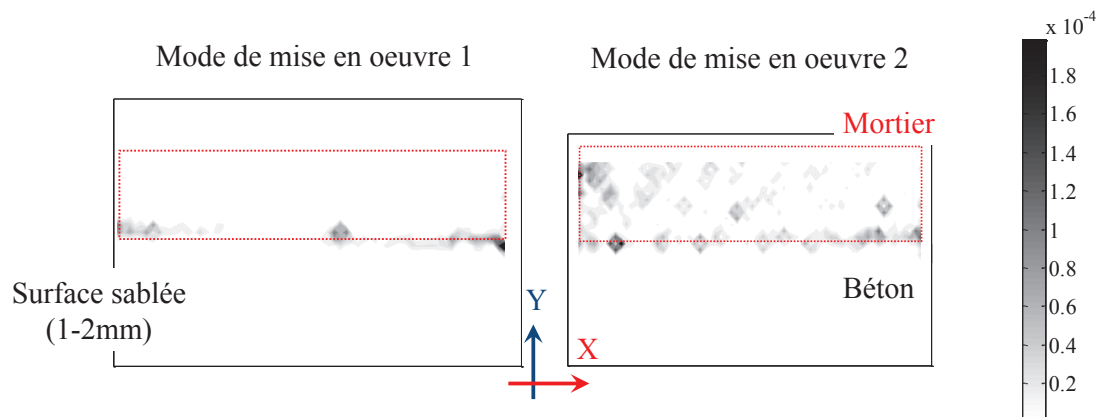


Figure 137 Impact du mode de mise en œuvre sur la cartographie d'endommagement 6 jours après le décoffrage (mortier EC0,11% / décoffrage 1 jour / surface sablée 1-2mm)

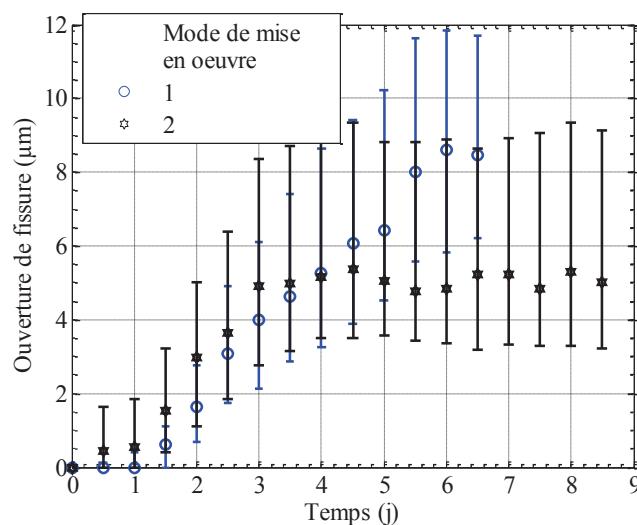


Figure 138 Evolution de l'ouverture de fissure inter faciale du mortier EC0,11% en fonction du type de mise en œuvre (numérotation cf. Figure 24)

4.3.2.3. Impact de la quantité d'éther et du support

Comme dans le cas du mortier EC0,11%, l'état de surface du support a une grande influence sur la fissuration des mortiers EC0,1% et EC0,3% (Figure 139). Si ces mortiers sont coulés sur une surface sciée, la cartographie d'endommagement au terme de l'expérience révèle la présence d'une fissure à l'interface importante comparativement au cas où ceux-ci sont coulés sur une surface sablée. Ce constat est conforme aux ouvertures de fissure finales déterminées par interpolation des déplacements (Figure 141). L'augmentation de la rugosité du support limite donc globalement le décollement entre la couche de mortier et le support. En outre, des observations par fissuromètre optique de la surface séchant 30 jours après leur mise en œuvre, semblent indiquer une diminution de la fissuration de traction avec l'accroissement de la rugosité (Figure 140).

Pour une même composition, les conditions de conservation des couches de mortier étant identique quel que soit le type de support, la cinétique et l'ampleur du retrait devrait être similaire et la différence de rugosité ne devrait théoriquement pas influencer sur la quantité de fissures de traction. Concernant l'accroissement de la fissure de décohéation, la limitation de la fissuration à l'interface observée dans le cas des surface sablées pour les mortier EC0,1% et EC0,3% est probablement liée à la limitation de la propagation des fissures de traction le long de l'interface. A l'instar du mécanisme

présenté dans le cas du mortier EC0,11%, dans le cas d'une surface lisse, l'absence d'aspérité favorise la décohésion entre les deux matériaux.

Bien que leur dosage en éther de cellulose soit relativement proche, il est à remarquer que contrairement au mortier EC0,11% coulé sur une surface lisse, le retrait restreint du mortier EC0,1% n'entraîne pas la décohésion complète de toute la couche de mortier. Cette divergence de comportement n'est pas liée au retrait de dessiccation du mortier EC0,11% dont l'ampleur et la cinétique est plus faible que dans le cas du mortier EC0,1%. Cette différence est plus probablement la conséquence d'une adhésion plus prononcée dans le cas du mortier EC0,1% et ce en raison d'une hydratation plus rapide pour ce type de mortier

Dans le cas de la surface sciée, si des fissures de décollement sont observables pour les mortiers EC0,1% et EC0,3%, la cartographie d'endommagement pour le mortier EC0,4% ne semble pas révéler ce type de fissure (Figure 139). Il en est de même pour la surface sablée. Cette absence de fissure est liée à l'échelle des isovaleurs choisie, la mesure des ouvertures de fissure par interpolation présentant le développement d'une fissure dont l'ouverture est de l'ordre de $5 \mu\text{m}$ au terme de l'expérience (Figure 141). Les observations par fissuromètre optique de la surface séchant indiquent également une diminution de la quantité de fissure de traction avec l'accroissement du dosage en éther et la quasi absence de fissure pour le mortier EC0,4%, et ce, quel que soit l'état de surface du substrat (Figure 140).

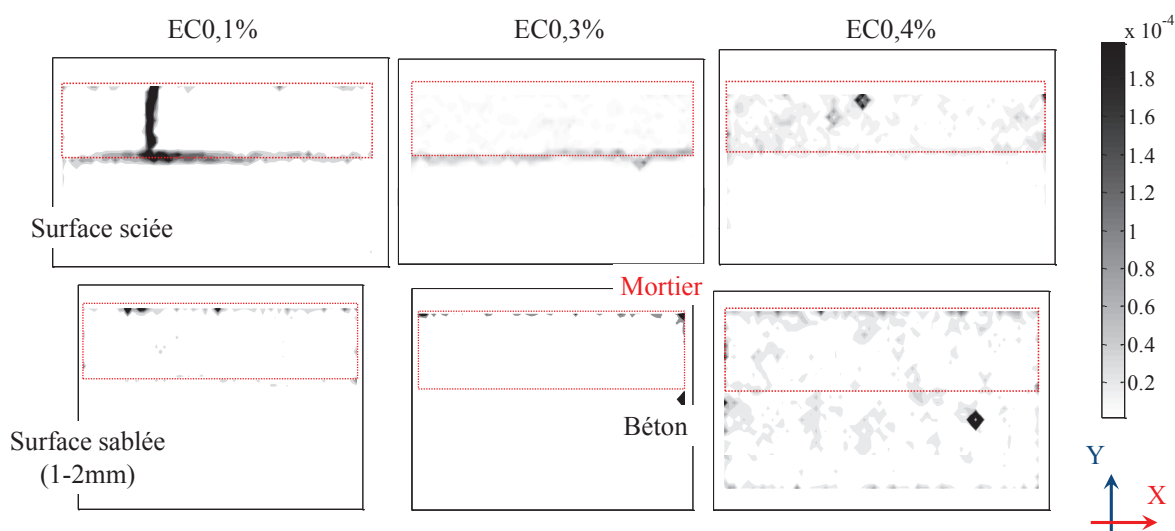


Figure 139 Impact du dosage en éther de cellulose sur la fissuration à l'interface mortier/support dans le cas d'un support scié et d'un support sablé (1-2mm) au terme des essais de retrait restreint (cartographie d'endommagement obtenue par DIC)

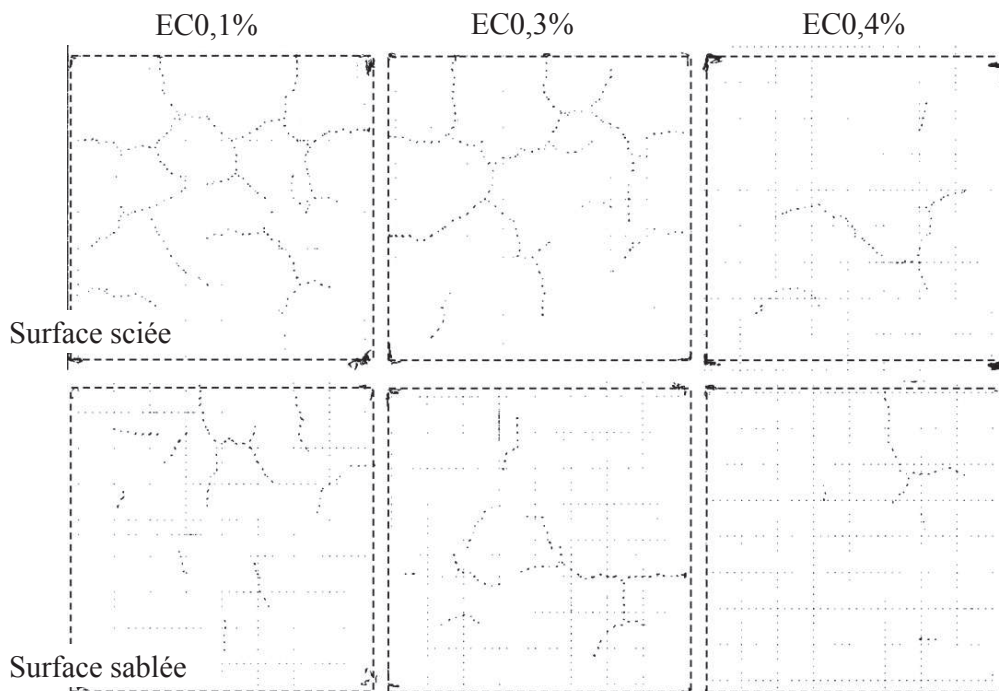


Figure 140 Impact du dosage en éther de cellulose sur la fissuration à la surface séchant du mortier dans le cas d'un support scié et d'un support sablé (1-2mm) 29 jour après le décoffrage (observation par fissuromètre optique)

Nos résultats contredisent le mécanisme présenté en introduction de ce paragraphe quant à l'impact du dosage en éther de cellulose. De fait, l'augmentation du dosage ne semble pas favoriser la fissuration mais au contraire la réduire. Un fort taux d'éther de cellulose tend ainsi à diminuer la fissuration de traction (observation au microscope optique). Ce mécanisme est probablement lié à des déformations de fluage plus importantes dans le cas des mortiers fortement adjuvés qui relaxe les contraintes de traction dans la couche de mortier, limitant ainsi la rupture de ces matériaux lors de leur séchage.

L'ouverture de fissure à l'interface pour les différents cas testés est tracée en fonction du retrait libre de dessiccation mesuré par LVDT (Figure 142). Dans le cas du mortier EC0,1%, l'amorçage de la fissuration se produit à une échéance pour laquelle aucune déformation de retrait n'a été mesurée, et cela quel que soit le type de support. Ce résultat est paradoxal car le retrait de dessiccation est théoriquement le phénomène moteur de la fissuration.

Ce phénomène est peut être lié au mode de mesure de retrait par LVDT. En effet, pour ce dispositif les déplacements sont mesurés au centre de l'éprouvette 2x4x16cm. Cette mesure correspond donc à un déplacement global de l'éprouvette et ne prend pas en compte les déformations de retrait se produisant à la surface séchant de l'éprouvette. Cette interprétation n'explique cependant pas pourquoi ce phénomène est atténué avec l'augmentation du dosage en éther de cellulose.

Au-delà d'un artéfact de mesure, ce phénomène peut également être la conséquence d'une captation de l'eau par le support qui favoriserait le retrait de dessiccation à l'interface entre les deux matériaux et donc accentuerait le décollement. Cette interprétation expliquerait la diminution de la cinétique d'ouverture de fissure avec l'accroissement du dosage en éther de cellulose. En effet la capacité de rétention d'eau des éthers limiterait les échanges avec le support non saturé ((Pourchez, 2006) (Patural, et al., 2010)). Plus le taux d'éther de cellulose est important, moins le retrait de dessiccation à l'interface serait prononcé. Ainsi dans le cas du mortier EC0,4%, l'ouverture de fissure se développe linéairement avec l'accroissement du retrait de dessiccation mesuré par LVDT. A contrario dans le cas du mortier EC0,1%, l'initiation de la fissuration se produit avant le décoffrage du

système. Les observations par fissuromètre optique lors du décoffrage n'ont cependant pas permis de confirmer leur présence.

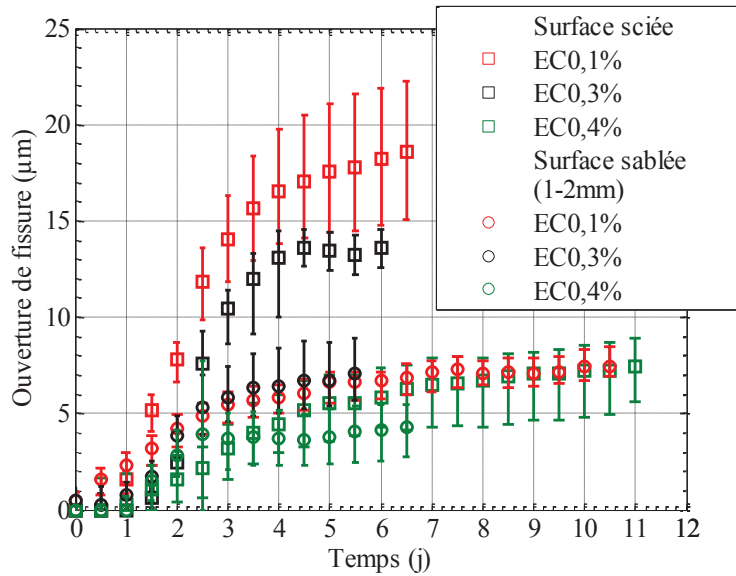


Figure 141 Evolution de l'ouverture de fissure à l'interface des mortiers ECO,1%, ECO,3% et ECO,4% pour des supports lisses et sablé (1-2mm)

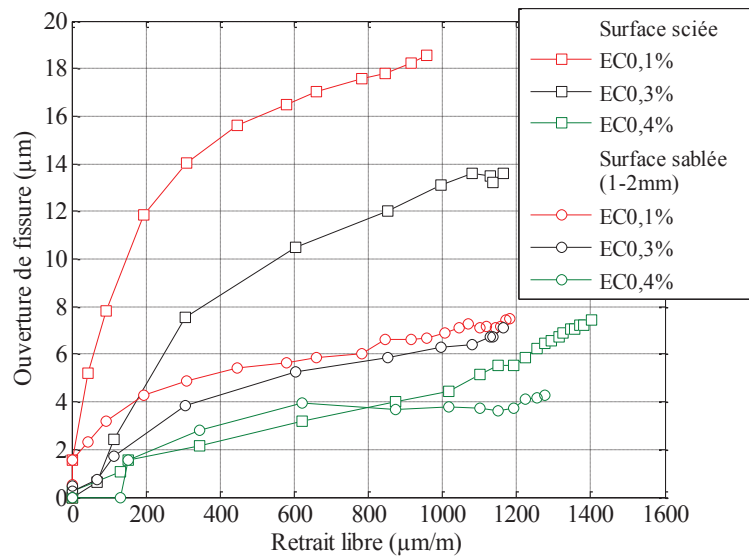


Figure 142 Evolution de l'ouverture des fissures à l'interface en fonction du retrait libre de dessiccation pour les mortiers ECO,1%, ECO,3% et ECO,4% et pour différents types de support

4.4. Synthèse

Le développement de la fissuration due au retrait restreint est difficilement mesurable, mais sa mesure est nécessaire afin de pouvoir optimiser la durabilité des systèmes mortier/support. En se basant sur des expériences employées dans la littérature pour étudier ce phénomène, un nouveau dispositif expérimental a été développé en utilisant la corrélation d'image (DIC-2D). Les maquettes testées sont représentatives de la géométrie et des conditions de séchage d'un enduit mince coulé sur un mur de béton.

Afin de valider la procédure proposée (mesure de faibles déplacements durant plusieurs jours), les déformations de retrait libre de dessiccation mesurées par notre méthode ont été comparées à celles obtenues par méthode classique (comparateur LVDT). Des essais de laboratoire reproduisant un système enduit/mur ont été conduits afin de suivre l'évolution de la fissuration induite par le retrait restreint sur la surface séchante puis au travers de la couche de mortier et à l'interface entre les deux matériaux.

La quantification des ouvertures de fissure à l'interface s'est révélée être un indicateur du comportement de fissuration de nos mortiers. En adoptant un protocole expérimental permettant la reproductibilité de cet essai (état de surface du support, conditionnement), des essais de reproductibilité nous ont permis de donner une estimation quant à la précision de cet indicateur.

Une fois établi, le protocole expérimental a été employé afin d'étudier sur le mortier ECO,11% l'impact du temps de décoffrage et de la texture de la surface du support sur la fissuration lors du retrait restreint de dessiccation. Pour une surface sciée décoffrée à 1 jour, un décollement complet de la plaque de mortier a été observé contrairement à des décoffrages plus tardifs, démontrant les conséquences néfastes auxquelles peut conduire le retrait restreint. Dans le cas d'un décoffrage précoce (1 jour), les essais indiquent que si la présence d'anfractuosités à la surface du support influence peu l'initiation de la fissuration, celle-ci joue un rôle prépondérant quant à la propagation de la fissure à l'interface. En revanche, l'amplitude de ces aspérités ne semble pas influencer notablement l'ouverture des fissures.

Dans le cas des surfaces sciées, pour des décoffrages plus tardifs (3 et 7 jours), bien qu'une fissuration à l'interface se produise, aucun décollement n'a été observé, ce qui amène à penser que, l'adhésion entre les deux matériaux s'étant accrue, celle-ci limite la propagation de la fissuration à l'interface. Pour les surfaces sablées, ces essais indiquent que l'accroissement du temps de décoffrage conduit à une accentuation de l'ouverture de fissure à l'interface et de la densité de fissure sur la surface séchante. Ce résultat était attendu au vu de l'augmentation de l'ampleur du retrait avec l'augmentation du temps de cure. Cependant, l'absence de corrélation directe entre le développement de la fissuration à l'interface et les cinétiques de retrait libre tend à indiquer que les déformations de fluage ont un rôle important sur le développement de l'état de contraintes de la couche de mortier.

A l'aide du même dispositif, une seconde campagne expérimentale sur deux types de support a été menée afin d'étudier l'influence du taux d'éther de cellulose sur la fissuration lors du séchage. Les résultats de ces essais sur des surfaces sciées indiquent que l'augmentation du pourcentage d'éther limite la densité de fissuration à la surface de la couche de mortier et l'ouverture de fissure à l'interface avec le support. Ces observations sont en accord avec les essais à l'anneau réalisés par Lin et al. (Lin, et al., 2010). Cependant, les hypothèses apportées par ces auteurs pour expliquer ce comportement, à savoir une diminution du retrait de dessiccation liée à une diminution de la tension interstitielle avec l'augmentation du dosage en éther, ne semble pas valable au vu des mesures réalisées au chapitre 2, qui au contraire indiquent une augmentation de l'ampleur du retrait de dessiccation. Ce phénomène est en outre étonnant car l'augmentation du dosage en éther diminue la résistance en traction des mortiers (cf. chapitre 3) et devrait en conséquence favoriser leur fissuration (les modules d'élasticité ayant des valeurs relativement proches). Il est fort à penser que les déformations différées (fluage) sont à l'origine de ce comportement paradoxal.

La comparaison des cinétiques de fissuration avec celles de retrait libre amène à s'interroger sur le développement de l'état de contraintes du système mortier/support lors du séchage, en particulier sur la capacité de rétention d'eau des éthers et l'impact de celle-ci sur l'initiation de la fissuration.

A l'instar des résultats obtenus sur les mortiers ECO,11%, ces essais indiquent une faible influence de l'état de surface quant à l'initiation de la fissuration à l'interface, mais un rôle prépondérant sur la propagation de la fissure.

Il est nécessaire de relativiser nos conclusions. En effet, bien que théoriquement reproductible, les essais, en raison de leur durée, n'ont pu être réalisés que sur une seule maquette par variable étudiée (composition, support, temps de cure). Afin de confirmer les tendances décrites ci-dessus, des essais complémentaires sont donc nécessaires. En outre, des améliorations notables pourraient être apportées au dispositif proposé, en particulier l'utilisation de la DIC-3D permettant de s'affranchir des déplacements hors plan et ainsi d'améliorer la précision des mesures.

5. Caractérisation de l'adhésion et de l'adhérence

5.1. Méthodes de caractérisation

Dans cette partie, nous commençons par présenter une revue bibliographique des différents essais permettant de caractériser l'adhérence entre deux matériaux. Notons que la majorité de ces tests ont été développés pour étudier le comportement des matériaux de réparation. Cet état de fait peut être expliqué par l'ampleur des enjeux financiers que représente la réparation des structures en béton armé. Dans le cas des enduits de façade, les épaisseurs de matériau employées, de l'ordre du cm, sont notablement plus faibles que les couches de matériau pour la réparation, de l'ordre d'une dizaine de cm. Cette considération géométrique influe sur l'état de contraintes induit par le retrait restreint lors du séchage et également sur le type d'essais permettant de caractériser l'adhérence avec le support. L'inventaire ci-après a donc pour objectif d'identifier les essais convenant le mieux à nos mortiers. A la suite de la revue bibliographique, sont présentées et analysées les méthodes de caractérisation utilisées dans nos travaux.

5.1.1. Description des essais existants

5.1.1.1. Géométrie et mise en œuvre des éprouvettes testées

Le choix du mode d'obtention des éprouvettes testé est réalisé connaissant les biais associés à chaque protocole expérimental. Dans la majorité des cas, le matériau frais est coulé sur une structure de grande ampleur (au vue des dimensions de la couche de mortier). La couche de mortier et l'épaisseur du support sont représentatives d'une structure réelle. L'état de contraintes induit par le séchage du mortier est ainsi réaliste. Des carottages permettent d'obtenir les éprouvettes aux dimensions du test d'adhérence utilisé. L'extraction de matière par carottage conduit cependant à la libération des contraintes apparues lors du séchage du matériau. L'impact du carottage sur l'état de contrainte du mortier n'a, à notre connaissance, jamais été étudié.

Une autre approche consiste à couler les éprouvettes aux dimensions des éprouvettes qui seront testées lors de l'essai d'adhérence. Ce type de protocole contourne les opérations de découpe des matériaux qui sont d'ailleurs délicates et peuvent conduire à la ruine des éprouvettes avant l'essai. Ce type de géométries peut entraîner une géométrie de séchage différente d'un cas réel. L'objectif de nos travaux étant d'étudier l'impact du séchage, nous avons donc éliminé l'emploi de cette approche. Il est à noter que certains essais ne peuvent être aisément réalisés qu'en employant ce protocole expérimental.

5.1.1.2. Modes de chargement

La Figure 143 résume schématiquement le principe de chargement des principaux essais ayant été proposés dans la littérature pour caractériser l'adhérence. Des classifications similaires peuvent être trouvées dans (Ohama, 1986) (Silferbrand, 2003). Abstraction faite de la classification fournie par la Figure 143, ces essais peuvent être classés suivant 2 catégories en fonction des types de contraintes à la rupture à l'interface entre les deux matériaux: les essais de traction et les essais en cisaillement.

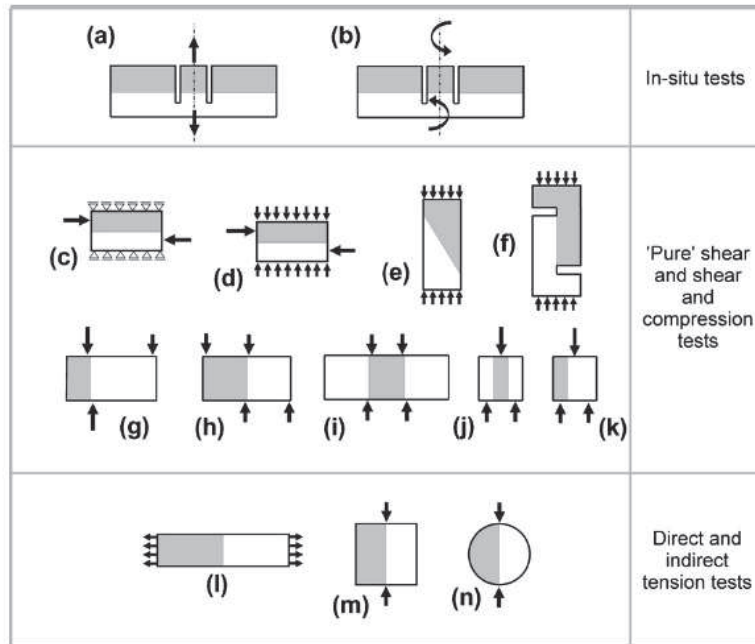


Figure 143 Description schématique des principaux essais d'adhérence (Espeche, et al., 2011)

- Essais de traction directe

→ **Pull-off test** (Figure 143 a) : Ce type d'essai est le plus couramment employé pour identifier l'adhérence des matériaux cimentaires. C'est notamment ce test qui est préconisé dans la norme française NF EN 1015-12 (AFNOR, 2001) pour identifier la résistance d'adhérence des enduits de façade. Un seuil est réalisé dans le mortier autour de la surface rectangulaire (ou circulaire) à tester. Un carreau (ou un disque) métallique est collé à la surface du mortier. La jonction entre cette pièce et la presse est réalisée par une tige filetée vissée en son centre. Un effort de traction est ainsi appliqué sur l'ensemble de la surface. La contrainte à rupture peut, de fait, être aisément calculée. C'est la simplicité d'exploitation des résultats ainsi que son adaptabilité sur chantier, qui expliquent le succès de ce test. Cependant, cet essai nécessite une attention particulière quant à l'alignement de l'axe de chargement, qui en cas de d'excentrement peut induire des efforts de flexion et fausser l'interprétation des mesures.

Dans le cadre des mortiers de façade, la norme NF EN 1015-12 préconise de n'effectuer le carottage que dans la couche de mortier. Le seuil s'arrête ainsi à l'interface entre les deux matériaux. Or des travaux menés notamment par Autin et al. (Austin, et al., 1995) montrent par calculs par éléments finis que la profondeur de seuil d_s influe notablement sur la distribution des contraintes normales à l'interface (Figure 144). Ainsi un carottage de faible profondeur ($d_s = 2mm$) induit des concentrations de contrainte à la bordure de l'éprouvette 2,25 fois plus importante que les contraintes au centre de surface testée. Cet effet de bord diminue en augmentant la profondeur du seuil.

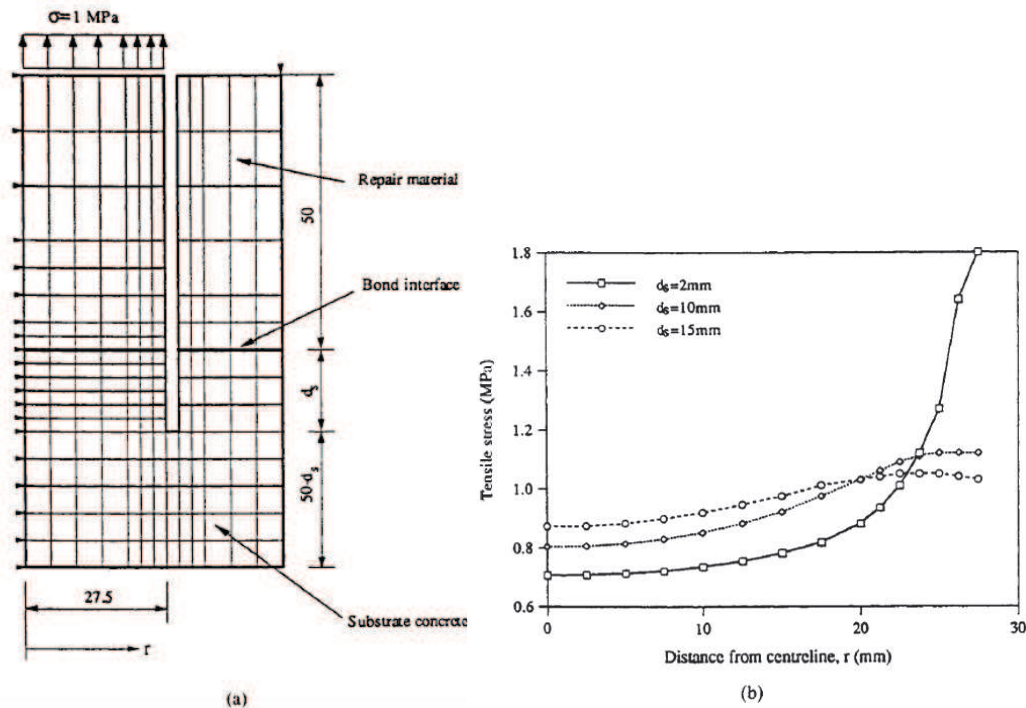


Figure 144 Impact de la profondeur de carottage sur la distribution des contraintes à l'interface (b) ; étude menée par MEF avec la géométrie et le maillage présenté par (a) (Austin, et al., 1995)

→ **Essai de traction directe** (Figure 143 l) : Le type de sollicitation appliquée à l'éprouvette est identique à celui réalisé lors de l'essai pull-off. Cependant cet essai permet de s'affranchir des problèmes liés à la profondeur de seuil. Afin que l'histoire de chargement subie par le matériau de réparation soit représentative, ces éprouvettes sont obtenues par carottage sur une structure dont l'échelle s'approche d'un cas réel, par exemple une poutre (Perez, et al., 2009). L'éprouvette obtenue comprend à la fois le matériau « neuf » et le matériau support. Le bridage est réalisé par le collage de calle métallique de part et d'autre de l'éprouvette.

En raison de la simplicité du chargement appliqué, ces essais sont considérés comme les essais références. En revanche, à l'image des essais de traction directe réalisée sur des matériaux « homogènes », le bridage des éprouvettes constitue un problème majeur. La jonction entre la machine d'essai et l'éprouvette est réalisée par collage. La difficulté d'accroche sur des matériaux saturés en humidité exclue leur emploi pour identifier l'adhérence des mortiers au jeune âge. L'autre problème majeur des essais directs est lié à la géométrie des éprouvettes. Contrairement aux essais sur éprouvette « homogène », une échancrure des pièces ne peut être obtenue dans la zone où l'on souhaite obtenir la rupture, à savoir l'interface entre les deux matériaux. La rupture peut donc se produire dans les zones d'accroche, ou dans le matériau le moins résistant conduisant à une rupture non pas adhésive mais cohésive.

- Essais de traction indirecte

→ **Essai de fendage** (Figure 143 m, n) : Un effort de compression est appliqué au droit de l'interface entre les deux matériaux. A l'image de l'essai par fendage sur une éprouvette de matériau uniforme (essai dit brésilien), des contraintes de traction engendrent une rupture du matériau suivant la direction de l'axe de chargement. La géométrie des éprouvettes testées peut être parallélépipédiques (Xiong, et al., 2004) (Müller, et al., 2006) ou cylindriques (Moyamez, et al., 2005) (Espeche, et al., 2011). Bien que les éprouvettes soient composées de deux matériaux différents, la

détermination de la contrainte à rupture est obtenue au moyen des mêmes équations que celles employées dans le cas d'une éprouvette « homogène ».

→ **Essai de flexion:** A l'instar des essais de flexion 3 ou 4 points sur des éprouvettes homogènes, ce type d'essai s'appuie sur la faible résistance en traction et sur le caractère quasi-fragile des matériaux cimentaires et donc de la zone interfaciale dans le cas d'un système mortier/support. Dans le cas des essais de flexion 3 points, le chargement est appliqué au droit de l'interface entre les deux matériaux (Mallat, et al., 2011).

- Essais de cisaillement

→ **Essai de cisaillement « pur »** (Figure 143 c, d, g-k): le principe de ces essais est d'appliquer un chargement en compression de part et d'autre l'interface parallèlement à celle-ci et suivant des directions opposées afin de solliciter l'interface en cisaillement (Momayez, et al., 2005) (Dias, 2007) (Perez, et al., 2009) (Medeiros, et al., 2009). La difficulté de ce type d'essai est de s'assurer que le chargement appliqué conduit effectivement à un cisaillement pur. Bien que généralement non étudié, la majorité des essais conduit à une sollicitation mixte de l'interface (traction/cisaillement). En outre, dans la plupart des études menées par ce dispositif, le système mortier/support est obtenu en coulant le mortier sur un support aux dimensions de l'éprouvette d'essai, ce qui pose comme nous l'avons indiqué plus haut à s'interroger sur la représentativité de l'état de contraintes induit par le séchage. Une alternative est de carotter l'ensemble mortier/support sur une structure représentative (Perez, et al., 2009).

→ **Slant shear test** (Figure 143 e): C'est l'essai le plus couramment employé pour étudier la résistance en cisaillement du lien entre un matériau cimentaire et un support (Austin, et al., 1999) (Moyamez, et al., 2005) (Julio, et al., 2006) (Pacheco-Torgal, et al., 2008) (Mallat, et al., 2011). Le support est biseauté et le mortier est coulé afin d'obtenir un système mortier/substrat parallélépipédique ou cylindrique. Ce type d'essai profite une fois encore de la forte résistance en compression des mortiers et de leur faible résistance en traction. La surface plane supérieure de l'ensemble est soumise à un chargement en compression conduisant, du fait de l'inclinaison de l'interface, à une rupture en cisaillement entre les deux matériaux. En décrivant la loi de comportement du lien entre les deux matériaux à partir d'une loi de type Coulomb, Austin et al. (Austin, et al., 1999) indiquent le chargement minimum σ_0 à appliquer afin d'obtenir une rupture en cisaillement à l'interface :

$$\sigma_0 = c[\cos(\alpha) + \tan(\tan^{-1}(\mu) + \alpha)] \quad (5-1)$$

Avec c la résistance au cisaillement pur du lien, μ le coefficient de friction, α l'angle de l'interface avec la verticale

Au moyen de cette approche, ces auteurs montrent que la rupture adhésive est fortement corrélée à l'angle d'inclinaison de l'interface, lui-même dépendant du coefficient de friction et donc de l'état de surface du support. Ainsi pour une surface donnée, un angle d'inclinaison mal adapté peut aboutir non pas à une rupture adhésive mais à une rupture cohésive de l'un des deux matériaux. Ils montrent aussi l'impact d'une erreur d'angle d'inclinaison d'un degré sur l'évaluation de la contrainte à rupture. En outre, la différence de module d'élasticité entre les deux matériaux conduit à une excentricité du chargement conduisant à des concentrations locales de contrainte en bordure de l'interface et entraînant une diminution de la contrainte à rupture. Ces auteurs mettent ainsi en garde les lecteurs sur la pertinence des résultats menés au moyen de cet essai lors d'étude comparative sur des matériaux dont le module d'élasticité diverge.

L'éprouvette d'essai ne peut être que difficilement obtenue par carottage. La couche de mortier est donc coulée suivant la géométrie nécessaire lors de l'essai. L'état de contraintes se développant lors du séchage du mortier est donc fort éloigné d'un cas réel.

→ **Essai de torsion** (Figure 143 b): Pour ce type d'essai, la section à l'interface est un disque sur lequel est appliqué un moment de torsion. A l'instar du pull-off test, cet essai peut être réalisé in situ en effectuant un seuil dans la couche de mortier et dans le support (Silferbrand, 2003). Cet essai peut également être réalisé sur un cylindre composé des deux matériaux obtenu par carottage ou fabriqué aux dimensions de l'essai (Collop, et al., 2011). L'interface étant un disque, l'application d'un moment de torsion conduit à un gradient de déformations du centre vers la périphérie de l'interface. La contrainte rupture sera en conséquence atteinte plus rapidement en bordure de l'échantillon. La propagation de la fissure se produira alors graduellement dans l'ensemble de l'interface jusqu'à atteindre la décohésion complète. La mesure conduit à une surévaluation de la contrainte en rupture comparativement aux essais de cisaillement pur (Austin, et al., 1999). Notons qu'au cours de nos travaux prospectifs, il a été envisagé un essai palliant ce problème. La section d'essai aurait été un anneau permettant ainsi d'obtenir une contrainte de cisaillement quasi-uniforme sur la direction radial. Cet essai a été abandonné en raison de sa difficulté de mise en œuvre.

- Autre approche : mesure de l'énergie de fissuration

Une autre approche quant à l'étude de l'adhérence est de déterminer l'énergie libérée lors de la rupture à l'interface entre les deux matériaux et de quantifier les critères de propagation à l'interface. Ces études étendent les concepts de la mécanique de la rupture non linéaire développée par Hillerborg et al. (modèle des fissures fictives) (Hillerborg, et al., 1976) pour un matériau homogène et isotrope au cas d'un système à deux matériaux tous deux considérés isotropes. Afin de s'assurer de la rupture à l'interface, une entaille est réalisée à l'interface entre les deux matériaux. Des capteurs sont placés de part et d'autre afin d'obtenir la relation entre la contrainte transmise et ouverture de fissure. L'énergie consommée lors de la rupture par unité de surface est alors calculée comme :

$$G_f = \int_0^{w_c} \sigma(w) dw \quad (5-2)$$

Avec σ la contrainte transmise à l'interface pour une ouverture de fissure w , et w_c l'ouverture de fissure critique pour laquelle la contrainte devient nulle.

Dans la plupart des articles utilisant cette approche, des lois de comportement de l'interface entre les deux matériaux sont alors proposées et comparées aux résultats expérimentaux au moyen de simulations par éléments finis.

La plupart de ces essais sont dérivés des expériences présentées précédemment : essai de fendage (Jefferson, et al., 1998) (Soares, et al., 1998); essai de flexion (Charalambides, et al., 1989) (Lim, et al., 1997) (Li, et al., 2000) (Mahaboonpachai, et al., 2005). L'essai le plus couramment employé (Harmuth, 1995) (Walter, et al., 2005) (Kanellopoulos, et al., 2009) est l'essai de fendage par coin dont une représentation schématique est présentée sur la Figure 145.

La majorité de ces essais ne prend pas en compte l'impact du retrait restreint sur le développement de l'état de contraintes du système et le possible développement d'un micro ou macro fissuration précédant l'essai. Certains auteurs (Soares, et al., 1998) pointent cependant ce phénomène comme un facteur explicatif de résultats peu cohérents.

Dans le cadre de notre étude, en raison des faibles dimensions de la couche de mortier, la création d'une zone de faiblesse à l'interface nous semble très complexe à réaliser.

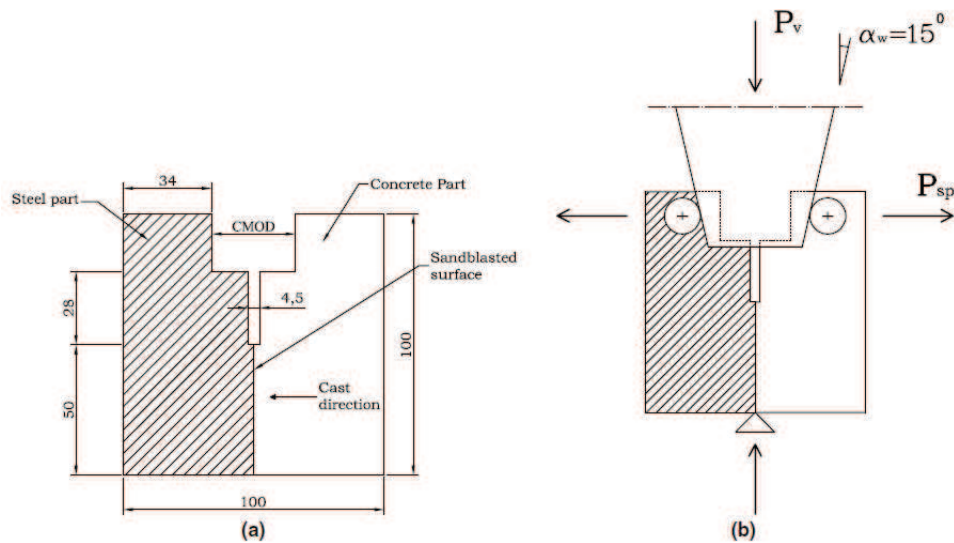


Figure 145 Essai de fendage par coin proposé par (Walter, et al., 2005) utilisé dans la caractérisation de la rupture entre un béton et l'acier

5.1.2. Description des essais adoptés

Afin d'évaluer l'impact du séchage et en particulier l'impact de la fissuration sur le lien entre les deux matériaux, les essais d'adhérence doivent être menés sur un système mortier/support dont la géométrie est représentative d'un cas réel. A cette fin, les maquettes employées pour les essais de retrait restreint (cf. section 4.2.3) ont été également utilisés pour mener des essais d'adhérence. En raison de la faible résistance et de la faible épaisseur de la couche de mortier à tester, nous avons peu de choix quant au type d'essais à adopter. Nous avons donc retenu un essai d'arrachement (essai pull-off) et un essai de cisaillement « pur » (essai bi-surface) préalablement utilisé par Moyamez et al. (Moyamez, et al., 2005). Ces deux essais simples permettent théoriquement de solliciter l'interface entre les deux matériaux suivant les deux types de contrainte (traction ou cisaillement) auxquelles une couche de mortier peut être soumise au cours d'un chargement environnemental tel que le retrait restreint induit par séchage ou carbonatation.

- Essai pull-off

Les problèmes couramment rapportés concernant les essais de pull-off sont l'excentricité et le défaut d'alignement du chargement (Austin, et al., 1995) (Cleland, et al., 1997), pouvant conduire à une répartition non homogène de la contrainte normale à l'interface. Dans le cas de nombreuses études, en particulier celles menées in-situ, le mode d'application du chargement est réalisé au moyen d'un tripode maintenu manuellement par l'utilisateur contre le revêtement testé, ce qui peut a priori favoriser les défauts d'alignement.

Afin de prévenir ces artefacts, au cours de notre étude, le système mortier/support a été maintenu sur une presse à l'aide de plats métalliques et de tiges filetées (Figure 146). Des sillons ont été préalablement réalisés dans la couche de mortier jusqu'à atteindre le support comme le préconise la norme NF EN 1015-12 (AFNOR, 2001) afin de favoriser la rupture à l'interface. Un plat en acier de $5 \times 5 \text{ cm}^2$ et d'épaisseur 1 cm est alors collé sur la surface supérieure afin de pouvoir répartir le chargement sur l'ensemble de la section d'essai. Il est à noter que le temps de séchage de la colle nécessitait d'anticiper la préparation des maquettes pour l'essai afin de pouvoir les réaliser aux échéances souhaitées.

La jonction du plat métallique avec la presse était réalisée au moyen d'une goupille vissée au centre du plat et disposant d'une rotule à son extrémité afin de reprendre les possibles défauts de planéité, permettant ainsi de s'assurer de l'alignement du chargement (Figure 146). En raison du type de presse utilisé, le chargement ne pouvait être contrôlé en force comme indiqué dans la norme NF EN 1015-12 mais le a été en déplacement (vitesse de chargement : 5 mm/s).

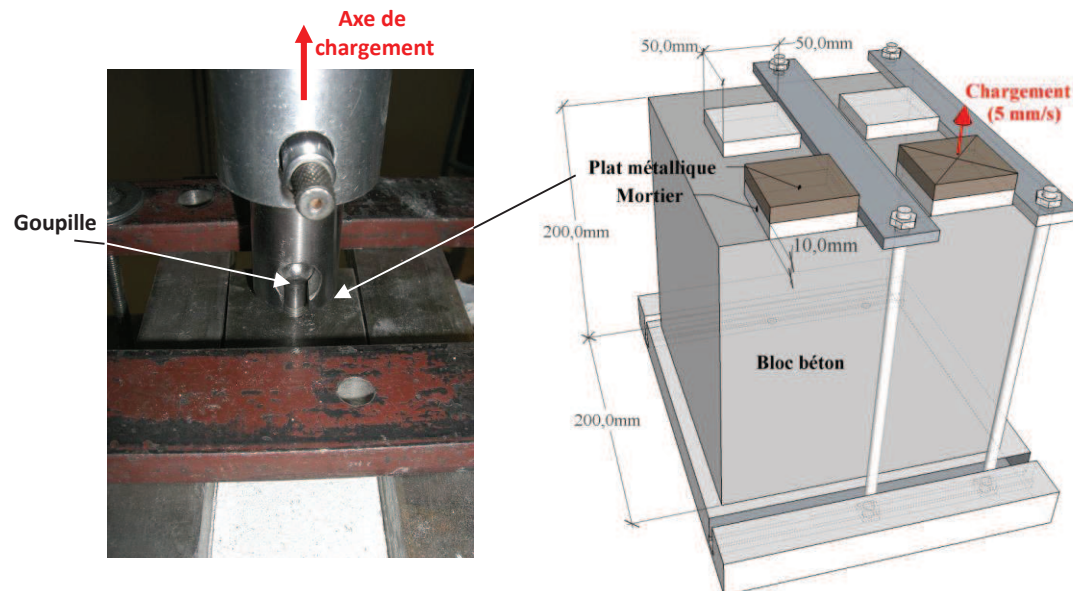


Figure 146 Représentation schématique de l'essai pull-off adopté

- Essai bi-surface

Les essais bi-surfaces ont été réalisés sur les mêmes maquettes que celles employées pour les essais pull-off. Avant l'essai, des seuils sont effectués dans la couche de mortier afin de libérer des sections d'essai de $5 \times 5 \text{ cm}^2$ (Figure 147). Le système mortier/support est alors placé sur la presse. Des plats métalliques et des tiges filetées permettent de fixer le bloc de béton au plateau de la presse et ainsi de restreindre ses déplacements verticaux. L'un des deux plats est placé au droit de l'interface afin d'assurer le cisaillement à la jonction entre les deux matériaux. Un prisme d'acier de section 1 cm^2 et de longueur 5 cm est posé sur la tranche supérieure du mortier. Un plateau rotulé permet en comprimant ce prisme de cisailer l'interface entre les deux matériaux (Figure 147). La vitesse de chargement de cet essai est de 5 mm/s.

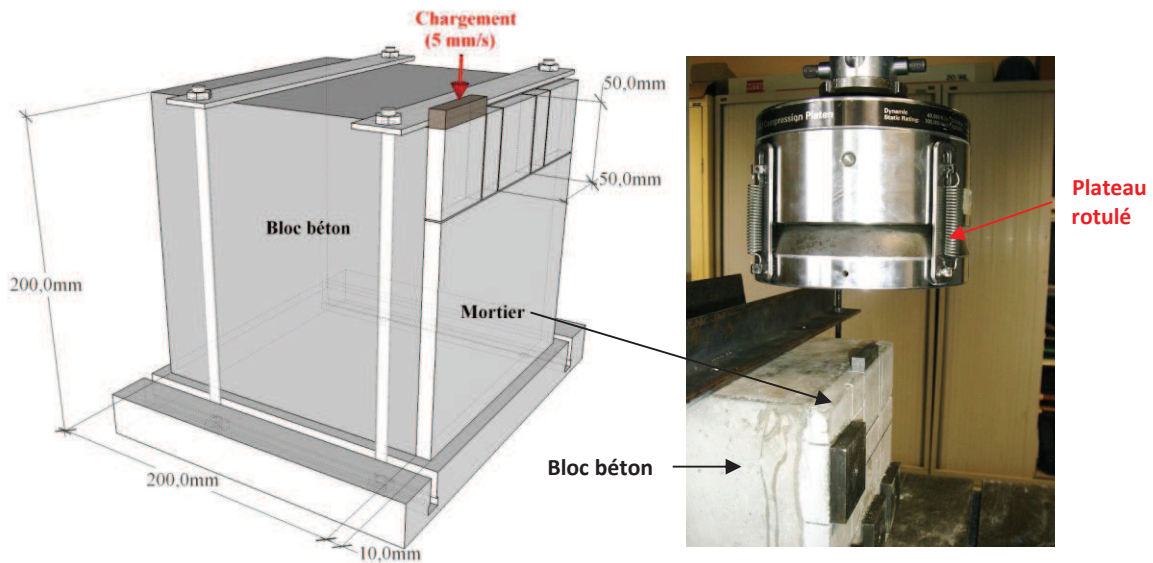


Figure 147 Représentation schématique de l'essai bi-surface adopté

5.1.3. Analyse critique des sollicitations appliquées lors des essais adoptés

Comme nous l'avons vu lors de la revue bibliographique, dans le cas des essais pull-off, la profondeur du seuil influe sur la répartition du chargement à l'interface. Des simulations de cet essai par la méthode des éléments finis ont été réalisées afin de confirmer les résultats de Austin et al. (Austin, et al., 1995) (cf. Figure 144). De même, l'essai bi-surface a été étudié par simulations aux éléments finis. En complément, une étude expérimentale de cet essai a été réalisée avec suivi par DIC du champ de déplacement.

Notre objectif n'est ici pas de développer un outil prédictif permettant de reproduire exactement le comportement des systèmes expérimentaux, mais d'analyser l'impact du mode de chargement sur le développement de la contrainte à l'interface. Il s'agit de mettre en avant les limites éventuelles des configurations d'essai choisies. La modélisation adoptée est donc simple. Le comportement des matériaux (acier, béton, mortier) est supposé élastique linéaire. En outre, ces modélisations ne prennent pas en compte l'état de contrainte induit par le retrait de dessiccation du mortier restreint par le support, et ce pour plusieurs raisons :

- D'abord, comme nous l'avons vu dans la section 2.3, la compréhension des mécanismes de transfert de l'eau lors du séchage des mortiers adjuvantés avec des éthers de cellulose au jeune âge n'est pas encore bien cernée¹.
- Deuxièmement, la modélisation du retrait de dessiccation s'est heurtée à l'incompréhension des phénomènes observés (augmentation de l'ampleur du retrait final avec l'accroissement du temps de décoffrage – cf. section 2.5) qui contredisent les modélisations poro-mécaniques couramment employées pour décrire le mécanisme de dépression capillaire (Bazant, 1988) (Granger, 1996) (Baroghel-Bouny, et al., 1999) (Gawin, et al., 2007)
- Troisièmement, la relaxation des contraintes liées au fluage de dessiccation est un phénomène important (Bissonette, 1996) qui n'a pas été caractérisé au cours de nos travaux. Le mortier étant sollicité en traction, des essais de fluages auraient pu être conduits sous ce type de sollicitations, ce qui aurait nécessité la mise en place d'un bâti de fluage et de moyen de mesure adapté (la

¹ Une modélisation (CASTEM) a d'ailleurs été menée au cours de la thèse et a permis de retrouver les cinétiques de séchage des mortiers EC0,11% pour différentes échéances de décoffrage. Les résultats ne sont cependant pas présentés dans ce mémoire.

corrélation d'image semble une bonne alternative aux moyens classiques). La fragilité de nos mortiers au jeune âge fait bien sûr de la mise en place de ce type d'essai un défi.

- Enfin, dans le cadre de nos essais de pull-off et bi-surface, des seuils sont réalisés autour de l'échantillon testé, ce qui conduit à des relaxations de contraintes dont l'ampleur nous est inconnue et qu'il aurait nécessité une caractérisation pour chaque type de conditionnement testé.

Au cours des modélisations de ces essais, aucune hypothèse n'a été réalisée quant au comportement de l'interface entre les deux matériaux. Par souci de simplification, le maillage du mortier et celui du support ne sont pas dissociés.

5.1.3.1. Analyse de l'essai pull-off

La Figure 148 présente schématiquement le maillage adopté pour cette simulation. Profitant de la symétrie du problème, seule une moitié du système est modélisée. Le module d'élasticité du mortier est tout d'abord pris égal à 5 GPa (Module du support = 20 GPa). Comme pour l'essai réel, les déplacements verticaux du bloc de béton sont limités à sa base et le long de son arrête supérieure. Une force 500 N est appliquée le long de l'arrête du plat métallique concourante avec l'axe de symétrie afin de reproduire la présence de la tige filetée au centre du plat. Ce chargement conduit théoriquement à une contrainte normale de 0,4MPa uniformément répartie sur la section rectangulaire 5×5cm² de ce qui correspond à l'ordre de grandeur des résistances en traction de nos mortiers mesuré lors des essais de flexion 3 points.

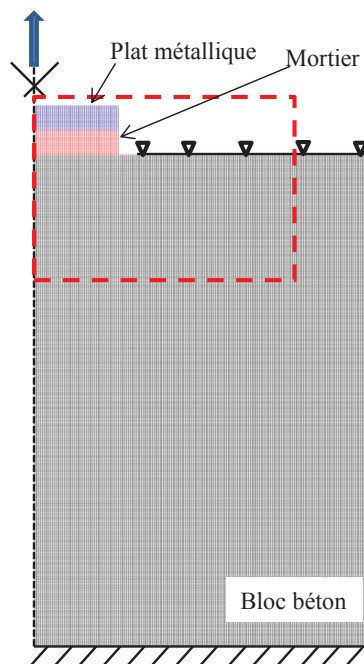


Figure 148 Représentation schématique de la géométrie adoptée pour simuler l'essai pull-off

La Figure 149 représente les champs de contrainte normale (σ_{yy}) et tangentielle (τ_{xy}) à l'interface entre le mortier et le support (en pointillés). On remarque au droit du point C sur la figure de gauche le développement de contraintes de compression symbolisant la restriction des déplacements par les plats métalliques. Comme le montrent Austin et al. (Austin, et al., 1995), une concentration de contraintes de traction apparaît à la jonction entre le mortier et le support. Cet effet est lié à la géométrie adoptée et à la profondeur du sillon. En revanche, nos simulations mettent en évidence

aussi la présence de contraintes de cisaillement en bordure de l'échantillon de mortier (Figure 149 droite).

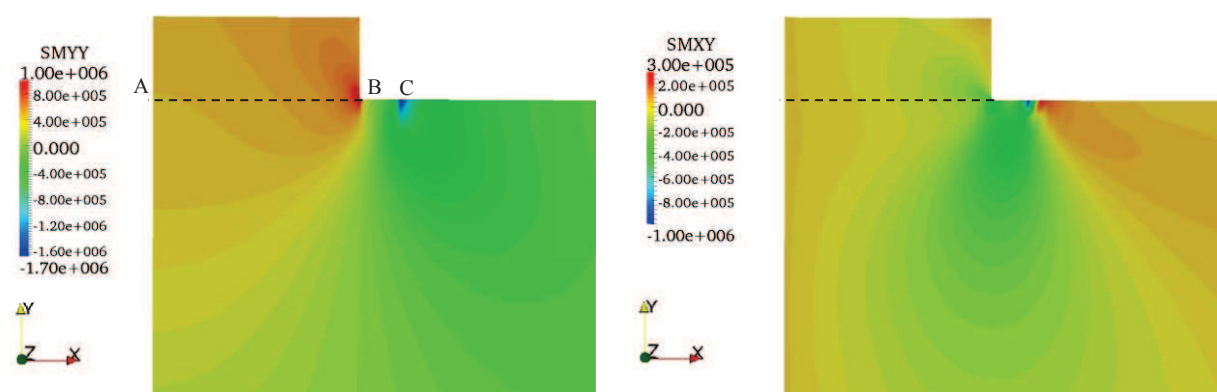


Figure 149 Isovaleurs des champs de contraintes σ_{yy} et τ_{xy} notées respectivement (SMYY) et (SMXY) (en Pa) – simulation de l'essai pull-off par éléments finis

En adoptant la même géométrie et le même chargement (500 N), des simulations ont été menées afin d'observer l'impact du module d'Young du mortier sur l'état de contraintes. Pour cela, 3 modules d'élasticité (1, 5 et 10 GPa), représentatifs vis-à-vis de ceux mesurés par flexion 3-points sur nos mortiers (chapitre 3), ont été testés. Les contraintes normales et tangentielles le long de l'interface (génératrice A-B) sont tracées sur la Figure 150. Ces graphiques montrent à nouveau le développement de concentration de contrainte en bordure de l'échantillon de mortier. On remarque en outre que cet effet est purement local et que l'augmentation du module d'élasticité influe peu sur les contraintes normales et de cisaillement sur la majorité de l'interface entre les deux matériaux. Néanmoins, en bordure de l'échantillon, ces contraintes s'accroissent notablement avec l'augmentation du module. Ainsi, pour un mortier de module 10 GPa, la contrainte normale en bordure de l'échantillon est 100 plus importante qu'en son centre. De plus, pour ce cas, la contrainte de cisaillement atteint 1,3 MPa à la marge de l'éprouvette, ce qui est une valeur inférieure à la contrainte de traction dans la même zone (4 MPa) mais est non négligeable.

En supposant que la résistance du lien entre les deux matériaux est identique sur l'ensemble de l'interface, ce qui est une hypothèse simplificatrice en raison de l'hétérogénéité des défauts, ces simulations tendent à montrer que l'initiation de la fissuration se produit en bordure de l'échantillon, et que celle-ci n'est pas indépendante du module d'élasticité du mortier. La propagation du front de fissuration se poursuivra alors en mode mixte jusqu'à atteindre la décohésion complète du mortier. Nous pouvons en conclure que l'essai de pull-off suivant cette configuration n'est pas un essai d'arrachement pur.

Malgré cette limite, nous présenterons les résultats des essais pull-off (section suivante) en rapportant la force à rupture sur la section complète de l'échantillon. Une évaluation plus précise des résultats nécessiterait une connaissance plus approfondie de l'état de contraintes du système lors de l'essai ce qui était impossible à partir données dont nous disposons comme rapporté en introduction de ce chapitre.

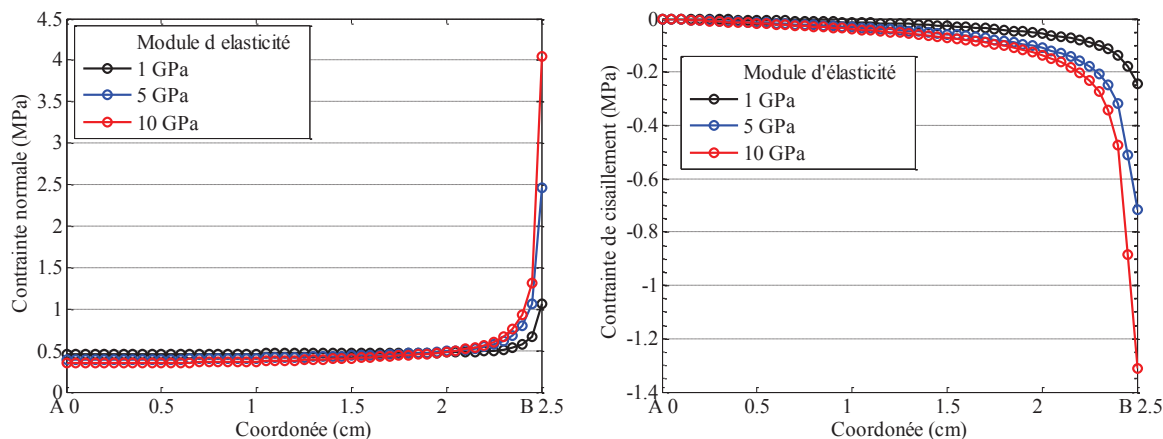


Figure 150 Répartition des contraintes normales et de cisaillement à l'interface entre le mortier et le support

5.1.3.2. Analyse de l'essai bi-surface

5.1.3.2.1. Modélisation par éléments finis

L'essai de bi-surface est modélisé en 2 dimensions. La Figure 151 donne le maillage adopté pour cette étude. Les conditions limites correspondent au blocage des déplacements de la base et de l'arrête supérieure du bloc de béton. Une charge de 1000 N est appliquée sur la surface supérieure du plat métallique. Le module d'élasticité du mortier est pris dans un premier temps égal à 5 GPa (module du support = 20 GPa).

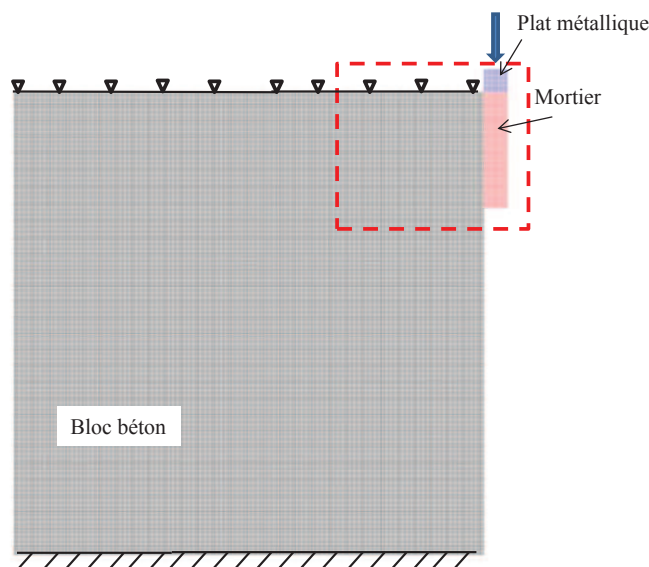


Figure 151 Représentation schématique de la géométrie adoptée pour simuler l'essai bi-surface

La Figure 152 présente les champs de déplacement suivant les deux directions à l'interface entre les deux matériaux (zone en pointillés sur la Figure 151). On observe des déplacements positifs du mortier en contact avec le prisme en acier et des déplacements suivant le sens inverse d'une partie du reste de l'échantillon de mortier (déplacements suivant l'axe x). Les isolateurs des déplacements verticaux indiquent également que les déplacements s'accroissent en s'éloignant de l'interface avec le mortier. Au cours de l'essai, la couche de mortier étant libre de se mouvoir suivant la direction x , le chargement vertical qui lui est appliqué conduit au développement d'un moment de flexion d'axe z à proximité du point d'application de la force.

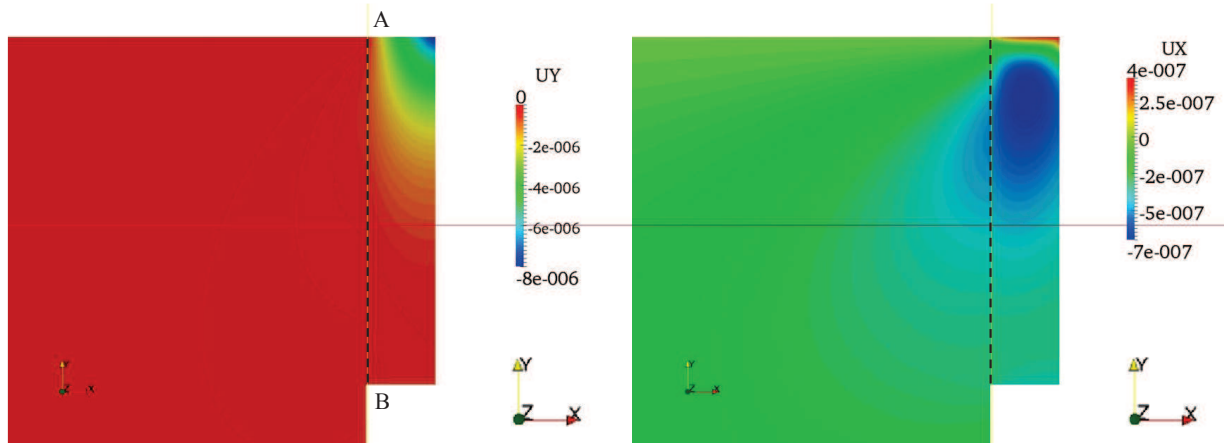


Figure 152 Isovaleurs des déplacements suivant les directions x et y dans le cas de l'essai bi-surface (en m)

Cet effet de pivot conduit à l'apparition de contraintes de traction à l'interface avec le support dans la zone de contact avec le prisme en acier (Figure 153 gauche - point A). En réaction, des contraintes de compression se produisent dans le mortier et le bloc de béton au droit de cette zone. Cette effet de pivot est localisé et ne conduit à la sollicitation de l'interface que dans la partie supérieure de l'échantillon (contrainte normale σ_{xx} quasi nul au point B). En outre, les contraintes de compression σ_{yy} ne sont donc pas uniformes sur la hauteur de l'échantillon de mortier, ce qui aboutit à la répartition non homogène des contraintes de cisaillement le long de l'interface (Figure 153 droite).

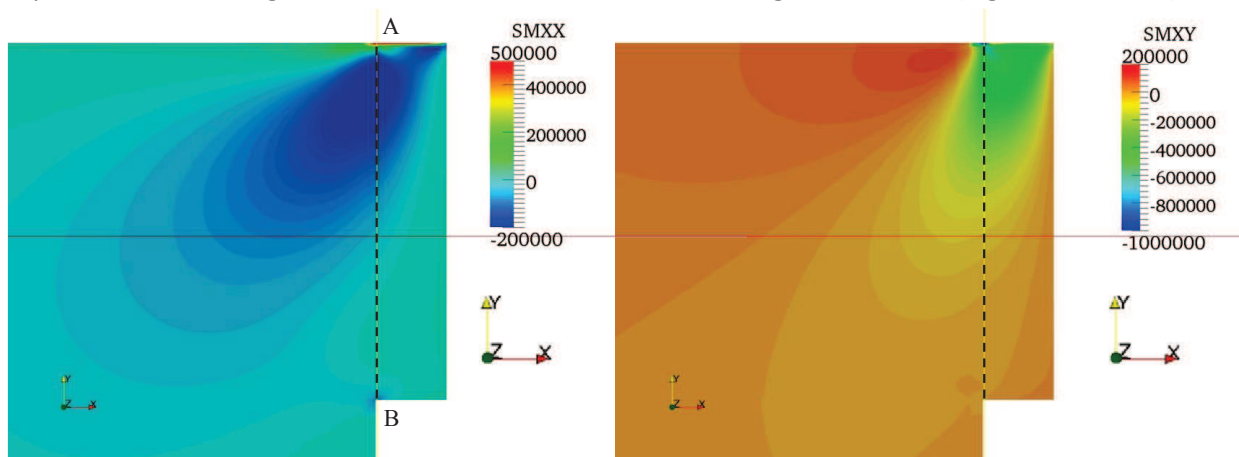


Figure 153 Isovaleurs des champs de contraintes σ_{xx} et τ_{xy} notées respectivement (SMXX) et (SMXY) (en Pa) – simulation de l'essai Bi-surface par élément fini

Différents modules d'élasticité du mortier (1,5 et 10 GPa) ont été testés afin d'observer l'impact de ce paramètre sur l'ampleur des contraintes normales et de cisaillement le long de l'interface entre les deux matériaux (Figure 154). Cette représentation nous permet de retrouver les mécanismes décrit dans le paragraphe précédent. Ainsi, l'interface est sollicitée localement en traction au point A et en compression sur le tiers supérieur de l'interface. De même, la distribution des contraintes de cisaillement le long de l'interface est de type asymptotique, les valeurs décroissant progressivement en s'éloignant du point A. Il est à remarquer que les maxima de contraintes en traction et en cisaillement se produisent au même point (A) et ont des valeurs du même ordre de grandeur. Au point A, pour un module de 10 GPa, le calcul indique $\sigma_{xx} \approx 2MPa$ et $\tau_{xy} \approx -3MPa$.

L'essai bi-surface dans la configuration adoptée ne peut donc pas être considéré comme un essai de cisaillement pur. Le fait que, lors du chargement, les contraintes les plus favorables à la décohésion soient très localisées nous amène à penser que la rupture va se produire dans cette zone et se

propager le long de l'interface. Comme pour l'essai pull off, l'augmentation du module d'élasticité accroît cet effet de bords mais ne modifie pas notablement l'ampleur des sollicitations dans le reste de la section.

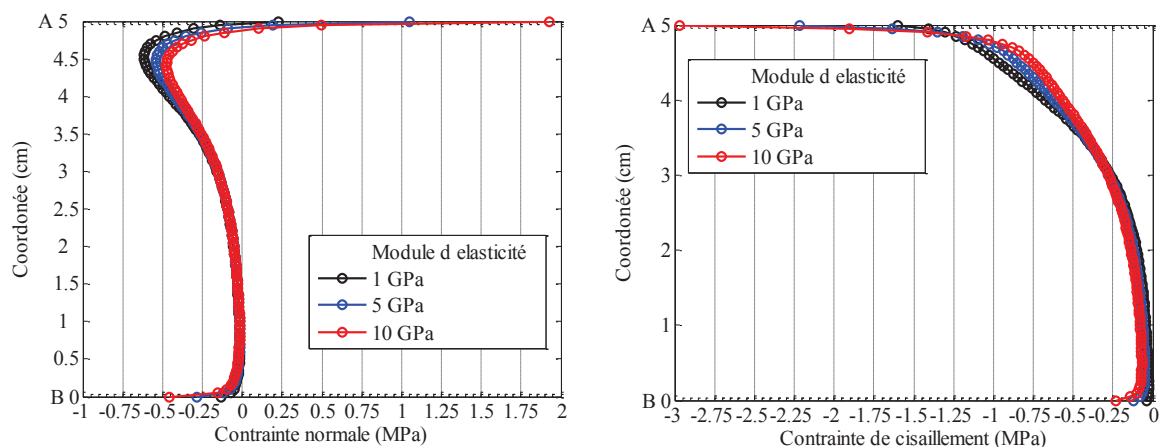


Figure 154 Répartition des contraintes normale σ_{xx} et de cisaillement τ_{xy} le long de l'interface dans le cas de l'essai bi-surface

5.1.3.2.2. Observation par DIC

L'objectif de ces essais de validation était de confirmer l'interprétation établie à partir des simulations, à savoir que l'essai bi-surface n'entraîne pas une sollicitation homogène de l'interface mais conduit une localisation des contraintes et, en conséquence, une initiation de la fissuration en bordure du point d'application du chargement. Suivant la procédure présentée au chapitre 3, l'interface entre le mortier et le support est photographiée au cours de l'essai. Comme pour les essais de retrait restreint réalisés à l'aide de cette technique (cf. chapitre 4.2.3), la surface de référence, supposée immobile au cours de l'essai, est la surface du support en béton. Les essais de validation ont été menés sur un système mortier/support identique à ceux testés au chapitre 0. Une couche de mortier ECO,1% a été coulée sur un bloc de béton de surface sablée (1-2mm) puis protégé de la dessiccation durant 1 jour par des films de polyane et d'aluminium adhésif. Ensuite, le système est placé dans une salle contrôlée en température et en humidité (23°C et 60% HR).

La Figure 155 donne les champs de déplacements U_x et U_y avant la décohésion complète entre les deux matériaux. La forme du champ de déplacement U_x obtenue expérimentalement est cohérente avec celle obtenue par simulation (cf. Figure 152). On observe un écartement plus important de la couche de mortier en bordure du pont de chargement que dans le reste de l'échantillon de mortier traduisant l'effet pivot décrit au chapitre précédent. Cependant, la forme du champ U_y diffère de celle des calculs par éléments finis. Une contraction progressive du mortier est observée suivant l'axe y. Ces champs de déplacement traduisent en fait la propagation de la fissuration à l'interface. Afin de déterminer l'évolution de la fissuration au cours de l'essai, les déformations équivalentes de Mazars (cf. chapitre 4.2.2.3) ont été calculées (Figure 156). Ce critère confirme que l'initiation de la fissuration de produit dans la zone de contact avec le chargement puis se propage le long de l'interface. Nos mesures confirment donc l'interprétation fournie à partir des simulations

numériques.

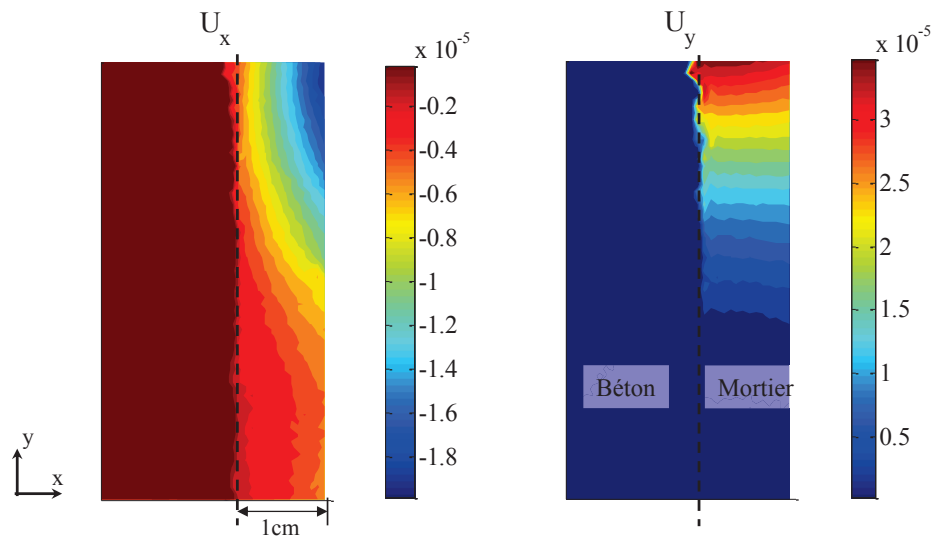


Figure 155 Isovaleurs des champs de déplacements suivant les deux directions du plan d'essai calculés par DIC au terme d'un essai Bi-surface

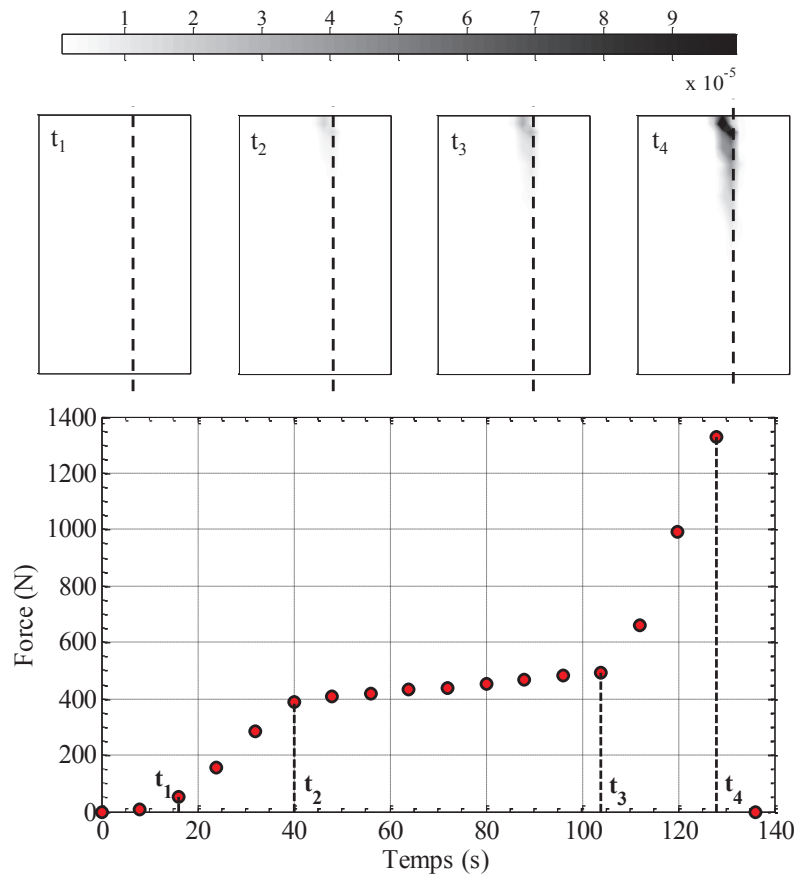


Figure 156 Cartographie de l'endommagement au cours de l'essai de Bi-surface

5.2. Etude expérimentale des mortiers CEReM

5.2.1. Impact du support et du temps de décoffrage dans le cas du mortier ECO,11%

Au cours de cette série d'essais, une même composition de mortier (ECO,11%) et un seul type de support ont été testés. Le lien chimique se créant entre les deux matériaux ne varie théoriquement pas. Les paramètres pouvant affectés l'adhérence, qui ont été étudiées, sont : la durée du temps de cure et l'état de surface du support. Comme nous l'avons vu au chapitre 4.2.3, ces deux variables affectent le mode de fissuration de la couche de mortier et sa décohésion.

Afin d'étudier l'adhésion entre les deux matériaux et d'évaluer l'impact du séchage, des essais ont été réalisés sur des systèmes mortier/support ayant été conservés en conditions endogènes. Ainsi, pour chaque type de support, des essais pull off et bi-surface ont été réalisés à 1, 3 et 7 jours, ce qui correspond aux échéances de décoffrage pour lesquels les systèmes sont soumis au séchage.

5.2.1.1. Détermination de l'adhésion

5.2.1.1.1. Protocole expérimental

Lors de l'étude de l'adhésion entre mortier et support, le système étant conservé en conditions endogènes, la couche de mortier est saturée en eau lors de l'essai. Le mode d'application du chargement devient alors un problème crucial. Ainsi, pour les essais pull off, le collage des tés métalliques permettant la transmission des efforts à l'ensemble de la section d'essai nécessite un temps prise de l'ordre de quelques heures. Une colle « araldite » à prise rapide (4 heures) a donc été employée afin de limiter la durée de séchage du système mortier/support. On supposera qu'au vue de la cinétique de séchage de nos mortiers la durée de ce prétraitement n'influe pas sur le lien entre les deux matériaux. L'avantage de l'essai bi-surface est d'éviter toute opération de collage, le chargement pouvant être appliqué dès le décoffrage.

Pour chaque paramètre d'étude, les essais sont menés sur deux éprouvettes mortier/support, ce qui, mis à part les problèmes expérimentaux (collage/mise en place) correspond à 8 sections testées par pull-off et 6 sections testées par bi-surface.

5.2.1.1.2. Evolution de l'adhésion en fonction du type de surface

Les mesures étant fortement dispersées, la Figure 157 donne l'intervalle interquartile des contraintes à rupture déterminées lors des essais pull-off et bi-surface en fonction du type de surface pour les différents temps de cure.

Dans le cas d'un décoffrage à 1 jour, les opérations préalables à l'essai de pull off ont provoqué, contrairement aux autres cas testés, la décohésion du mortier, ce qui dénote la faiblesse du lien entre les deux matériaux pour cette échéance et ce type de surface et conforte l'interprétation fournie au chapitre 4.3.1.2.

En dehors de ce cas particulier, on remarque que l'état de surface du support au vue de la dispersion des résultats n'influe pas nettement sur l'adhésion entre les deux matériaux. Lors de l'essai bi surface à 1 jour, la contrainte à rupture est quasi identique (de l'ordre de 0,2 MPa) quel que soit le support. Pour les autres échéances, l'adhésion semble légèrement s'accroître avec l'augmentation de la rugosité du support. Cet accroissement était attendu, car au vue du fort étalement du mortier ECO,11% à l'état frais, celui-ci est en mesure de s'immiscer aisément dans les interstices du support. L'accroissement de la complexité de la texture de la surface du support favorise donc l'ampleur de la

surface spécifique de l'interface et donc accroît l'adhésion. En revanche, la faible ampleur des différences d'adhésion entre la surface sciée et les surfaces sablées, en particulier à 1 jour, est étonnante et difficilement explicable. Cependant on peut supposer qu'elle est liée à la faible résistance mécanique de la composition testée.

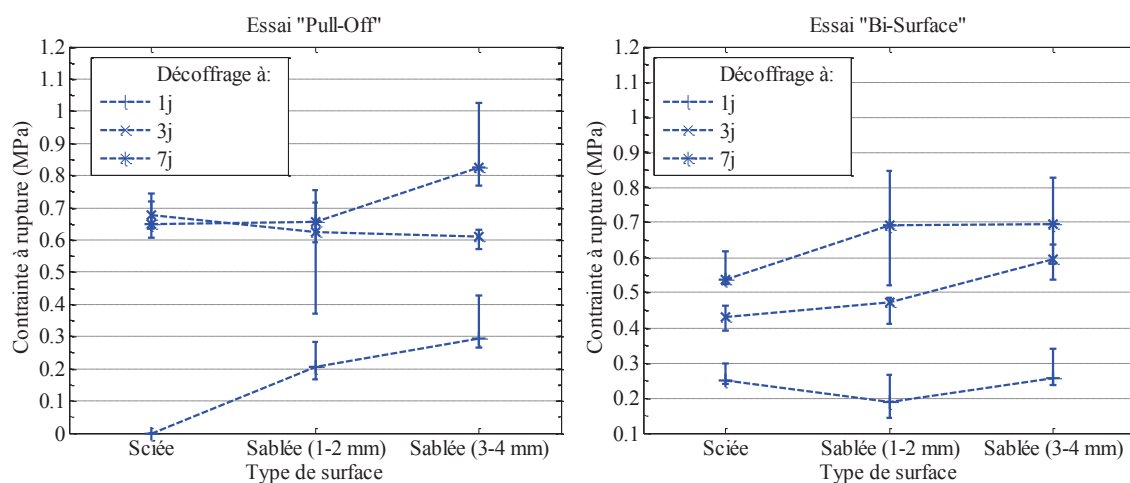


Figure 157 Impact de l'état de surface sur l'adhésion du mortier EC0,11% à différentes échéances

La Figure 157 montre en outre pour tous les types de support testé, que plus l'échéance d'essai est tardive, plus l'adhésion est importante. Ce résultat souligne le caractère progressif de la création du lien entre le mortier et son support. Le développement de l'adhésion est en effet mu par la création d'un lien par enchevêtrement et donc par la prise du mortier frais dans les anfractuosités de la surface du support (rugosité/porosité ouverte).

La Figure 159 rapporte l'évolution du lien entre le mortier et le bloc de béton en fonction de l'évolution de la résistance en traction du mortier déterminée au moyen de l'essai de flexion 3 points (chapitre 3). Cette figure souligne le faible impact de l'état de surface sur l'adhésion. D'autre part, on remarque que l'adhésion entre les deux matériaux se développe avant que la cohésion du mortier soit effective. Ce résultat bien que précédemment rapporté dans la littérature (Silfwerbrand, et al., 1998) cité par (Molez, 2003)) est difficilement interprétable.

L'adhésion semble dans un second temps se développer quasi-linéairement avec la résistance en traction, traduisant la contribution du mécanisme d'enchevêtrement dans le développement du lien entre les deux matériaux. Des essais à des échéances plus tardives aurait été nécessaires afin de confirmer cette tendance. En effet, contrairement à la résistance en traction, l'évolution de l'adhésion tend vers une valeur asymptotique dès le septième jour après le gâchage du matériau (Figure 158). Une des divergences dans le conditionnement du mortier lors de ces deux essais (adhésion / traction) est liée à la captation de l'eau interstitielle du matériau par le support, ce qui peut en partie expliquer l'initiation plus précoce de la résistance à l'interface et l'évolution asymptotique de celle-ci par rapport à la résistance cohésive du mortier.

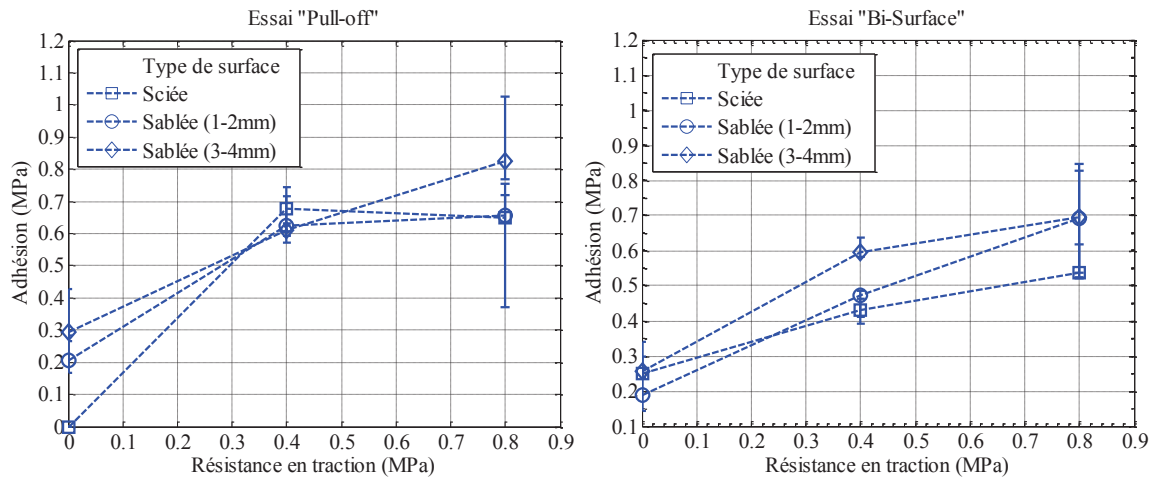


Figure 159 Comparaison de l'évolution d'adhésion du matériau en fonction de l'évolution de la résistance en traction du mortier EC0,11%

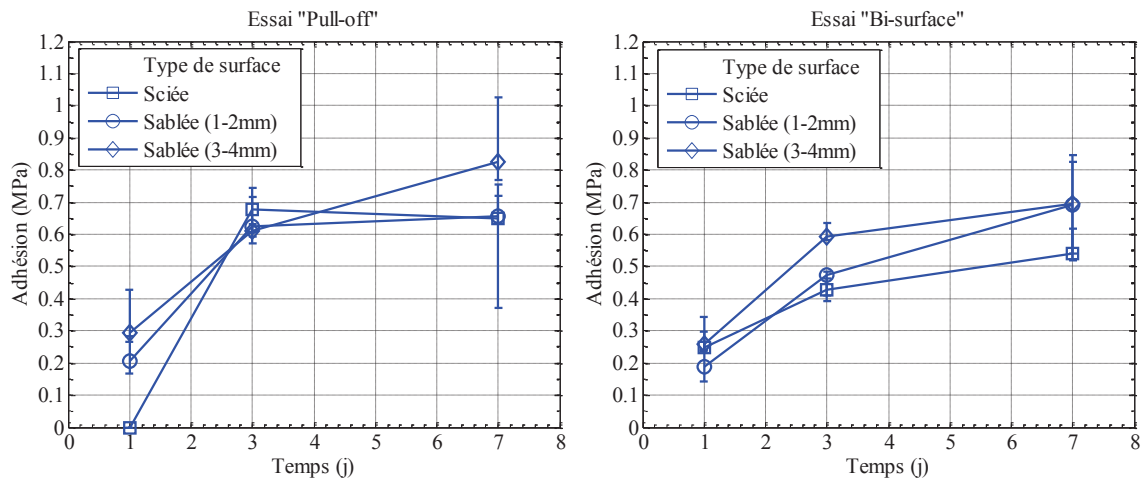


Figure 160 Evolution de l'adhésion entre le mortier EC0,11% et un support béton pour différent état de surface

5.2.1.2. Etude de l'adhérence

5.2.1.2.1. Protocole expérimental

Ces essais sont menés sur les systèmes mortier/support précédemment utilisés pour étudier l'impact du retrait restreint sur la fissuration (chapitre 4.3.2). Le mortier est coulé sur le support, conservé durant 1, 3 et 7 jours en conditions endogènes ($23 \pm 2^\circ\text{C}$) puis placé dans une salle contrôlée en humidité et température ($\text{H.R.} = 60 \pm 5\%$, $23 \pm 2^\circ\text{C}$). L'application d'aluminium adhésif sur les faces latérales limite le séchage à la face supérieure du mortier permettant de s'approcher au mieux de la géométrie de séchage d'un enduit sur un mur (cf. Figure 121). Les essais d'adhérence sont menés 30 jours après la mise en place du mortier.

Outre le spécimen sur lequel est réalisé le suivi de la fissuration, deux autres maquettes sont fabriqués afin d'augmenter le nombre possible de section à tester (12 par pull-off et 9 par bi-surface) et ainsi pouvoir dégager des tendances des mesures qui sont pour un même spécimen mortier/support fortement fluctuantes.

5.2.1.2.2. Evolution de l'adhérence en fonction du type de surface

Pour l'ensemble des essais, la rupture entre les deux matériaux est adhésive. La Figure 161 rapporte l'écart interquartile des résistances d'adhérence des systèmes mortier/support en fonction de l'état de surface du support, pour les trois types de conditionnements testés. Dans le cas de la surface sciée, comme nous l'avons vue au chapitre 4.3.1.2, le retrait de dessiccation restreint par le support conduit à la décohérence complète de la couche de mortier. Aucun essai d'adhérence n'ayant pu être réalisé pour ce cas, nous indiquons une valeur de la contrainte à rupture nulle dans la Figure 161.

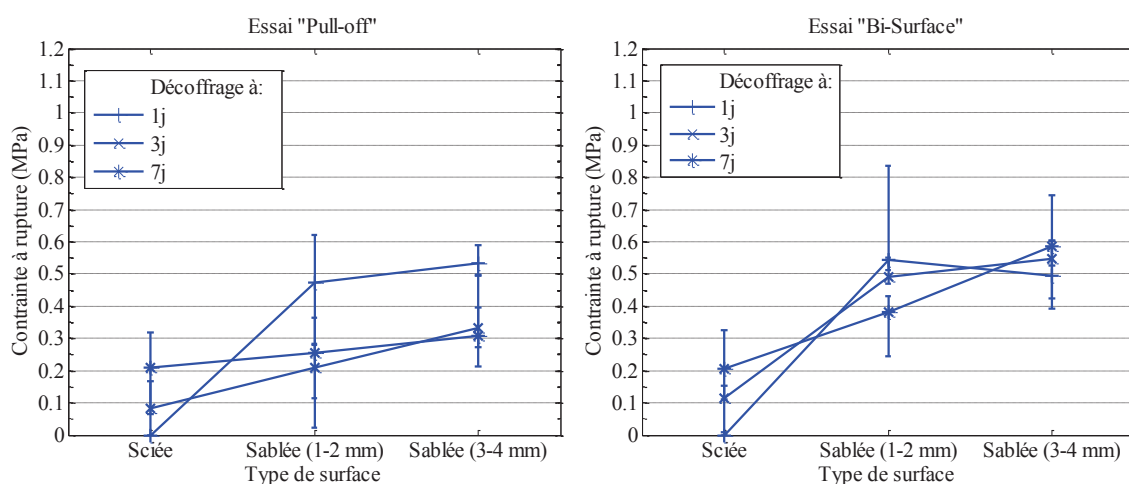


Figure 161 Impact de l'état de surface sur l'adhérence du mortier EC0,11% à 30 jours pour les trois types conditionnements testés

- Impact de la rugosité

Contrairement à l'adhésion, on observe un impact significatif de l'état de surface du support sur l'adhérence entre les deux matériaux. En effet, quel que soit le temps de décoffrage, on observe une différence entre l'adhérence obtenue pour une surface sciée par rapport aux surfaces sablées. Cette différence est particulièrement marquée pour les essais bi-surface pour lesquels les contraintes à rupture ont des ordres de grandeurs deux fois plus petits dans le cas des surfaces sciées par rapport aux surfaces sablées. Dans le cas de l'essai pull-off, cette tendance reste valable dans le cas d'un mortier décoffré à 1 jour, mais est moins marquée pour les mortiers décoffrés à 3 et 7 jours.

En revanche, on remarque un effet négligeable de la profondeur de sablage (1-2 mm ou 3-4 mm). Quelle que soit le temps de cure ou le type d'essai, les contraintes à rupture sont équivalentes, au vue de la dispersion des résultats, pour ces deux états de surface.

L'observation des faciès de rupture nous indique que dans le cas des surfaces sciées, la rupture a lieu, sur l'ensemble de la section, à l'interface. A contrario, dans le cas des surfaces sablées, celle-ci se produit à la fois à l'interface et dans le mortier se trouvant entre les interstices du béton (cf. Figure 162 – photographie des faciès de rupture obtenu lors des essais pull-off). Aucune rupture ne se produit dans le bloc de béton. Les divergences de comportement entre surface sablée et sciée sont donc probablement liées au mode de propagation de la fissuration lors de la rupture du lien entre mortier et support.

L'initiation de la fissuration se produit dans la zone de faiblesse du système mortier/support qui correspond théoriquement à la zone d'interface. Comme nous l'avons montré au chapitre 5.1.3, pour les deux types d'essai réalisés, des contraintes de traction et de cisaillement se développent simultanément en bordure de la section d'essai. La propagation de la fissuration se fait donc en mode mixte à l'interface. Dans le cas de la surface sciée, la pointe de fissure étant dans l'alignement

de l'interface, celle-ci conduit une délamination complète de la zone inter-faciale. Dans le cas des surfaces sablées, la tortuosité liée aux aspérités du béton gêne la propagation de la fissure qui se produit alors dans les zones de plus faible résistance, à savoir l'interface ou le mortier. Dans le cas de l'essai pull off test, la contrainte de cisaillement à l'interface étant moins élevée que celle de traction, cet effet de l'enchevêtrement est donc moins marqué, ce qui explique la proximité des résultats entre les surfaces sciée et sablée. Cette interprétation se heurte néanmoins aux résultats d'adhésion pour lesquels l'impact de la rugosité est négligeable.

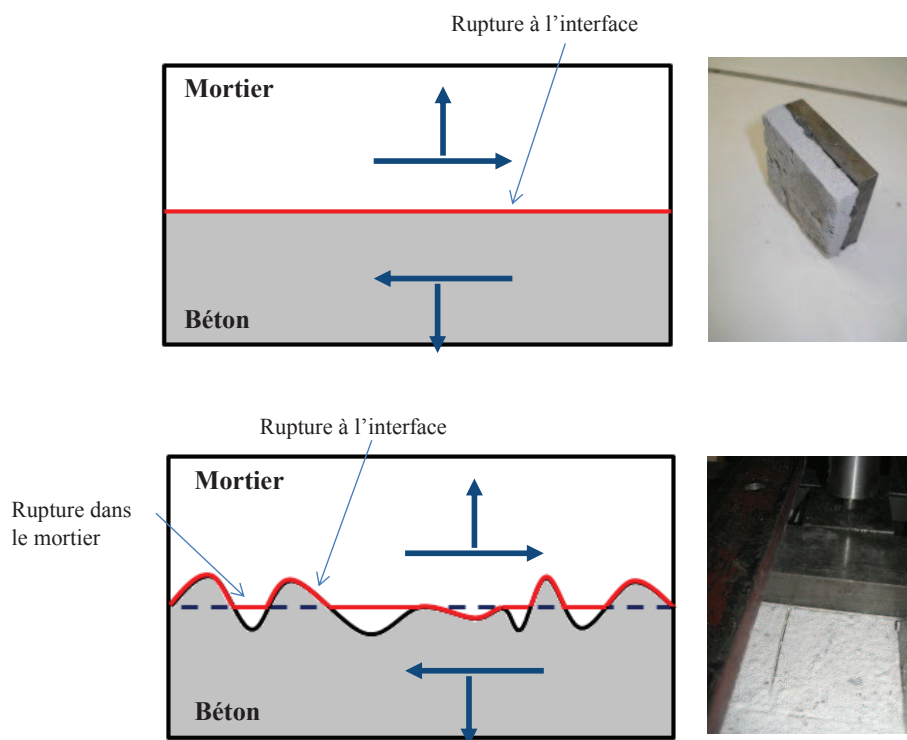


Figure 162 Représentation schématique et photographie obtenu lors des essais pull-off des plans de rupture en fonction de l'état de surface du support

- Impact du temps de décoffrage

Dans le cas des essais bi-surface, pour les surfaces sablées, l'adhérence est équivalente pour les trois types de conditionnement (Figure 161). A contrario, pour les surfaces sciées, l'augmentation de la durée de cure semble favoriser l'adhérence du mortier avec le support. Dans le cas des essais pull-off, cette accroissement de l'adhérence avec l'augmentation de l'échéance de décoffrage est à nouveau vérifié pour la surface sciée. Pour les surfaces sablées, l'adhérence pour les mortiers décoffrés à 1 jour est même supérieure à celles obtenues pour des mortiers décoffrés à 3 et 7 jours. La Figure 163 compare la différence entre l'adhésion lors du décoffrage et l'adhérence à 30 jours du même système mortier/support ayant donc subi une période de séchage. Cette différence, notée $\Delta\sigma$, est calculée à partir de la valeur médiane des deux essais :

$$\Delta\sigma = \text{adhérence}(30 \text{ jours}) - \text{adhésion}(\text{au décoffrage}) \text{ (en MPa)}$$

Ce calcul est bien sûr à prendre avec précaution au vue de la variabilité des essais. Cette comparaison est en conséquence plus qualitative que quantitative.

Dans le cas d'un décoffrage à 1 jour, les essais pull off et bi surface révèlent un accroissement du lien entre le mortier et les supports sablés lors du séchage ($\Delta\sigma > 0$). A contrario, pour une surface sciée, le retrait de dessiccation restreint par le support conduit à la décohéation complète de la plaque de mortier. Pour cette échéance de décoffrage, le développement du lien entre les deux matériaux n'a pas encore atteint sa valeur optimum (voir section précédente). Pour les surfaces sablées, la prise du matériau semble donc se poursuivre au cours du séchage permettant d'améliorer le lien entre les matériaux. Ce résultat est étonnant au vue des cinétiques de séchage extrêmement rapide observé pour ce mortier et de l'arrêt brutal de l'hydratation de la matrice cimentaire qui en découle (section 2.3). Le développement du lien entre le mortier et le support n'est donc vraisemblablement lié au développement de la matrice cimentaire lors de l'hydratation. Ce résultat renvoie aux interrogations formulé quant au développement des propriétés mécaniques de nos matériaux en présence ou en l'absence de séchage.

La différence de comportement entre surface sciée et sablée est probablement liée à la présence ou non d'anfractuosité (section 4.3.1.2) Dans le cas de la surface sablée la présence de celle-ci limite la propagation de la fissuration et ainsi une décohéation avec le support lors du retrait restreint. Pour la surface sciée, les mêmes mécanismes sont en cours lors du séchage mais l'absence d'anfractuosité conduit à la perte d'adhérence.

Dans le cas des mortiers décoffrés à 3 et 7 jours, on remarque pour les essais pull off une diminution du lien entre les deux matériaux avec le séchage ($\Delta\sigma < 0$). Dans le cas des essais bi-surface, des tendances similaires sont observables, malgré un effet moins notable du séchage dans le cas des surfaces sablées lors d'un décoffrage à 3 jours. Pour ces types de conditionnement, l'adhésion optimum est quasiment atteinte au moment du décoffrage. Le séchage, parce qu'il engendre une fissuration, a un effet néfaste sur le lien entre mortier et support. On ne note néanmoins aucune corrélation nette entre l'ouverture de fissure mesurée par DIC (Figure 164) et la perte d'adhérence due au séchage (Figure 163), et ce, sans doute en raison de la forte variabilité des résultats pour ces deux types d'essai.

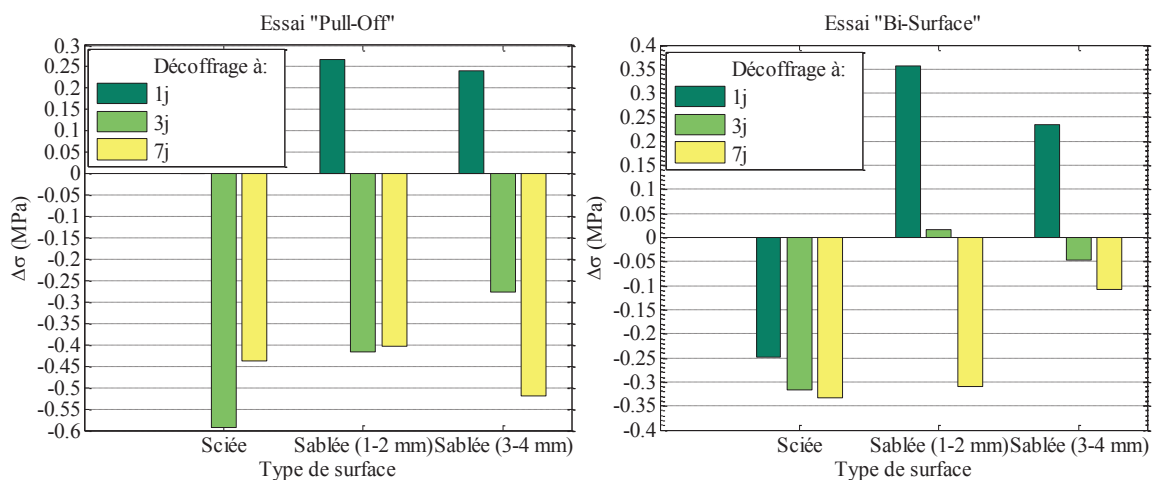


Figure 163 Différence entre adhérence à 30 jours et adhésion mesurées au décoffrage

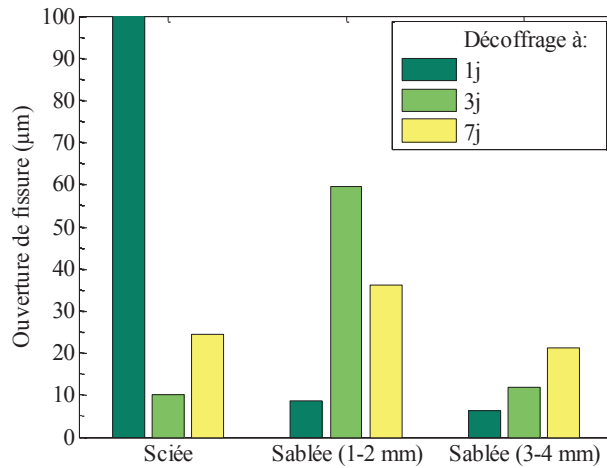


Figure 164 Ouverture des fissures inter-faciales (médiane) mesurées par DIC au terme des essais de retrait restreint à environ 7 jours

5.2.2. Impact du mode de mise en œuvre sur l'adhésion et l'adhérence

A l'instar de la section 4.3.2.2, il s'agit ici de déterminer l'impact du mode de mise en œuvre de la couche de mortier sur l'adhésion et de l'adhérence avec un support. Pour cela, les résultats obtenus pour un mortier EC0,11% coulé verticalement (cf. Figure 115) sur une surface sablée (1-2mm) sont comparés à ceux obtenus pour le même système mortier/support mais pour lequel le mortier est coulé horizontalement et taloché (cf. Figure 136). Les essais pull-off et bi-surface sont réalisés sur des systèmes conservés 1 jour en conditions endogènes (essais d'adhésion) et sur des systèmes ayant été protégés de la dessiccation durant 1 jour puis placés dans une salle contrôlée en humidité et température (H.R.=60%, 23°C) durant 29 jours (essais d'adhérence).

La Figure 165 rapporte les résultats de ces essais. Au vue de la variabilité des mesures, on peut estimer que le mode de mise en œuvre influe peu sur l'adhésion et par conséquent sur l'adhérence de nos systèmes, à l'instar des mesures d'ouverture de fissures (cf. section 4.3.2.2). Ce résultat n'est cependant valable que pour le type de mortier employé. En effet, celui-ci étant à l'état frais très fluide, son imprégnation du support n'est probablement que peu influencée par le mode d'application. En revanche, dans le cas de mortiers plus visqueux, la surface effective entre les deux matériaux, et en conséquence l'adhésion, risque d'être plus affectée par le type de mise en place.

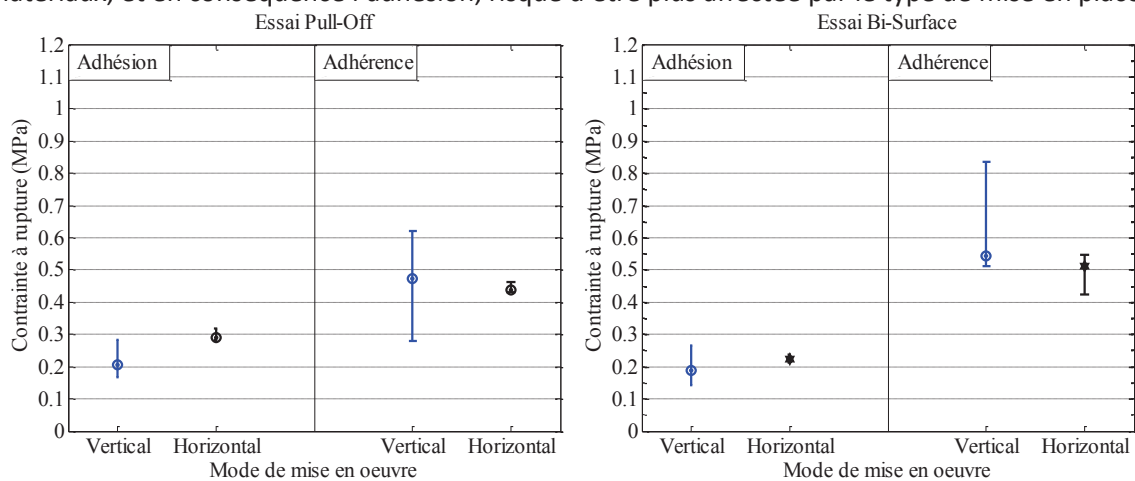


Figure 165 Comparaison des résultats d'adhésion et d'adhérence en fonction du mode de mise en œuvre (mortier EC0,11%)

5.2.3. Impact du dosage en éther de cellulose

Des essais d'adhésion et d'adhérence ont été réalisés sur les mortier ECO,1%, ECO,3% et ECO,4% afin d'identifier l'impact du taux d'éther de cellulose. Les essais de retrait restreint, d'adhésion et d'adhérence nous ont révélé, pour le mortier ECO,11%, des résultats similaires pour des profondeurs de sablage de 1-2mm et 3-4mm. En conséquence, nous avons choisi d'étudier seulement deux types de texture pour chaque composition : une surface sciée et une surface sablée (1-2mm).

5.2.3.1. Détermination de l'adhésion

Le protocole expérimental est identique à celui présenté à la section 5.2.1.1.1. En raison du manque de bloc de béton, les essais d'adhésion n'ont été menés que sur les mortiers ECO,4% et ECO,1% ayant été conservés 1 jour en conditions endogènes. Nous n'avons aussi réalisé qu'une maquette par cas d'étude.

Contrairement aux essais réalisés sur les mortiers ECO,11%, la rupture lors des essais pull-off s'est produite à l'interface entre le mortier et la colle. Nous n'avons donc pas pu exploiter le résultat de ces essais.

Les résultats fournis par les essais bi-surface sont reportés dans la Figure 166. Dans le cas de la surface sciée, les ruptures ont été toutes adhésives (rupture de l'interface). On note que l'augmentation du dosage en éther semble limiter l'adhésion entre les deux matériaux. Ce résultat est probablement lié à limitation de l'étalement du mortier frais avec l'accroissement du taux d'éther. L'interpénétration des deux matériaux et donc la surface effective est en effet théoriquement plus importante dans le cas du mortier ECO,1%, qui est le plus fluide. Le fait que l'augmentation du dosage en éther de cellulose ralentit la cinétique d'hydratation de la matrice cimentaire peut également expliquer cette diminution de l'adhésion à 1 jour. En effet lors de l'essai, le mortier ECO,1% étant plus hydraté à la même échéance que le mortier ECO,4%, le lien entre celui-ci et le bloc de béton, en particulier l'enchevêtrement, est plus abouti que dans le cas du mortier ECO,4%, ce qui conduit à une adhésion plus importante.

La différence de cinétique d'hydratation entre les mortiers testés explique en outre les différences observé entre les compositions ECO,11% et ECO,1% en présence d'une surface sciée(respectivement absence et présence d'une adhésion effective à 1 jour). La prise du mortier ECO,11% étant plus lente que celle du mortier ECO,1%, les interactions mécaniques avec le support ne sont en conséquence pas effective lors de l'essai à 1 jours contrairement au mortier ECO,1%.

Dans le cas de la surface sablée, l'ensemble des ruptures ont été cohésives (rupture dans le mortier suivant un plan orienté à 45° par rapport à la verticale). Les résultats fournis par le bi-surface indiquent des contraintes à rupture plus faibles pour le mortier ECO,4% que pour le mortier ECO,1%. Ils sont donc la conséquence de la diminution de la résistance en traction avec l'accroissement du taux d'éther décrite au chapitre 3. Le fait que la rupture soit cohésive dans le cas des surfaces sablées révèle cependant que l'adhésion s'accroît avec la complexification de la texture de la surface du support.

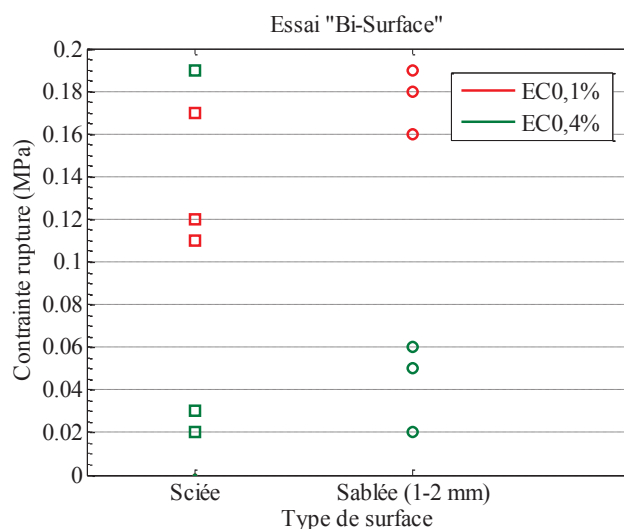


Figure 166 Impact de l'état de surface sur l'adhésion des mortiers EC0,1% et EC0,4% 1 jour après leur mise en œuvre

5.2.3.2. Détermination de l'adhérence

Pour les trois compositions testées (EC0,1%, EC0,3%, EC0,4%), le système mortier/support est protégé de la dessiccation durant 1 jour (23°C), puis placé dans une salle contrôlée en température et humidité (23°C, H.R.=60%) durant 29 jours. La géométrie de séchage des couches de mortier est identique à celle utilisée pour les essais de retrait restreint. La Figure 167 donne l'écart interquartile des contraintes à rupture obtenues pour les deux types d'essais.

- Essai Bi-Surface

Contrairement aux essais d'adhésion réalisés au moyen de cet essai, l'ensemble des ruptures se produisent à l'interface entre les deux matériaux.

Dans le cas des surfaces sciées, un renforcement du lien entre nos mortiers et le substrat est observé suite au décoffrage à 1 jour du système (Tableau 13 – valeurs médianes). Ainsi bien que le séchage des mortiers semble ralentir drastiquement l'hydratation des matériaux, on observe une augmentation du lien entre les deux matériaux. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus pour les mortiers EC0,11% coulés sur des surfaces sablées. Dans le cas des mortier EC0,1% et EC0,4% sur une surface sablée (1-2mm), cette comparaison est plus difficile, les essais d'adhésion n'ayant pas permis de caractériser la résistance du lien entre les deux matériaux (rupture cohésive). Cependant ce résultat met en avant les cinétiques de développement distinct existant entre l'adhérence avec le substrat et la cohésion du mortier. Il est cependant à remarquer que ce phénomène est rarement pris en considération dans les modélisations.

Tableau 13 Evolution du lien entre nos mortier et un bloc de béton sciée au cours du séchage

Conditionnement	Adhésion (MPa)	Adhérence (MPa)
	· endogène: 1j	· endogène: 1j · séchage (H.R. 60%): 29j
EC0,1%	0,12	0,36
EC0,4%	0,03	0,36

On remarque dans le cas de la surface sablée (Figure 167), une diminution de l'adhérence avec l'accroissement du taux d'éther de cellulose. Comme nous l'avons vu au chapitre X, le module

d'élasticité des mortiers est d'autant plus important que le taux d'éther de cellulose est faible. Or comme le montre les simulations numériques réalisées sur cet essai (5.1.3.2.1), à force équivalente, plus le module est élevé, plus la contrainte appliquée à l'interface est importante. En conséquence lors de la rupture, la concentration de contrainte au bords est plus importante dans le cas du mortier ECO,1% que dans le cas des mortiers ECO,3% et ECO,4%. L'exploitation des résultats en effectuant le rapport entre la force à rupture et la section d'essai masque donc ce phénomène et tend à sous-estimer l'augmentation de la résistance d'adhérence avec la diminution du taux d'éther de cellulose.

Deux facteurs expliquent la diminution de l'adhérence avec l'accroissement du taux d'éther. D'une part, l'accroissement de l'éther de cellulose diminuant l'étalement du mortier, l'adhésion de celui-ci avec le support est limitée. En outre, comme nous l'avons décrit au chapitre 4, d'un point de vue mésoscopique, la propagation de la rupture se produit au travers de l'interface et dans le mortier entre les interstices du béton. La diminution de la résistance en traction avec l'accroissement du taux d'éther favorise donc la propagation de la fracture au travers de cette pellicule de mortier proche de l'interface.

Dans le cas de la surface sciée, les contraintes à rupture obtenues pour les mortier ECO,3% et ECO,4% sont identiques à celles obtenues pour des surfaces sablées. Pour ces deux compositions, la texture du support ne semble donc pas influencer significativement l'adhérence. A contrario, dans le cas du mortier ECO,1%, on remarque une différence notable du comportement en fonction du type de surface, la contrainte à rupture dans le cas de la surface sciée étant plus faible que dans le cas de la surface sablée.

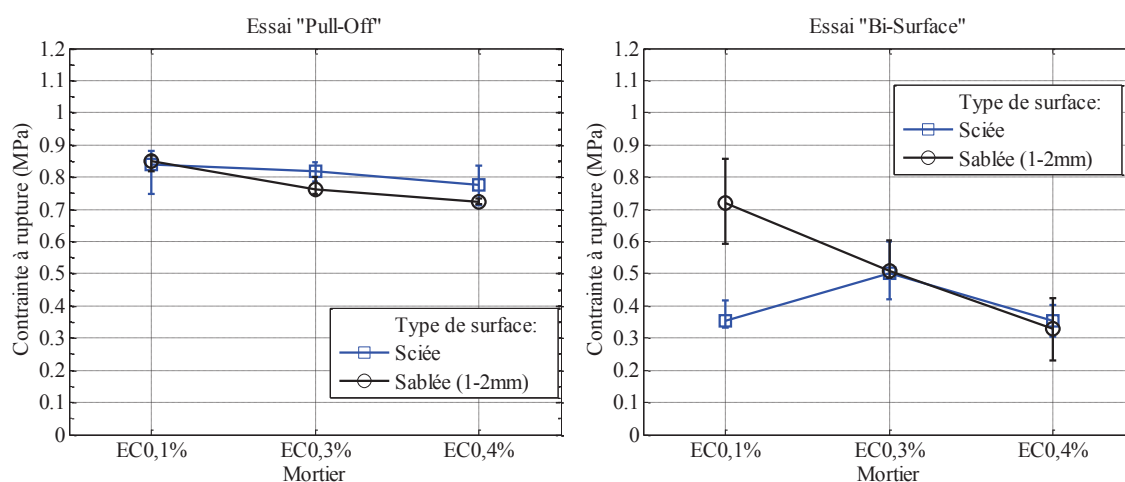


Figure 167 Adhérence à 30 jours en fonction du taux d'éther de cellulose pour une surface sciée et une surface sablée

- Essai Pull-off

Quel que soit le type de support, la contrainte à rupture est d'autant plus faible que le mortier est adjuvanté (Figure 167). L'augmentation du taux d'éther diminuant le module d'élasticité, au vue des simulations numériques, la concentration de contrainte en bordure de l'échantillon est en conséquence d'autant plus faible que le mortier est fortement adjuvanté. Ainsi même si les contraintes à rupture entre les différents mortiers sont relativement faibles, la diminution de l'adhérence avec l'accroissement du taux d'éther est en réalité plus marquée que ce que laisse penser l'exploitation des résultats par le rapport force/section.

La texture de la surface du support ne semble pas influencer notablement ces valeurs. Dans le cas des mortiers ECO,3% et ECO,4%, ces résultats concordent avec ceux obtenus au moyen de l'essai Bi-

surface. Cependant, contrairement à l'essai bi-surface, la majorité des ruptures se produisent dans l'épaisseur de la couche de mortier (Figure 168). Les résultats de cet essai ne traduisent donc pas une diminution de l'adhérence avec le substrat mais la diminution de la résistance en traction du mortier avec l'accroissement du taux d'éther de cellulose précédemment rapporté. En outre, ces essais indiquent que la résistance du lien entre le mortier et le support est supérieure à la cohésion de ces mortiers.

Dans le cas du mortier EC0,1%, la proximité des mesures entre les surfaces sciée et sablée est a priori en désaccord avec le comportement observé lors des essais de Bi-surface. Cependant, contrairement aux surfaces sablées, dans le cas des surfaces sciées, une plus grande proportion de rupture se produit à l'interface (Figure 168). Les essais pull-off révèlent donc pour les mortiers EC0,1%, comme les essais bi-surface, une limitation de l'adhérence avec la diminution de la rugosité du support.

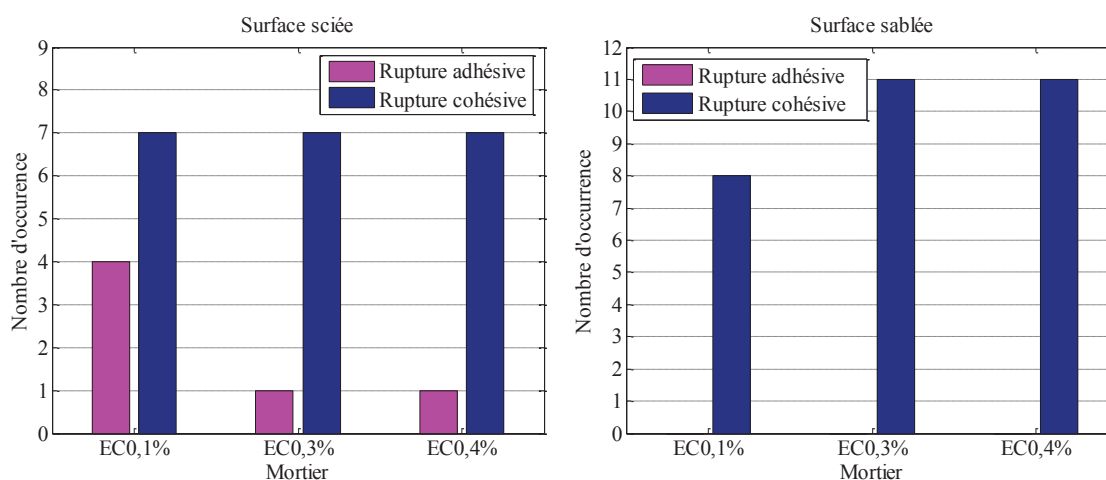


Figure 168 Répartition des types ruptures obtenu lors de l'essai pull off en fonction du dosage en éther et de la texture du substrat

- Discussion

Dans le cas des mortiers EC0,3% et EC0,4%, que cela soit dans le cas de l'essai pull-off ou bi-surface, une diminution de l'adhérence est observable et ce quel que soit la texture du support. Bien que pour ces deux essais les faciès de rupture soit différents (respectivement à l'interface et dans la couche de mortier), ce résultat amène à penser que le même mécanisme est à l'œuvre à savoir une diminution de la résistance de cohésion du mortier avec l'accroissement du taux d'éther.

Contrairement aux autres mortiers, dans le cas du mortier EC0,1%, on observe pour les deux types d'essai un comportement notablement différent lorsque le mortier est coulé sur une surface sablée ou une surface sciée. Un parallèle peut être tenté avec les essais de retrait restreint. En effet, à l'instar des essais d'adhérence, ce a été pour cette composition que a été observé le plus grand décalage (ouverture de fissure interfaciale /densité de fissure en surface) entre surface sciée et sablée. Cette concordance des comportements amènes à s'interroger sur le rôle ayant pu être jouée par la décohesion s'étant produite lors du retrait restreint sur les essais d'adhérence. Cependant au vue de la différence de fissuration également observé pour le mortier EC0,3% entre support sciée et sablée et la proximité des résultats d'adhérence, aucun lien ne peut être clairement établi entre fissuration et adhérence.

5.3. Synthèse

En se basant sur une revue bibliographique des divers essais d'adhérence classiquement utilisés, nous avons fait le choix de deux essais simples (essai pull-off et essai bi-surface) pouvant être réalisés sur les systèmes mortier/support utilisés aussi au chapitre 4. Ces maquettes reproduisant les conditions de séchage et de restriction d'un enduit mince de mortier placé sur un mur de béton, les essais qui ont été adaptés, permettent théoriquement d'étudier l'impact du retrait restreint de dessiccation, et en particulier de la fissuration qui en découle, sur l'adhérence.

Des modélisations, délibérément simples, ont été réalisées afin d'identifier l'état de contraintes appliquées à nos systèmes lors de ces essais. Ces simulations par éléments finis montrent pour les deux essais que la distribution des contraintes de traction et de cisaillement à l'interface est fortement hétérogène. De plus, à chargement équivalent, l'ampleur des contraintes en bordure de l'échantillon est fortement dépendante du module d'élasticité du mortier. Ceci amène à prendre avec précaution la comparaison des forces à la rupture entre deux compositions de mortiers.

Une première série d'essais a été alors menée sur le mortier EC0,11% afin d'évaluer l'évolution de son adhésion avec un béton pour différentes textures de surface. Ces essais confirment d'une part la faible résistance d'adhésion à 1 jour sur une surface sciée contrairement à des surfaces sablées. Cela confirme l'interprétation fournie quant à la décohésion complète de la couche de mortier observée lors des essais de retrait restreint.

En outre, mis à part le cas d'une surface sciée pour un décoffrage à 1 jour, les différences observées à une même échéance entre les diverses surfaces testées sont relativement faibles au vu de la dispersion des résultats. Ces essais montrent également que l'initiation de la résistance du lien entre les deux matériaux est plus précoce que la résistance en traction du mortier mesurée par flexion 3 point sans pour cela conduire à une rupture dans la couche de mortier. Ce résultat amène à s'interroger sur l'impact des possibles échanges hydriques entre la couche de mortier et le support et son impact sur le développement de propriété mécanique du mortier.

Des essais d'adhérence ont également été conduits sur les systèmes mortier/béton précédemment utilisés lors des essais de retrait restreint. Contrairement aux essais d'adhésion, on observe un impact notable du support sur l'adhérence entre les deux matériaux. On en déduit que le retrait restreint de dessiccation, en provoquant une décohésion plus ou moins prononcée en fonction de la tortuosité de l'interface, influe sur la résistance du lien entre les deux matériaux. Cependant, la comparaison entre les résistances d'adhésion et d'adhérence ne permet pas d'identifier une corrélation nette avec l'ampleur des fissurations observées lors du retrait restreint. Cette comparaison montre également que, dans le cas d'un décoffrage précoce (1 jours), si la surface du support est sablée, on observe un renforcement du lien entre le mortier et le substrat lors du séchage. Ce résultat amène une nouvelle fois à s'interroger sur l'influence du couplage hydratation-séchage sur le développement des propriétés mécaniques du mortier.

Des essais d'adhésion et d'adhérence ont été menés sur cette même composition de mortier, afin d'identifier l'impact du mode de mise en œuvre et montrent, que dans le cas d'un mortier très fluide son influence est faible.

La même procédure a été conduite afin d'étudier l'impact du taux d'éther de cellulose sur l'adhésion et l'adhérence des mortiers. Dans le cas de l'adhésion à 1 jour, les résultats sur ces compositions sont plus complexes à analyser car la rupture ne se produit pas, contrairement au mortier EC0,11%, à l'interface. Les différences entre les deux types de compositions provient de la prise plus lente dans le cas du mortier EC0,11%.

Ces essais indiquent que pour une surface sciée l'augmentation du taux d'éther de cellulose diminue la résistance du lien entre les deux matériaux. L'origine de cette diminution est à trouver dans la diminution de l'étalement mais surtout dans la diminution de la résistance de traction avec l'augmentation de la concentration en éther.

Les essais de pull-off et de bi-surface menés afin de caractériser l'adhérence montrent une diminution de la résistance avec l'augmentation de la quantité d'éther. Ce résultat est à relier à l'impact du taux d'éther sur la résistance de cohésion des mortiers. Ainsi, dans le cas de l'essai pull-off, la rupture se produit dans l'épaisseur de la couche de mortier. Les essais bi-surface forcent la rupture à l'interface en concentrant les contraintes de traction et de cisaillement au droit de l'interface, ce qui conduit à des ruptures adhésives. Néanmoins, la diminution de la résistance d'adhérence est également à attribuer à une diminution de la résistance de cohésion du mortier avec l'accroissement du taux d'éther. Ces essais montrent en outre pour les mortiers ECO,3% et ECO,4%, un faible impact de la rugosité sur la résistance d'adhérence. A l'opposé, dans le cas du mortier ECO,1%, une nette diminution de la résistance d'adhérence entre une surface sciée et une surface sablée a été observée, ce qui amène là encore à s'interroger sur le rôle de la fissuration induite par le retrait restreint sur l'adhérence selon l'ampleur de la rugosité de la surface du support.

Conclusion

Les mortiers étudiés dans le cadre du CEReM sont des matériaux de laboratoire dont la finalité est une meilleure compréhension des mortiers industriels modifiés par des polymères utilisés dans des applications telles que les enduits de façade. Dans nos travaux, nous avons cherché à mieux comprendre le retrait et la fissuration par retrait restreint de mortiers modifiés par des éthers de cellulose appliqués sur un support en béton.

Dans un premier temps, nous avons caractérisé les propriétés, afférentes aux phénomènes étudiés, du mortier seul. Dans un second temps, nous nous sommes intéressés au système mortier sur support. Dans les deux cas, des dispositifs expérimentaux originaux ont été utilisés. Certains de ces dispositifs ont été développés pendant nos travaux pour caractériser au mieux les matériaux étudiés. Ces dispositifs ont fait l'objet de validations expérimentales et à l'aide de simulations numériques. Nous nous sommes également attachés à mettre en évidence leurs éventuelles limites.

Nous récapitulons ici les principales conclusions de nos recherches et proposons quelques perspectives.

Caractérisation des mortiers modifiés par des éthers de cellulose

Des essais de caractérisation ont été menés afin d'évaluer l'impact des éthers de cellulose sur l'hydratation et le séchage des mortiers.

- Le suivi de l'hydratation du ciment, par ATG ou calorimétrie adiabatique, confirme les résultats de la littérature, c'est-à-dire un retard de l'initiation de l'hydratation avec l'accroissement du dosage en éther. En revanche, nos résultats expérimentaux révèlent aussi qu'à court terme (à l'âge d'environ 3 jours), le dosage en éther n'a pas d'influence sur le degré d'hydratation. En outre, à long terme, la quantité de Portlandite déterminée par ATG rapportée à la masse de ciment n'est pas affectée par la présence d'éther de cellulose.
- Parce qu'ils augmentent, selon la littérature, la capacité de rétention d'eau des mortiers, les éthers de cellulose auraient pu limiter la captation de l'eau par l'environnement extérieur et ainsi favoriser l'hydratation. Il n'en est rien : l'ajout des éthers favorise un séchage rapide des mortiers. De plus, le suivi de la quantité de Portlandite par ATG révèle un arrêt immédiat de l'hydratation dès que le mortier est soumis à un séchage à une H.R. de 60%.

Pour mieux comprendre les mécanismes influençant le séchage de nos mortiers, nous avons étudié le développement de leur microstructure en fonction de l'hydratation. Ont été mesurées : la porosité accessible à l'eau et l'isotherme d'adsorption de vapeur d'eau.

- Concernant cette dernière propriété, une méthode dynamique a été employée (DVS). Son utilisation étant encore rare dans le cas des matériaux cimentaires, une étude préliminaire a été conduite afin d'évaluer ses limites.
- Nos campagnes expérimentales montrent que les mortiers adjuvantés avec des éthers sont principalement composés de macro-pores, quel que soit le degré d'avancement des réactions d'hydratation ou la quantité d'éther.
- Le dosage en éther de cellulose n'a pas d'influence notable sur la porosité globale du mortier « effectif » (volume de mortier auquel est soustrait le volume d'air entraîné). La vitesse de séchage du mortier semble donc gouvernée par l'accroissement de la quantité d'air occlus avec la quantité d'éther de cellulose. Ces résultats confirment l'hypothèse de Pourchez (Pourchez, et al., 2010) selon laquelle ce type de porosité joue le rôle de court-circuit dans le transfert de l'eau au travers du mortier.

Le retrait libre de dessiccation a été étudié classiquement à l'aide d'un capteur LVDT mais également au moyen d'un dispositif basé sur la corrélation d'images (DIC-2D).

- A l'instar des résultats obtenus par Monge pour des mortiers adjuvantés par des éthers et des latex (Monge, 2007), l'amplitude "ultime" du retrait (au terme du séchage) est d'autant plus élevée que le décoffrage est tardif. Ce résultat est paradoxale car le développement du squelette solide, en accroissant le rigidité du matériau, devrait limiter sa déformabilité.
- Les mesures de retrait montrent également que le retrait de dessiccation augmente avec le dosage en éthers de cellulose. Ce résultat contredit l'interprétation de Lin et Huang (Lin, et al., 2010) qui, sur la base de la diminution de la tension superficielle de l'eau en présence d'éther, supposent que les éthers de cellulose limitent le retrait.
- La comparaison des cinétiques de séchage et de retrait de dessiccation nous amène également à nous interroger sur les mécanismes à l'origine du retrait souvent utilisés dans la littérature. L'exploitation des isothermes d'adsorption nous semble fournir des éléments de compréhension intéressants. Il est probable que l'accroissement de la porosité capillaire de faible dimension induite par l'hydratation ou l'ajout d'éther soit à l'origine des comportements paradoxaux observés.

Le comportement mécanique de nos mortiers a été étudié à partir du jeune âge.

- En raison de la faible résistance mécanique au jeune âge de nos mortiers, l'étude de l'évolution du module d'élasticité de nos matériaux a nécessité le développement d'un essai destructif basé sur la corrélation d'images (DIC-2D). Des études préliminaires ont été conduites afin d'évaluer les performances de notre essai (erreur maximale de l'ordre de 0,5 GPa) et ont permis de valider son utilisation pour nos matériaux.
- Une série d'essais a été menée sur nos mortiers conservés en conditions endogènes. Le développement des propriétés mécaniques de nos mortiers peut être relié à leur cinétique d'hydratation suivant les lois empiriques classiquement utilisées pour les matériaux cimentaires (De Schutter, 1999) (Krauss, et al., 2006). En outre, les mesures de résistance en traction à 30 jours sont similaires avec celles obtenues sur des mortiers équivalents (Monge, 2007) (Nicot, 2008). A contrario, l'emploi par ces auteurs de méthodes ultrasonores tend à surestimer les valeurs du module d'élasticité de ce type de matériau.
- Etant donné l'impact sur la quantité d'air occlus, la diminution des propriétés mécaniques avec le dosage en éther était attendue.
- En revanche, du fait du retard d'hydratation induit par l'augmentation du dosage en éther, il est étonnant d'observer que cette augmentation s'accompagne aussi d'un développement plus rapide de la résistance et du module d'élasticité. En se basant sur les résultats microstructuraux issus des essais d'adsorption, une interprétation de ce phénomène a été proposée.
- L'impact du séchage est également paradoxal. En effet, bien que celui-ci conduise à un arrêt de l'hydratation de nos matériaux, nos essais tendent à montrer qu'il influence peu le développement des propriétés mécaniques. En se basant sur la littérature, diverses hypothèses ont été proposées afin d'expliquer ce phénomène.

Etude du système mortier/support

Afin d'évaluer l'impact du retrait restreint sur la durabilité des systèmes mortier/support, des essais représentatifs de la géométrie et des conditions de séchage d'un enduit mince coulé sur un mur de béton ont été réalisés.

-
- Un dispositif expérimental utilisant la corrélation d'images (DIC-2D) a été développé afin de permettre le suivi de la fissuration induit par le retrait restreint au cours du séchage. Des essais de validation ont révélé que l'ouverture de fissure à l'interface entre les deux matériaux pouvait être un indicateur pertinent du comportement de fissuration de nos mortiers. Des essais comparatifs ont été ensuite conduits afin d'évaluer l'impact sur la fissuration due au retrait restreint des variables suivantes : temps de décoffrage, état de surface du support, dosage en éther.
 - Les essais de retrait restreint indiquent une faible influence de l'état de surface quant à l'initiation de la fissuration à l'interface, mais un rôle prépondérant sur la propagation de la fissure. Cependant, si l'adhésion entre les deux matériaux n'est pas suffisante, le séchage peut conduire à une décohésion complète.
 - La densité de fissuration et l'ouverture de ces fissures sont logiquement dépendantes de l'ampleur du retrait de dessiccation. Néanmoins, la différence de cinétique de fissuration et de retrait tend à prouver le rôle de la relaxation des contraintes par les déformations de fluage.
 - Les essais de retrait restreint indiquent la diminution de la fissuration avec l'accroissement de la quantité d'éther. Ce résultat, bien que précédemment rapporté dans la littérature (Lin, et al., 2010), est inattendu. En effet, l'augmentation du dosage en éther diminue la résistance en traction des mortiers et accentue l'amplitude du retrait de dessiccation. L'augmentation des déformations de fluage avec le dosage en éther fournit une éventuelle explication à ce comportement là encore paradoxal.

Des essais d'arrachement et de cisaillement ont été menés sur des systèmes mortier/support, conservés en conditions endogènes ou soumis à un séchage, afin d'évaluer l'influence de la rugosité du support et de la quantité d'éther, respectivement sur l'adhésion et l'adhérence.

- Les essais d'adhésion montrent que l'initiation de la résistance du lien entre les deux matériaux est plus précoce que la résistance en traction mesurée par flexion 3 points. Ce résultat nous conduit à nous interroger sur l'influence des possibles échanges hydriques entre le mortier et le support sur le développement des propriétés mécaniques du mortier.
- Contrairement à ce qui a été observé pour l'adhésion, l'état de surface du support joue un rôle primordial sur la résistance d'adhérence. Le retrait restreint semble être à l'origine de cette différence de comportement. Cependant, aucune corrélation nette n'a pu être montrée entre fissuration à l'interface et adhérence.
- L'adhésion entre le mortier et un support faiblement rugueux diminue lorsque le dosage en éther augmente. Ce comportement est probablement lié, d'une part, à la diminution de l'étalement des mortiers avec le dosage en éther, d'autre part, à la diminution de la résistance en traction.
- Les essais d'adhérence révèlent également une diminution de l'adhérence avec l'accroissement de la quantité d'éther. La diminution de la résistance en traction avec le dosage en éther semble là aussi être à l'origine de ce phénomène.
- Cependant, l'influence de la rugosité sur l'adhérence est moins prononcée pour les mortiers fortement adjuvés. On peut penser que cela résulte d'une fissuration à l'interface moindre dans le cas des dosages élevés en éther.

Perspectives

Diverses perspectives peuvent être envisagées pour nos travaux. Il nous semble dans un premier temps nécessaire de mener d'autres campagnes expérimentales pour confirmer nos résultats,

notamment sur le comportement du système mortier / support. La relaxation due au fluage est un phénomène qui permettrait d'expliquer en partie nos résultats sur la fissuration due au retrait restreint. Il serait par conséquent intéressant de mesurer ce phénomène en développant un essai de fluage de traction. Enfin, les phénomènes étudiés étant fortement couplés, l'appui de la modélisation numérique serait un appui pertinent pour analyser les tendances observées.

Bibliographie

- Abbasnia R., Godossi P. and Ahmadi J.** Prediction of restrained shrinkage based on restraint factors in patching repair mortar [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2005. - Vol. 35. - pp. 1909 – 1913 .
- Abu-Tair A.I. [et al.]** A new method for evaluating the surface roughness of concrete cut for repair or strengthening [Article] // *Construction and Building Materials*. - 2000. - Vol. 14. - pp. 171-176.
- AFNOR** Mesure de la chaleur d'hydratation des ciments par calorimétrie semi-adiabatique (dite méthode du calorimètre de Langavant) // NF P 15-436. - 1988.
- AFNOR** Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 12 : détermination de l'adhérence des mortiers d'enduit durcis appliqués sur supports // NF EN 1015-12. - 2001.
- AFPC** Compte-rendu des journées techniques afpc-afrem durabilité des bétons. Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité. - 1997. - pp. 121–125.
- Aït-Mokhtar A., Amiri O. and Sammartino S.** Analytic modeling and experimental study of the porosity and the permeability of porous media, application to cement mortars and granitic rocks [Article] // *Magazin of Concrete Research*. - 1999. - Vol. 51. - pp. 391-396.
- Akhter N., Jung C.-H. and Chang H.-S., Kim, K.-S.** Determination of elastic modulus of beam by using electronic spckle pattern interferometry [Article] // *Optics & Laser Technology*. - 2009. - Vol. 41. - pp. 526-529.
- Alarcon-Ruiza L. [et al.]** The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2005. - Vol. 35. - pp. 609–613.
- Al-Gadhib A.H., Rahman M.K. and Baluch M.H.** ACI Material Journal [Article] // Prediction of shrinkage and creep stresses in concrete repair systems. - 1999. - Vol. 96. - pp. 542-551.
- Al-Gadhib A.H., Rahman M.K. and Baluch M.H.** Prediction of shrinkage and creep stresses in concrete repair systems [Article] // *ACI Material Journal*. - 1999. - Vol. 96. - pp. 542-551.
- Amba J. C., Balayssac J. P. and Détriche C. H.** Characterisation of differential shrinkage of bonded mortar overlays subjected to drying [Article] // *Materials and Structures*. - 2010. - Vol. 43. - pp. 297–308 .
- Austin S., Robin P. and Pan Y.** Shear bound testing of concrete repairs [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 1999. - Vol. 29. - pp. 1067-1076.
- Austin S., Robins P. and Pan Y.** Tensile bond testing of concrete repairs [Article] // *Materials and Structures*. - 1995. - 5 : Vol. 28. - pp. 249-259.
- Austin S., Robins P. and Pan Y.** Tensile bond testing of concrete repairs [Article] // *Materials and Structures*. - 1995. - Vol. 28. - pp. 249-259.
- Azenha M. [et al.]** Measurement of concrete E-modulus evolution since casting: A novel method based on ambient vibration [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 40. - pp. 1096-1105.
- Balayssac J.P. [et al.]** Influence of admixtures on the cracking sensitivity of mortar layers applied to a mineral substrate [Article] // *Construction and Building Materials*. - 2011. - Vol. 25. - pp. 2828–2836.
- Banthia N., Yan C. and Mindess S.** Restrained shrinkage cracking in fiber reinforced concrete: a novel technique [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 1996. - Vol. 26. - pp. 9-14.
- Barnett S.J. [et al.]** Strength development of mortars containing ground granulated blast-furnace slag: Effect of curing temperature and determination of apparent activation energies [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2006. - 36. - pp. 434 – 440.
- Baroghel-Bouny V. [et al.]** Characterization and identification of equilibrium and transfer moisture properties for ordinary and high-performance cementitious materials [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 1999. - Vol. 29. - pp. 1225-1238.

-
- Baroghel-Bouny V.** Caractérisation microstructurale et hydrique des pâte de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances // Thèse de doctorat - Ecole Nationale des Ponts et Chaussées . - 1994.
- Baroghel-Bouny V.** Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials Part I : Essential tool for analysis of hygral behaviour and its relation to pore structure [Article] // Cement and Concrete Research. - 2006. - Vol. 37. - pp. 414-437.
- Barrett E.P., Joyner L.G. and Halenda P.P.** The determination of pore volume and area distributions in porous substances. I. Computations from nitrogen isotherms [Article] // Journal of American Chemical Society. - 1951. - Vol. 73. - pp. 485-491.
- Bazant P.Z.** Mathematical Modeling of Creep and Shrinkage of Concrete. - [s.l.] : John Wiley and Sons, 1988.
- Bazant Z.P. and Najjar L.J.** Nonlinear water diffusion in nonsaturated concrete [Article] // Matériaux et Constructions. - 1972. - Vol. 25. - pp. 3-20.
- Bazant Z.P.** Mathematical models for creep and shrinkage in concrete // Creep and shrinkage in concrete structures. - [s.l.] : J. Wiley and Sons, 1982.
- Bazant Z.P.** Thermodynamics of hindered adsorption and its implications for hardened cement paste and concrete [Article] // Cement and Concrete Research. - 1972. - Vol. 2. - pp. 1-16.
- Benboudjema F.** Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitations biaxiales. Application aux enceintes de confinement de bâtiments réacteurs des centrales nucléaires // Thèse de doctorat - Université de Marne la Vallée. - 2002.
- Bergonnier S. [et al.]** Strain heterogeneities and local anisotropy in crimped glass wool [Article] // Journal of materials science. - 2005. - Vol. 40. - pp. 5949–5954.
- Bernard O. and Brihwiler E.** The effect of reinforcement in the new layer on hygral cracking in hybrid structural elements [Article] // Materials and Structures/Matériaux et Constructions. - 2003. - Vol. 36. - pp. 118-126.
- Bernard O. and Brühwiler E.** Influence of autogenous shrinkage on early age behaviour of structural elements consisting of concretes of different ages [Article] // Materials and Structures/Matériaux et Constructions. - 2002. - Vol. 35. - pp. 550-556 .
- Bertrand L., Maximilien S. and Guyonnet R.** Wedge splitting test: a test to measure the polysaccharide influence on the adhesion of mortar on its substrate [Conference] // Proceedings 11th International Congress on Polymer Concrete. - Berlin (Allemagne) : [s.n.], 2004.
- Besnard G., Hild F. and Roux S.** "Finite-element" displacement fields analysis from digital images: Application to Portevin-Le Châtelier bands [Article] // Experimental Mechanics. - 2006. - Vol. 46. - pp. 789-804.
- Betioli A.M. [et al.]** Effect of HMEC on the consolidation of cement pastes: Isothermal calorimetry versus oscillatory rheometry [Article] // Cement and Concrete Research. - 2009. - Vol. 39. - pp. 440–445.
- Beushausen H. and Alexander M. G.** Localised strain and stress in bonded concrete overlays subjected to differential shrinkage [Article] // Materials and Structures. - 2007. - Vol. 40. - pp. 189–199 .
- Bisschop J.** Evolution of solid behavior [Book]. - [s.l.] : Report of Rilem Technical Committee TC 181 – EAS Early age shrinkage induced stresses and cracking in cementitious systems, 2003.
- Bissonette B.** Le fluage entrainement: un aspect important de la problématique des réparations minces en béton // Thèse de doctorat - Université Laval (Québec). - 1996.

-
- Bissonnette B and Pigeon M.** Tensile creep at early ages of ordinary silica fume and fiber reinforced concretes [Article] // Cement and Concrete Research. - 1995. - Vol. 25. - pp. 1075-1085.
- Bissonnette B., Pierre P. and Pigeon M.** Influence of key parameters on drying shrinkage of cementitious materials [Article] // Cement and Concrete Research. - 1999. - Vol. 29. - pp. 1655-1662.
- Bloom R. and Bentur A.** Free and restrained shrinkage of normal and high-strength concretes [Article] // ACI Materials Journals. - 1995. - Vol. 92. - pp. 211–217.
- Bodvik R. [et al.]** Aggregation and network formation of aqueous methylcellulose and hydroxypropylmethylcellulose solutions [Article] // Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. - 2010. - Vol. 354. - pp. 162–171.
- Boulay C. and Colson A.** A concrete extensometer eliminating the influence of transverse strains on the measurement of longitudinal strains [Article] // Material Structure. - 1981. - Vol. 14. - pp. 35–38.
- Boumiz A., Vernet C. and Cohen Tenoudji F.** Mechanical properties of cement pastes and mortars at the early ages [Article] // Advanced Cement Based Material. - 1996. - Vol. 3. - pp. 94-106.
- Briffaut M.** Étude de la fissuration au jeune âge des structures massives en béton: influence de la vitesse de refroidissement, des reprises de bétonnage et des armatures [Article] // Thèse de doctorat - ENS Cachan . - 2010.
- Briffaut M., Benboudjema F. and Torrenti J.M.** Numerical simulations of the QAB and Langavant semi-adiabatic tests: Analysis and comparison with an experimental measurement campaign [Article] // Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées. - 2010. - 278.
- Brocken H.J.P. [et al.]** Water extraction out of mortar during brick laying: NMR study [Article] // Material and structures. - 1998. - Vol. 31. - pp. 49-57.
- Brunauer S., Emmett P.H. and Teller E.** Adsorption of gases in multimolecular layers [Article] // Journal of American Chemical Society. - 1938. - Vol. 62. - pp. 309-319.
- Burlion N., Bourgeois F. and Shao J.F.** Effects of desiccation on mechanical behaviour of concrete [Article] // Cement and Concrete Composites. - 2005. - Vol. 27. - pp. 367-379.
- Capener J.C.-M.** Properties of modern rendering systems based on mineral binders modified by organic admixtures [Article] // Concrete Repair, Rehabilitation and Retrofitting II. - [s.l.] : Alexander et al (eds), 2009.
- Capener J.C.-M.** Properties of modern rendering systems based on mineral binders modified by organic admixtures - Concrete Repair, Rehabilitation and Retrofitting II [Book]. - [s.l.] : Alexander et al , 2009.
- Carino N.J. and Tank R.C.** Maturity functions for concrete made with various cements and admixtures [Article] // ACI Materials Journal. - 1992. - Vol. 89. - pp. 188–196.
- Carino N.J.** Training: Often the missing link in using NDT methods [Article] // Construction and Building Materials. - 2011. - Vol. Article in press.
- Charalambides P.G. [et al.]** A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces [Article] // Journal of Applied Mechanics. - 1989. - Vol. 56. - pp. 77-82.
- Charron J.P.** Contribution à l'étude du comportement au jeune âge des matériaux cimentaires en condition de déformations libre et gênée // THèse de doctorat - Université Laval. - 2003.
- Chevalier L. [et al.]** Digital image correlation used to analyze the multiaxial behavior of rubber-like materials [Article] // European Journal of Mechanics A/Solids. - 2001. - Vol. 20. - pp. 169-187.
- Chitambira B. [et al.]** The activation energy of stabilised/solidified contaminated soils [Article] // Journal of Hazardous Materials. - 2007. - Vol. 141. - pp. 422–429.
-

-
- Chung D.D.L.** Review Use of polymers for cement-based structural Materials [Article] // Journal of materials science. - 2004. - Vol. 39. - pp. 2973 – 2978.
- Cleland D.J. and Long A.E.** The pull-off test for concrete patch repairs [Article] // Proceedings of the ICE - Structures and Buildings. - 1997. - Vol. 122. - pp. 451-460.
- Colina H. and Acker P.** Drying cracks: kinematics and scale laws [Article] // Material and Structure. - 2000. - Vol. 33. - pp. 101-107.
- Colleparidi M. [et al.]** Effects of shrinkage reducing admixture in shrinkage compensating concrete under non-wet curing conditions [Article] // Cement and Concrete Composites. - 2005. - Vol. 27. - pp. 704-708 .
- Collins F. and Sanjayan J.G.** Effect of pore size distribution on drying shrinkage of alkali-activated slag concrete [Article] // Cement and Concrete Research. - 2000. - Vol. 30. - pp. 1401-1406.
- Collop A.C., Sutanto, M.H. and Airey G.D., Elliott, R.C.** Development of an automatic torque test to measure the shear bond strength between asphalt [Article] // Construction and Buildings Materials. - 2011. - Vol. 25. - pp. 623-629.
- Cornet A. and et Deville J.-P.** Physique et ingénierie des surfaces [Book]. - [s.l.] : EDP Sciences, 1998 . - 2-86883-352-7 .
- Courad L. , Michel, F. , Martin , M.** The evaluation of the surface free energy of liquids and solids in concrete technology [Article] // Construction and buiding Materials. - 2011. - Vol. 25. - pp. 260-266.
- Courard L. and Degeimbre R.** A capillary action test for the investigation of edhesion in repair technology [Article] // Canadian Journal of Civil Engineering. - 2003. - 6 : Vol. 30. - pp. 1101-1110.
- Courard L.** Contribution à l'analyse des paramètres influençant la création de l'interface entre un béton et un système de réparation. Appétence et adhérence : cause et effet d'une liaison. - Université de Liège : Thèse, 1998.
- Cusson D. and Mailvaganarn V.** Durability of repair materials [Article] // Concrete International: Design and Construction. - 1996. - Vol. 18. - pp. 34-38.
- D'Aloia L. and Chanvillard G.** Determining the "apparent" activation energy of concrete Ea-numerical simulation of the heat of hydration of cement [Article] // Cement and Concrete Research. - 2002. - Vol. 32. - pp. 1277-1289.
- De Belie N., Kratky J. and Van Vlierberghe S.** Influence of pozzolans and slag on microstructure of partially carbonated cement paste by means of water vapour and nitrogen sorption experiments and BET calculations [Article] // Cement and Concrete Research. - 2010. - pp. 1723-1733.
- De Gasparo A. [et al.]** Quantitative distribution patterns of additives in self-leveling flooring compounds (underlayments) as function of application, formulation and climatic conditions [Article] // Cement and Concrete Research. - 2009. - Vol. 39. - pp. 313–323.
- De Schutter G. and Taerwe L.** Degree of hydration-based description of mechanical properties of early age concrete [Article] // Materials and Structures. - 1996. - Vol. 29. - pp. 335-344.
- De Schutter G. and Taerwe L.** General hydration model for portland cement and blast furnace slag cement [Article] // Cement and Concrete Research. - 1995. - Vol. 25. - pp. 593-604.
- De Schutter G.** Degree of hydration based Kelvin model for the basic creep of early age concrete [Article] // Materials and Structures. - 1999. - Vol. 32. - pp. 260–265.
- De Schutter G.** Finite element simulation of thermal cracking in massive hardening concrete elements using degree of hydration based material laws [Article] // Computers and Structures. - 2002. - Vol. 80. - pp. 2035-2042.

-
- Deelman J. C.** Textural analysis of concrete by means of surface roughness measurements [Article] // *Materials and Structures*. - 1984. - 5 : Vol. 17. - pp. 359-367.
- Détriché C.H.** Contribution à l'étude du comportement des couches minces de mortiers de liants hydrauliques, application aux enduits // Thèse de doctorat - Toulouse. - 1983.
- Dias J.L.M.** Cracking due to shear in masonry mortar joints and around the interface between masonry walls and reinforced concrete beams [Article] // *Construction and Building Materials*. - 2007. - Vol. 21. - pp. 446-457.
- Dolch W.L.** Air-entraining admixtures, *Concrete admixtures handbook*, 2nd Edition [Book]. - [s.l.] : William Andrews Publishing, Norwich, NY, USA., 1996.
- Emmons P. H. and Vaysburd A.M.** Factors affecting the durability of concrete repair : the contractor's viewpoint [Article] // *Construction and Building Materials*. - 1994. - Vol. 8. - pp. 5-16.
- Emmons P.H. and Vaysburd A.** Factors affecting the durability of concrete repair: the contractor's viewpoint [Article] // *Construction Buildings Materials*. - 1994. - Vol. 8. - pp. 5-16.
- Emmons P.H. and Vaysburd, A.M.** Factors affecting the durability of concrete repair: the contractor's viewpoint [Article] // *Construction and Building Materials*. - 1994. - 1 : Vol. 8.
- Espeche A.D. and León J.** Estimation of bond strength envelopes for old-to-new concrete interfaces based on a cylinder splitting test [Article] // *Construction and Building Materials*. - 2011. - Vol. 25. - pp. 1222–1235.
- Fonseca P.C. and Jennings H.M.** The effect of drying on early-age morphology of C-S-H as observed in environmental SEM [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 40. - pp. 1673-1680.
- Ford J.** Thermal analysis of hydroxymethylcellulose and methyl cellulose: powders, gel and matrix tablets [Article] // *International Journal of Pharmaceutics*. - 1999. - Vol. 179. - pp. 209-228.
- Gagné R. [et al.]** Measurement and modeling of gas transfer in cracked mortars // *Materials and Structures*. - 2006. - Vol. 39. - pp. 43-52.
- Garbacz A., Courard L. and Katarzyna K.** Characterization of concrete surface roughness and its relation to adhesion in repair systems [Article] // *Materials Characterization*. - 2006. - Vol. 56. - pp. 281–289.
- Garbacz A., Courard L. and Kostana K.** Characterization of concrete surface roughness and its relation to adhesion in repair systems [Article] // *Material Characterization*. - 2006. - Vol. 56. - pp. 281-289.
- Garci Juenger M. C. and Jennings H. M.** Examining the relationship between the microstructure of calcium silicate hydrate and drying shrinkage of cement pastes [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2002. - Vol. 32. - pp. 289-296.
- Garci Juenger M.C. and Jennings H.M.** Examining the relation between the microstructure of calcium silicate hydrate and drying shrinkage of cement pastes [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2002. - Vol. 32. - pp. 289-296.
- Gascon F., Bayon A. and Varardé A.** Measurement of longitudinal vibrations in a slender rod by optical heterodyne interferometry [Article] // *European Journal of mechanics A/Solids*. - 1998. - Vol. 1. - pp. 167-177.
- Gawin D., Pesavento F. and B.A. Schrefler** Modelling creep and shrinkage of concrete by means of effective stresses [Article] // *Materials and Structures*. - 2007. - Vol. 40. - pp. 579–591.
- Gerstig M. and Wadsö L.** A method based on isothermal calorimetry to quantify the influence of moisture on the hydration rate of young cement pastes [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 40. - pp. 867-874.
-

Gonzalez-Pena R. [et al.] Measurement of young's modulus of cementitious materials using an electro-optic holographic technique [Article] // Optics and Laser in Engineering. - 2001. - Vol. 36. - pp. 527-535.

Gopalaratnam V.S. and Shah S.P. Softening response of plain concrete in direct tension [Article] // ACI Journal. - 1985. - 27. - pp. 310-323.

Grabacz A., Gorka M. and Courard L. Effect of concrete surface treatment on adhesion [Article] // Magazine of Concrete Research. - 2005. - 1 : Vol. 57. - pp. 40-60.

Graft-Johnson J.W.S. and Bawa N.S. Effect of mix proportion, water-cement ratio, age and curing conditions on the dynamic modulus of elasticity of concrete [Article] // Building Science. - 1969. - Vol. 3. - pp. 171-177.

Granger L. Comportement différé du béton dans les enceintes de centrales nucléaires - Analyse et modélisation [Article] // Thèse de doctorat - LCPC . - 1996.

Granger L. Comportement différé du béton dans les enceintes de centrales nucléaires. Analyse et modélisation // Thèse de doctorat- Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. - 1996.

Green K.M. [et al.] The effects of lime and admixtures on the water-retaining properties of cement mortars [Article] // Cement and Concrete Research. - 1999. - Vol. 29. - pp. 1743-1747.

Groot C.J.W.P. and Gunneweg J.T.M. The influence of materials characteristics and workmanship on rain penetration in historic fired clay brick masonry [Article] // Heron. - 2010. - 2 : Vol. 55. - pp. 141-154.

Haddadi H. and Belhabib S. Use of rigid-body motion for the investigation and estimation of the measurement errors related to digital image correlation technique [Article] // Optics and Lasers in Engineering. - 2008. - 46. - pp. 185-196.

Hagymassy J.J.R., Brunauer S. and Mikhail R.S.H. Pore structure analysis by water vapour adsorption - t curves for water vapour [Article] // Journal of Colloid and Interface Science. - 1969. - Vol. 29. - pp. 485-491.

Han S.-H. and Kim J.-K. Effect of temperature and age on the relationship between dynamic and static elastic modulus of concrete [Article] // Cement and Concrete Research. - 2004. - Vol. 34. - pp. 1219-1227.

Haouas A. Comportement au jeune âge des matériaux cimentaires - caractérisation et modélisation chimio-hydro-mécanique du retrait // Thèse de doctorat - Ecole Normale Supérieure de Cachan. - 2007.

Haouas A. Comportement au jeune âge des matériaux cimentaires – Caractérisation et modélisation chimio-hydro-mécanique du retrait // Thèse de doctorat - ENS Cachan. - 2007.

Harmuth H. Investigation of the adherence and the fracture behaviour of polymer cement concrete [Article] // Cement and Concrete Research. - 1995. - Vol. 25. - pp. 497-502.

Herve E., Care S. and Seguin J.P. Influence of the porosity gradient in cement paste matrix on the mechanical behavior of mortar [Article] // Cement and Concrete Research. - 2010. - Vol. 40. - pp. 1080-1071.

Hild F. [et al.] Displacement measurement technique for beam kinematics [Article] // Optics and Lasers in Engineering. - 2009. - Vol. 47. - pp. 495-503.

Hild F. [et al.] Multi-scale displacement field measurements of compressed mineral wool samples by digital image correlation [Article] // Applied Optics. - 2002. - Vol. 32. - pp. 6815-6828.

Hild F. [et al.] Multi-Scale Displacement Field Measurements of Compressed Mineral Wool Samples by Digital Image Correlation [Article] // Application Optics. - 2002. - Vol. 32. - pp. 6815-6828.

-
- Hild F. and Roux S.** Volume 1: "Full field Measurements and Identification in Solid Mechanics" [Conference]. - Warsaw 2007 : KMM-NoE Network Excellence, 2007. - ISBN 978-83-89687-13-5.
- Hillerborg A., Mod er M. and P. Petersson** Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements [Article] // Cement Concrete Research. - 1976. - Vol. 6. - pp. 773–782.
- Hosseini A.B. and Weiss J.** Assessing residual stress development and stress relaxation in restrained concrete ring specimens [Article] // Cement and Concrete Composites. - 2004. - Vol. 26. - pp. 531–540.
- Huang [et al.]** Optical strain gauge vs. traditional strain gauges for concrete elasticity modulus determination [Article] // Optik. - 2010. - Vol. 121. - pp. 1635–1641 .
- Huon V. [et al.]** Elastic behavior of anisotropic terra cotta ceramics determined by kinematic full-field measurements [Article] // Journal of the European Ceramic Society. - 2007. - Vol. 27. - pp. 2303–2310 .
- Ince C. [et al.]** Analysis of the abstraction of water from freshly mixed jointing mortars in masonry construction [Article] // Materials and Structures. - 2010. - Vol. 43. - pp. 985-992.
- Ishida T., Maekawa K. and Kishi T.** Enhanced modeling of moisture equilibrium and transport in cementitious materials under arbitrary temperature and relative humidity history [Article] // Cement and Concrete Research. - 2007. - pp. 565-578.
- Ismail M. [et al.]** Effect of crack opening on the local diffusion of chloride in cracked mortar // Cement and Concrete Research. - 2008. - Vol. 38. - pp. 1106-1111 .
- Jefferson A.D. and Mills N.R.** Fracture and shear properties of concrete construction joints from core samples [Article] // Materials and Structures/Mat riaux et Constructions. - 1998. - Vol. 31. - pp. 595-601.
- Jenni A. [et al.]** Changes in microstructures and physical properties of polymer-modified mortars during wet storage [Article] // Cement and Concrete Research. - 2006. - Vol. 36. - pp. 79 – 90.
- Jenni A. [et al.]** Influence of polymers on microstructure and adhesive strength of cementitious tile adhesive mortars [Article] // Cement and Concrete Research. - 2009. - Vol. 39. - pp. 313–323.
- Jenni A. [et al.]** Influence of polymers on microstructure and adhesive strength of cementitious tile adhesive mortars [Article] // Cement and Concrete Research. - 2009. - Vol. 39. - pp. 313–323.
- Jennings H.M.** A model for the micro structure of calcium silicate hydrate in cement paste [Article] // Cement and Concrete Research. - 2000. - Vol. 30. - pp. 101-116.
- Jensen O.M. [et al.]** Clinker mineral hydration at reduced relative humidities [Article] // Cement and Concrete Research. - 1999. - Vol. 29. - pp. 1505-1512.
- Jolicoeur C. and Simard M.A.** Chemical Admixture-Cement Interactions: Phenomenology and Physico-chemical Concepts [Article] // Cement and Concrete Composites. - 1998. - Vol. 20. - pp. 87-101.
- Jonasson J.-E.** Datorprogram f r icke-linj ra ber kningar i betong med h nsyn till svinn, krympning och temperatur. - Stockholm : [s.n.], 1977.
- Julio E.N.B.S. [et al.]** Influence of added concrete compressive strength on adhesion to an existing concrete substrate [Article] // Building and Environment. - 2006. - Vol. 41. - pp. 1934–1939 .
- Kada-Benameur H., Wirquin E. and Duthoit B.** Determination of apparent activation energy of concrete by isothermal calorimetry [Article] // Cement and Concrete Research. - 2000. - Vol. 30. - pp. 301–305.

-
- Kanellopoulos A. [et al.]** Mechanical and fracture properties of cement-based bi-materials after thermal cycling [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2009. - . - Vol. 39. - pp. 1087–1094.
- Kanstad T. [et al.]** Mechanical properties of young concrete : part II : Determination of model parameters and test program proposals [Article] // *Materials and Structures*. - 2003. - Vol. 36. - pp. 226–230.
- Kapsabelis S. and Prestidge C.A.** Adsorption of Ethyl(hydroxyethyl)cellulose onto Silica Particules: the role of surface chemistry and temperature [Article] // *journal of colloid and interface science*. - 2000. - Vol. 228. - pp. 297-305.
- Khayat K.H.** Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials – an overview [Article] // *Cement & Concrete Composites*. - 1998. - Vol. 20. - pp. 171-188.
- Kim H. S. and Shin Y. S.** Flexural behavior of reinforced concrete (RC) beams retrofitted with hybrid fiber reinforced polymers (FRPs) under sustaining loads [Article] // *Composite Structures*. - 2011. - Vol. 93. - pp. 802–811.
- Knapen E. and Van Gemert D.** Cement hydration and microstructure formation in the presence of water-soluble polymers [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2009. - Vol. 39. - pp. 6–13.
- Knapen E. and Van Gemert D.** Effect of under water storage on bridge formation by water-soluble polymers in cement mortars [Article] // *Construction and Building Materials*. - 2009. - Vol. 23. - pp. 3420–3425.
- Knapen E.** Microstructure formation in cement mortars modified with water soluble polymers // *Thèse de doctorat - Katholieke universiteit Leuven (Belgique)*. - 2007.
- Knapen E.** Microstructure formation in cement mortars modified with water soluble polymers // *Thèse de doctorat - Katholieke universiteit Leuven*. - 2007.
- Knaus S. and Bauer-Heim B.** Synthesis and properties of anionic cellulose ethers: influence of functional group and molecular weight on flowability of concrete [Article] // *Carbohydrate polymers*. - 2003. - Vol. 53. - pp. 383-394.
- Kobayashi K., Huang C.I. and Lodge T.P.** Thermoreversible gelation of aqueous methylcellulose solutions [Article] // *Macromolecules*. - 1999. - Vol. 32. - pp. 7070–7077.
- Kraai P.P.** Concrete drying shrinkage: facts of fallacies [Article] // *ACI Spec Publ*. - 1982. - Vol. 76. - pp. 25–52.
- Krauss M. and Hariri K.** Determination of initial degree of hydration for improvement of early-age properties of concrete using ultrasonic wave propagation [Article] // *Cement and Concrete Composites*. - 2006. - Vol. 28. - pp. 299-306.
- Kropa A. and Trettin R.** The influence of different drying methods on cement paste microstructures as reflected by gas adsorption: Comparison between freeze-drying (F-drying), D-drying, P-drying and oven drying methods [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2005. - Vol. 36. - pp. 634-649.
- Kutsenko L.I. [et al.]** Properties of aqueous solutions of mixtures of methyl cellulose and hydroxypropyl cellulose [Article] // *Russian journal of Applied Chemistry*. - 2003. - 10 : Vol. 76. - pp. 1674-1678.
- Lachemi M. [et al.]** Performance of new viscosity modifying admixtures in enhancing the rheological properties of cement past [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2004. - Vol. 34. - pp. 185–193.
- Lackner R. and Mang H.A.** Chemoplastic material model for the simulation of early age cracking: From the constitutive law to numerical analyses of massive concrete structures [Article] // *Cement and Concrete Composite*. - 2004. - Vol. 26. - pp. 551-562.
- Lagier F. [et al.]** Numerical strategies for prediction of drying cracks in heterogeneous materials: comparison upon experimental results [Article] // *Eng. Structure*. - 2010.
-

-
- Lam L., Y.L. Wong and Poon C.S.** Degree of hydration and gel/space ratio of high-volume fly ash/cement [Article] // Cement and Concrete Research. - 2000. - Vol. 30. - pp. 747-756.
- Laskowski J.S., Liu Q. and O'Connor C.R.** Current understanding of mechanism of polysaccharide adsorption at the mineral/aqueous solution interface [Article] // International journal of mineral processing. - 2007. - Vol. 84. - pp. 59-68.
- Laurence O.** La fissuration due au retrait restreint dans les réparations minces en béton : apport combiné de l'expérimentation et de la modélisation [Article] // PhD Thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Laval University. - 2001.
- Laurence O.** La fissuration due au retrait restreint dans les réparations minces en béton: apport combiné de l'expérimentation et de la modélisation // Thèse de doctorat - Ecole Nationale des Ponts et Chaussée/ Université de Laval (Québec). - 2001.
- Lee H.K. [et al.]** Ultrasonic in-situ monitoring of setting process of high-performance concrete [Article] // Cement and Concrete Research. - 2004. - Vol. 34. - pp. 631-640.
- Lee H.K. [et al.]** Ultrasonic in-situ monitoring of setting process of high-performance concrete [Article] // Cement and Concrete Research. - 34 (2004). - 2004 : Vol. 34. - pp. 631-640.
- Leplay P. [et al.]** Damage law identification of quasi brittle ceramic from bending test using Digital Image Correlation [Article] // Journal of the European Ceramic Society. - 2010. - Vol. 20. - pp. 2715-2725.
- Lerch W. and Ford C.L.** Long term study of cement performance in concrete: Chapter 3- Chemical and Physical Tests of the cements [Article] // ACI Journal. - 1948. - Vol. 44. - pp. 745-795.
- Li V.C. [et al.]** Repair and retrofit with engineered cementitious composites [Article] // Engineering Fracture Mechanics. - 2000. - Vol. 65. - pp. 317-334.
- Lim Y.M. and Li V.C.** Durable Repair of Aged Infractures Using Trapping Mechanism of Engineered Cementitious Composites [Article] // Cement and Concrete Composites. - 1997. - Vol. 19. - pp. 373-385.
- Lin S.-T. and Huang R.** Effect of viscosity modifying agent on plastic shrinkage cracking of cementitious composites [Article] // Materials and Structures. - 2010. - Vol. 43. - pp. 651-664.
- Lin S.-T., Huang R. and Chang C.-Y.** Effect of water soluble polymers on the early age shrinkage of cementitious composites by using the ring test method [Article] // Materials Chemistry and Physics. - 2010. - Vol. 121. - pp. 440-446.
- Lin T.-S. and Huang R.** Effect of viscosity modifying agent on plastic shrinkage cracking of cementitious composites [Article] // Materials and Structures. - 2010. - Vol. 43. - pp. 651-664.
- Loukili A., Khelidj A. and Richard P.** Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenous shrinkage of ultra-high-strength concrete [Article] // Cement and Concrete Research. - 1999. - Vol. 29. - pp. 577-584.
- Lu Y.B. and Li Q.M.** About the dynamic uniaxial tensile strength of concrete-like materials [Article] // International Journal of Impact Engineering. - 2011. - Vol. 38. - pp. 171-180.
- Maerz H. [et al.]** Concrete Roughness Characterization Using Laser Profilometry for Fiber Reinforced Polymer Sheet Application // Transportation Research Board, 80th Annual Meeting. - Washington, D.C. (U.S.A.) : [s.n.], 2001.
- Mahaboonpachai T. and Matsumoto T.** Investigation of interfacial resistance between concrete and polymer - cement mortar and development of constitutive material model for the interface [Article] // Journal of Applied Mechanics. - 2005. - Vol. 8. - pp. 977-985.

-
- Maia L. [et al.]** Influence of the cementitious paste composition on the E-modulus and heat of hydration evolutions [Article] // Cement and Concrete Research. - 2011. - Vol. Article in press.
- Malatrait M.** Propriétés hydriques du mortier pour enduits de façades en relation avec sa structure poreuse, mise en oeuvre, durabilité // Thèse de Doctorat - Institut national polytechnique de Toulouse . - 1992.
- Mallat A. and Alliche A.** Mechanical investigation of two fiber-reinforced repair mortars and the repaired system [Article] // Construction and Building Materials. - 2011. - Vol. 25. - pp. 1587-1595.
- Malmgren L., Nordlund E. and Rolund S.** Adhesion strength and shrinkage of shotcrete [Article] // Tunnelling and Underground Space Technology. - 2005. - . - 20. - pp. 33–48 .
- Martin L.P. [et al.]** Ultrasonic determination of elastic moduli in cement during hydrostatic loading to 1GPa [Article] // Material Science and Engineering. - 2000. - Vol. A279. - pp. 87-94.
- Martinez y Cabrera J. and Pozzo E.** Experimental control of deformability at short-term loadings in testing large-span prestressed structures [Article] // Materials and Structures. - 1992. - Vol. 25. - pp. 231-238.
- Mazars J.** A description of micro and macroscale damage of concrete structures [Article] // Eng. Fract. Mech.. - 1986. - Vol. 25. - pp. 729-737.
- Medeiros M.H.F. and Helene P., Selmo, S.** Influence of EVA and acrylate polymers on some mechanical properties of cementitious repair mortars [Article] // Construction and Building Materials. - 2009. - Vol. 23. - pp. 2527-2533.
- Messan A.** Contribution à l'étude du comportement au très jeune âge des structures minces en mortier // Thèse de doctorat - Université Montpellier II . - 2006.
- Mills R.** Strength–maturity relationship for concrete which is allowed to dry [Book]. - Haïfa, Israël : Proceedings of the RILEM international symposium on concrete and reinforced concrete in hot concrete, 1960.
- Molez L.** Comportement des réparations structurales en béton: couplage des effets hydriques et mécaniques // Thèse de doctorat - Ecoles Normales Supérieure de Cachan/ Université Laval (Canada). - 2003.
- Momayez A. [et al.]** Cylindrical specimen for measuring shrinkage in repaired concrete members [Article] // Construction and Building Materials. - 2005. - Vol. 19. - pp. 107–116 .
- Momayez A. [et al.]** Cylindrical specimen for measuring shrinkage in repaired concrete members [Article] // Construction and Building Materials. - 2005. - Vol. 19. - pp. 107–116.
- Monge J.** Fissuration des mortiers en couches minces- Effets de l'hydratation, du séchage et de la carbonatation // Thèse de doctorat - ENS Cachan. - 2007.
- Mounanga P. [et al.]** Autogenous deformations of cement pastes: Part I. Temperature effects at early age and micro–macro correlations [Article] // Cement and Concrete Research. - 2006. - . - Vol. 36. - pp. 110– 122.
- Mounanga P.** Étude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques // Thèse - Université de Nantes. - 2003.
- Moyamez A. [et al.]** Comparison of methods for evaluating bond strength between concrete substrate and repair materials [Article] // Cement and Concrete Research. - 2005. - Vol. 35. - pp. 748-757.
- Mubarekyan E. and Santore M.M.** Adsorption and exchange dynamics in aging hydroxyethylcellulose layers on silica [Article] // Journal of Colloid and Interface Science. - 2000. - Vol. 227. - pp. 334-344 .
- Mulle M. [et al.]** Embedded FBGs and 3-D DIC for the stress analysis of a structural specimen subjected to bending [Article] // Composite Structures . - 2009. - Vol. 91. - pp. 48–55.

-
- Müller A. and Zilch K.** Examination and evaluation of factors influencing the bond strength between old and new concrete [Conference]. - Quebec City, Canada : 2nd International Symposium on Advances in Concrete through Science and Engineering, 2006.
- Müller A. and Zilch K.** Examination and evaluation of factors influencing the bond strength between old and new concrete [Conference]. - Quebec (Canada) : 2nd International Symposium on Advances in Concrete through Science and Engineering, 2006.
- Nakae H. Yoshida M., Yokota M.** Effects of roughness pitch of surfaces on their wettability [Article] // Journal of materials science. - 2005. - Vol. 40. - pp. 2287 – 2293.
- Neville A.M.** Properties of concrete [Book]. - Essex, England : Longman Scientific and Technical, 1990. - 3e.
- Nicot P.** Interactions mortier-support : éléments déterminants des performances et de l'adhérence d'un mortier // Thèse de doctorat - Université Toulouse III – Paul Sabatier . - 2008.
- Nicot P.** Interactions mortier-support : éléments déterminants des performances et de l'adhérence d'un mortier // Thèse de doctorat - Université Toulouse III – Paul Sabatier. - 2008.
- Ohama Y.** Adhesion in polymer modified mortars to ordinary cement mortar by different methods [Conference] // ISAP 86 - Adhesion between polymers and concrete. - [s.l.] : H.R. Sasse, Chapman and Hall, 1986. - pp. 719-729.
- Ohama Y.** Polymer-based Admixtures [Article] // Cement and Concrete Composites. - 1998. - Vol. 20. - pp. 189-212.
- Omikrine-Metalssi O.** Etude des couplages hydratation – échanges hydriques – carbonatation dans les mortiers modifiés polymères // Thèse de doctorat - Université de La Rochelle. - 2006.
- Öztürk T. [et al.]** Monitoring the setting and hardening of cement-based materials with ultrasound [Article] // Concrete Science and Engineering. - 1999. - Vol. 1. - pp. 83-91.
- P. Leplay [et al.]** Damage law identification of quasi brittle ceramic from bending test using Digital Image Correlation [Article] // Journal of the European Ceramic Society. - 2010. - Vol. 20. - pp. 2715-2725.
- Pacheco-Torgal F., Castro-Gomes J.P. and Jalali S.** Adhesion characterization of tungsten mine waste geopolymeric binder. Influence of OPC concrete substrate surface treatment [Article] // Construction and Building Materials. - 2008. - Vol. 22. - pp. 154–161 .
- Packham D.E. (ed.)** Handbook of adhesion 2nd ed. [Book]. - [s.l.] : John Wiley, 2005. - 13 978-0-471-80874-9 (HB).
- Paiva H. [et al.]** Effects of a water-retaining agent on the rheological behaviour of a single-coat render mortar [Article] // Cement and Concrete Research. - 2006. - Vol. 36. - pp. 1257–1262.
- Paiva H. [et al.]** Rheology and hardened properties of single-coat render mortars with different types of water retaining agents [Article] // Construction and Building Materials. - 2009. - Vol. 23. - pp. 1141–1146.
- Palacios M. and Puertas F.** Effect of shrinkage-reducing admixtures on the properties of alkali-activated slag mortars and pastes [Article] // Cement and Concrete Research. - 2007. - Vol. 37. - pp. 691-702.
- Pane I. and Hansen W.** Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis [Article] // Cement and Concrete Research. - 2005. - Vol. 35. - pp. 1155-1164.
- Parrott L.J., Killoh D.C. and Patel R.G.** Cement hydration under partially saturated curing conditions [Conference]. - Rio de Janeiro : 8th International Congress on Chemistry of Cement, 1986. - pp. 46-50.

-
- Patel R.G. [et al.]** Influence of curing at different relative humidities upon compound reactions and porosity in Portland cement paste [Article] // *Material and Structure*. - 1988. - Vol. 21. - pp. 192-197.
- Patural L. [et al.]** A pulsed field gradient and NMR imaging investigations of the water retention mechanism by cellulose ethers in mortars [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 40. - pp. 1378–1385.
- Patural L. [et al.]** A pulsed field gradient and NMR imaging investigations of the water retention mechanism by cellulose ethers in mortars [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 40. - pp. 1378–1385.
- Patural L. [et al.]** Cellulose ethers influence on water retention and consistency in cement-based mortars [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 41. - pp. 46-55.
- Patural L.** Mode d'action des éthers de cellulose sur la rétention des mortiers à l'état frais // Thèse de doctorat - Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne. - 2011.
- Perez F.** Contribution à l'étude du comportement mécanique des éléments bicouches sous sollicitations statiques et cycliques // Thèse de doctorat - Université Laval (Canada). - 2005.
- Perez F., Bissonnette B. and Gagne R.** Parameters affecting the debonding risk of bonded overlays used on reinforced concrete slab subjected to flexural loading [Article] // *Materials and Structures*. - 2009. - Vol. 2009. - pp. 645–662.
- Persson B., Nilsson S. and Sundelöf L.-O.** On the characterization principles of some technically important water-soluble nonionic cellulose derivatives. Part II: Surface tension and interaction with a surfactant [Article] // *Carbohydrate polymers*. - 1996. - Vol. 29. - pp. 119-128 .
- Peshard A.** Aspect physico-chimiques de l'interaction ciment-polysaccharides dans les enduits (effets des polysaccharides sur l'hydratation du ciment). - Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne : Thèse, 2003.
- Pinto R.C.A. and Schindler A.K.** Unified modeling of setting and strength development [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 40. - pp. 58–65.
- Poole J. L. [et al.]** Methods for Calculating Activation Energy for Portland Cement [Article] // *ACI Materials Journal*. - 2007. - Vol. 104. - pp. 303-311.
- Pourchez J. [et al.]** Alkaline stability of cellulose ethers and impact of their degradation products on cement hydration [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2006. - 7 : Vol. 36. - pp. 1252–1256.
- Pourchez J. [et al.]** HEC influence on cement hydration measured by conductometry [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2006. - 9 : Vol. 36. - pp. 1777-1780.
- Pourchez J. [et al.]** HPMC and HEMC influence on cement hydration [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2006. - Vol. 36. - pp. 288 – 294.
- Pourchez J. [et al.]** Some aspects of cellulose ethers influence on water transport and porous structure of cement-based materials [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 40. - pp. 242–252.
- Pourchez J. [et al.]** Some aspects of cellulose ethers influence on water transport and porous structure of cement-based materials [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 40. - pp. 242–252.
- Pourchez J. [et al.]** Some aspects of cellulose ethers influence on water transport and porous structure of cement-based materials [Article] // *Cement and Concrete Research*. - 2010. - Vol. 40. - pp. 242–252.
- Pourchez J.** Aspect physico chimiques de l'intercaton des éthers de cellulose avec la matrice cimentaire. - Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne : Thèse, 2006.
-

Pourchez J. Aspect physico chimiques de l'intercaton des éthers de cellulose avec la matrice cimentaire // Thèse de doctorat - Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne. - 2006.

Pourchez J., Grosseau P. and Ruot B. Changes in C3S hydration in the presence of cellulose ethers [Article] // Cement and Concrete Research. - 2010. - Vol. 40. - pp. 179–188.

Pourchez J., Grosseau P. and Ruot B. Current understanding of cellulose ethers impact on the hydration of C3A and C3A-sulphate systems [Article] // Cement and Concrete Research. - 2009. - Vol. 39. - pp. 664–669.

Powers T. C. and Brownyard T. L. Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste [Article] // Journal of the American Concrete Institute. - 1946. - Vol. 18. - pp. 101–132.

Powers T.C. A discussion of cement hydration in relation to the curing of concrete [Article] // Procedure of Highway Research Board. - 1947. - pp. 178-188.

Reinhart H.W. and C.U. Grosse Continuous monitoring of setting and hardening of mortar and concrete [Article] // Construction and Building Material. - 2004. - Vol. 18. - pp. 145-154.

Ribeiro A.B., Gonçalves A. and Carrajola A. Effect of shrinkage reducing admixtures on the pore strutucre properties of mortars [Article] // Materials and Structures. - 2006. - Vol. 39. - pp. 179-187.

Rongbing B. and Jian S. Synthesis and evaluation of shrinkage-reducing admixture for cementitious materials [Article] // Cement and Concrete Research. - 2005. - Vol. 35. - pp. 445-448.

Rosario Veiga M., Velosa A.L. and Magalhaes A.C. Evaluation of mechanical compatibility of renders to apply on old walls based on a restrained shrinkage test [Article] // Materials and Structures. - 2007. - Vol. 40. - pp. 1115–1126.

Rossi P. [et al.] Bending and compressive behaviors of a new cement composite [Article] // Cement and Concrete Research. - 2005. - Vol. 35. - pp. 27–33.

Rouquerol F. [et al.] Texture des matériaux pulvérulents ou poreux [Book]. - [s.l.] : Techniques de l'Ingénieur, Traité Analyse et Caractérisation, 2003 . - Vols. PA, P 1050 .

Rozière E. [et al.] Influence of paste volume on shrinkage cracking and fracture properties of self-compacting concrete [Article] // Cement & Concrete Composites. - 2007. - Vol. 29. - pp. 626–636.

Saliba J. [et al.] Influence of shrinkage-reducing admixture on plastic and long term shrinkage [Article] // Cement and Concrete Composites. - 2011. - Vol. 33. - pp. 209-217.

Sánchez-Arévalo F.M. and Pulos G. Use of digital image correlation to determine the mechanical behavior of materials [Article] // Materials Characterization. - 2008. - Vol. 59. - pp. 1572–1579.

Santos P.M.D., Julio E.N.B.S. and Silva V.D. Correlation between concrete-to-concrete bond strength and the roughness of the substrate surface [Article] // Construction Building Material. - 2007. - Vol. 21. - pp. 1688-1695.

Santos Pedro M.D., Júlio Eduardo N.B.S. and and Silva Vitor D. Correlation between concrete-to-concrete bond strength and the roughness of the substrate surface [Article] // Construction and Building Materials. - 2007. - 8 : Vol. 21. - pp. 1688-1695.

Santos Pedro M.D., Julio Eduardo N.B.S. and Silva Vitor D. Correlation between concrete-to-concrete bond strength and the roughness of the substrate surface [Article] // Construction and Building Materials. - 2007. - Vol. 21. - pp. 1688-1695.

Sarkar N. and Walke L.C. Hydration-dehydration properties of methylcellulose and hydroxypropylmethylcellulose [Article] // Carbohydrare Polymers. - 1995. - Vol. 27. - pp. 177-185.

-
- Saucier F.** La durabilité de l'adhérence des réparations en béton. - Université de Laval, Québec (Canada) : Thèse, 1990.
- Sawyer B. and Reed J. S.** Adsorption of Hydroxypropyl Methyl Cellulose in an Aqueous System Containing Multicomponent Oxide Particles Constance [Article] // Journal of American Ceramic Society. - 2001. - 6 : Vol. 84. - pp. 1241–1249.
- Scherer G.W.** Structure and properties of gels [Article] // Cement and Concrete Research. - 1998. - Vol. 29. - pp. 1149-1157.
- Schindler A.K. and Folliard K.J.** Heat of hydration models for cementitious materials [Article] // ACI Materials Journal. - 2005. - Vol. 102. - pp. 24–33.
- Schindler A.K.** Effect of temperature on hydration of cementitious materials [Article] // ACI Materials Journal. - 2004. - Vol. 101. - pp. 72-81.
- Schmidt R., Wichter V. and Tilgner R.** Young's modulus of moulding compounds measured with a resonance method [Article] // Polymer testing. - 2005. - Vol. 24. - pp. 197-203.
- Schwiete E.H. and Ludwig U.** Crystal structure and properties of cement hydration products (hydrated calcium aluminates and ferrites) [Conference] // Proceeding of the 5th International Symposium on the Chemistry of Cement. - Tokyo : [s.n.], 1968. - Vol. II. - pp. 37-36.
- Sellevoid E. [et al.]** High performance concrete: early volume change and cracking tendency. Proceedings of [Conference] // Thermal Cracking in Concrete at early Age. - [s.l.] : R. Springenschmid, E&FN SPON, 1994. - pp. 243-258.
- Setaram** Setsys Evolution - High modularity Thermal Analyzers DTA,DSC,TGA [Online] // <http://www.setaram.fr>. - Setaram.
- Silferbrand J.** Shear bond strength in repaired concrete structures [Article] // Materials and Structures / Materiaux et Constructions. - 2003. - Vol. 36. - pp. 419-424.
- Silferbrand J. and Paulsson J.** The Swedish experience: better bonding of bridge deck overlays [Article] // Concrete International. - 1998. - 10 : Vol. 20. - pp. 56-61.
- Silferbrand J. and Paulsson J.** Better bonding of bridge deck overlays [Article] // Concrete International. - 1998. - Vol. 20. - pp. 56-61.
- Silferbrand J.** Improving concrete bond in repaired bridge decks [Article] // Concrete International. - 1990. - 9 : Vol. 12. - pp. 61-66.
- Silva D. A. and Monteiro Paulo J.M.** The influence of polymers on the hydration of portland cement phases analyzed by soft X-ray transmission microscopy [Article] // Cement and Concrete Research. - 2006. - Vol. 36. - pp. 1501–1507.
- Silva D.A. [et al.]** Pore size distribution of hydrated cement pastes modified with polymers [Article] // Cement and Concrete Research. - 2001. - Vol. 31. - pp. 1177–1184.
- Singh N.B., Bhattcharjee K.N. and Shukla A.K.** Hydration of portland cements [Article] // Cement and Concrete Research. - 1995. - Vol. 25. - pp. 1023-1030.
- Singh N.K. [et al.]** Effects of hydroxyethyl cellulose and oxalic acid on the properties of cement [Article] // Cement and Concrete Research. - 2003. - Vol. 33. - pp. 1319–1329.
- Snyder K.A. and Bentz D.P.** Suspended hydration and loss of freezable water in cement pastes exposed to 90% relative humidity [Article] // Cement and Concrete Research. - 2004. - Vol. 34. - pp. 2045-2056.
- Soares J.B. and Tang T.** Bimaterial Brazilian specimen for determining interfacial fracture toughness [Article] // Engineering Fracture Mechanics. - 1998. - Vol. 59. - pp. 57-71.
- Springenschmid R., Plannerer M. and Bostvironnois J.-L.** RILEM TC 119-TCE: Avoidance of thermal cracking in concrete at early ages [Article] // Materials and Structures/Matériaux et Constructions. - 1997. - RILEM Technical Committees. - Vol. 30. - pp. 451-464.

-
- Sugo H.O., Page A.W. and Lawrence S.J.** The development of mortar/unit bond [Conference] // Proceedings of the 9th Canadian Masonry Symposium. - Fredericton, New Brunswick (Canada) : [s.n.], 2001.
- Sutton M.A. [et al.]** The effect of out-of-plane motion on 2D and 3D digital image correlation measurements [Article] // Optics and Lasers in Engineering. - 2008. - Vol. 46. - pp. 746–757.
- Tada S. and Wanatabe K.** Dynamic determination of sorption isotherm of cement based materials [Article] // Cement and Concrete Research. - 2005. - Vol. 35. - pp. 2271-2277.
- Talbot C. [et al.]** Influence of surface reparation on long term bonding of shotcrete [Article] // ACI Materials Journal. - 1994. - 6 : Vol. 91. - pp. 560-566.
- Taylor H.F.W.** Modification of the Bogue calculation [Article] // Advanced Cement Research. - 1989. - Vol. 2. - pp. 73–77.
- Thierry M.** Modélisation de la carbonatation atmosphérique des matériaux cimentaires - Prise en compte des effets cinétiques et des modifications microstructurales et hydriques // Thèse de doctorat - Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. - 2005.
- Thomas J.J. and Jennings M.H.** A colloidal interpretation of chemical aging of the C-S-H gel and its effects on the properties of cement paste [Article] // Cement and Concrete Research. - 2006. - Vol. 36. - pp. 30-38.
- Trabelsi A.** Etude numérique et expérimentale des transferts hygrothermiques dans les matériaux poreux de construction // Thèse de doctorat-Université de La Rochelle . - 2010.
- Tung S.-H., Shih M.-H. and Kuo J.-C.** Application of digital image correlation for anisotropic plastic deformation during tension testing [Article] // Optics and Lasers in Engineering. - 2010. - Vol. 48. - pp. 636–641.
- Turatsinze A. and Granju J.-L., Bonnet, S.** Positive synergy between steel-fibres and rubber aggregates: Effect on the resistance of cement-based mortars to shrinkage cracking [Article] // Cement and Concrete Research. - 2006. - Vol. 36. - pp. 1692-1697.
- Valic M.I.** Hydration of cementitious materials by pulse echo USWR Method, apparatus and application examples [Article] // Cement and Concrete Research. - 2000. - Vol. 30. - pp. 1633-164*.
- Voigt T., Sun Z. and Shah S.P.** Comparison of ultrasonic wave reflection and maturity method in evaluating early-age compressive strength of mortar [Article] // Cement and Concrete Composites. - 2006. - Vol. 28. - pp. 307-316.
- Waller V. [et al.]** Using the maturity method in concrete cracking control at early ages [Article] // Cement and Concrete Composites. - 2004. - Vol. 26. - pp. 589-599.
- Waller V.** Relations entre la composition des bétons, exothermie en cours de prise et résistance en compression // Thèse de doctorat - Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. - 1999.
- Walter R. [et al.]** Wedge splitting test for a steel–concrete interface [Article] // Engineering Fracture Mechanics. - 2005. - Vol. 72. - pp. 2565–2583.
- Wang J. and Somasundaran P.** Dasorptoin and conformation of carboxymethyl cellulose at solid-liquid interface using spectroscopic, AFM and allied techniques [Article] // Journal of colloid and interface science. - 2005. - Vol. 291. - pp. 75-83.
- Weyer H.J. [et al.]** Time-resolved monitoring of cement hydration: Influence of cellulose ethers on hydration kinetics [Article] // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. - 2005. - Vol. 238. - pp. 102–106.
- Wu K.-R. [et al.]** Reconstruction and analysis of 3-D profile of fracture surface of concrete [Article] // Cement and Concrete Research. - 2000. - Vol. 30. - pp. 981-987.
- Xi Y. [et al.]** Moisture diffusion in cementitious materials : moisture capacity and diffusivity [Article] // Advanced Cement Based Materials. - 1994. - Vol. 1. - pp. 258-266.

-
- Xiong G. [et al.]** Influence of hydrochloric acid etching on bond strength between concrete substrate and repair materials [Article] // Cement & Concrete Composites. - 2004. - Vol. 26. - pp. 41-45.
- Yaman I.O., Hearn N. and Aktan H.M.** Active and non-active porosity in concrete Part I: Experimental evidence [Article] // Materials and structures. - 2002. - Vol. 35. - pp. 102-109.
- Ye G. [et al.]** Study on the development of the microstructure in cement-based materials by means of numerical simulation and ultrasonic pulse velocity measurement [Article] // Cement and Concrete Composites. - 2004. - Vol. 26. - pp. 491-497.
- Yokoyama K. [et al.]** Shrinkage and cracking of high strength concrete and flowing concrete at early age [Conference]. - [s.l.] : ACI SP-148, American Concrete Institute, 1994.
- Yuasa N.** Sorption isotherm and moisture conductivity of cover concrete [Article] // Cement Science and Technology. - 1998. - Vol. 52. - pp. 1042-1049.
- Yuguchi Y [et al.]** Gelation mechanism of methylhydroxypropylcellulose in aqueous solution // Food Hydrocolloids. - 1995. - Vol. 9. - pp. 173-179.
- Yurtdas I. [et al.]** Influences of water by cement ratio on mechanical properties of mortars submitted to drying [Article] // Cement and Concrete Research. - 2006. - Vol. 36. - pp. 1286-1293.

Annexe

Essai à l'anneau

Ces essais furent conduits afin de pouvoir comparer les résultats d'un essai de retrait restreint courant avec ceux obtenu à l'aide du dispositif de retrait restreint basé sur la corrélation d'image. La Figure 169 présente dispositif expérimental employé lors des essais à l'anneau. L'épaisseur de la couche de mortier (10 mm) étant identique à celle étudiée durant les travaux menés par Monge (Monge, 2007), nous avons réemployé les anneaux laitons de surface lisse qui furent alors utilisé (diamètre externe : 150 mm / épaisseur : 2 mm / $E_{\text{laiton}} : 10 \text{ GPa}$). L'instrumentation de ces anneaux ayant été détérioré, celle-ci a été totalement renouvelée. Ainsi sur chaque anneau, trois jauges d'extensométrie furent collées de manière équidistantes les unes des autres sur sa surface interne. Lors du retrait de dessiccation du mortier, les dimensions de séchage étant identique sur l'ensemble de la circonférence de mortier, la contraction ortho radiale que celui-ci applique à l'anneau métallique est théoriquement identique à une même épaisseur de l'anneau de laiton. La disposition des trois jauges avait donc pour objectif de moyenner les déformations s'appliquant à l'anneau métallique et ainsi limiter artefact de mesure. La précision des jauges est théoriquement de l'ordre de $3\mu\text{m/m}$. En raison du fort rapport E/C de nos mortiers, les expériences préliminaires conduisirent à la décohésion des jauges durant la phase de cure. Afin de pouvoir s'assurer d'un lien inaltérable entre la paroi métallique et les jauges au cours de l'essai, un mastic recouvert d'une feuille d'aluminium a été placé sur ces dernières afin d'assurer l'étanchéité des capteurs. Les mesures des déformations furent réalisées automatiquement par une centrale d'acquisition toutes les dix minutes.

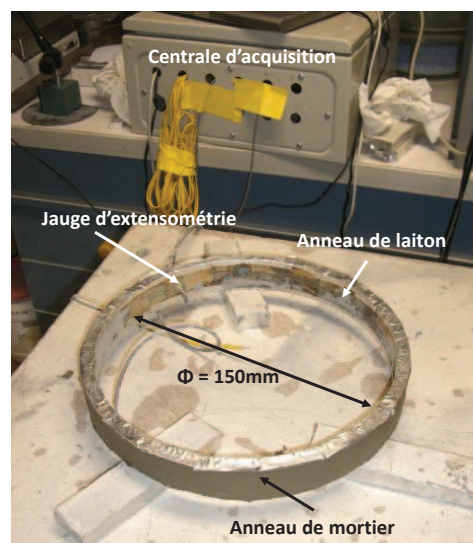


Figure 169 Photographie du dispositif utilisé lors des essais à l'anneau

Configuration 1

A l'instar des essais mené sur les blocs de béton à l'aide de la DIC, l'objectif de ces essais était de tenter découpler l'impact de l'hydratation et du séchage sur la fissuration. Pour ce faire, suite au coulage de l'anneau de mortier, le système est protégé de la dessiccation à l'aide de film de polyane durant 1, 3 ou 7 jours , puis une fois décoffré et placé dans une salle contrôlée en humidité et en température (H.R.=60%,23°C). Les essais réalisés pour les échéances de décoffrage à 1 et 7 jours furent réalisé plusieurs fois afin d'évaluer la reproductibilité du dispositif.

Afin de reproduire la géométrie de séchage d'un enduit de 10 mm coulé sur un mur, et de fait être en accord avec les géométries précédemment employées lors des essais de retrait libre et de retrait restreint, des bandes d'aluminium adhésif furent collées sur les surfaces supérieure et inférieure (cf. Figure 170) sur l'ensemble de la circonférence des deux anneaux (cf. Figure 169). Ces expériences ne furent mené que sur le mortier ECO,11%.

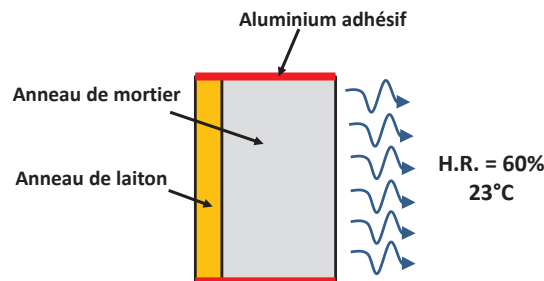


Figure 170 Représentation schématique axisymétrique en coupe de la géométrie de séchage (Configuration 1)

Pour chaque cas d'étude, les déformations de l'anneau métallique mesurées suite au décoffrage de l'anneau de mortier sont reportées dans la Figure 171. Dans la majorité des essais, on remarque quatre phases dans l'évolution des déformations de l'anneau. Une première phase de quelques minutes liées au décoffrage de l'ensemble. Une phase de stabilisation de plusieurs heures qui peut être retrouvé dans certains essais de retrait libre (cf. Figure 64). Il s'en suit un développement progressif d'une contraction induit par le retrait de dessiccation du mortier. La dernière phase correspond à la chute brutale des déformations qui correspond à l'aboutissement d'une fissure dans l'anneau de mortier dans la direction radiale jusqu'à l'interface et à sa propagation entre les deux matériaux conduisant à leur décohésion.

Si l'on retrouve ces différentes phases pour toutes les courbes, on remarque cependant que lorsque l'expérience est renouvelé (décoffrage à 1 et 7 jour), l'amplitude des déformations et l'échéance de fissuration sont relativement différent d'un essai à l'autre. Ainsi dans le cas d'un décoffrage à 7 jours, la décohésion dans le cas de l'essai 2 se produit à 1,3 jour soit environ deux fois plus tôt que celle observé dans l'essai 3 (2,8 jours). Or au vue de cette dispersion, il est devient difficile de pourvoir de dégager une tendance quant à l'impact du temps de décoffrage. En effet lors l'essai 2 réalisé dans le cas d'un décoffrage à 7 jours, l'anneau de mortier se fissure à peu près à une échéance identique à celle observé lors d'un décoffrage à 3 jours. Cette non-répétabilité de l'essai nous a amené à nous interroger sur la géométrie de séchage adoptée lors de l'essai.

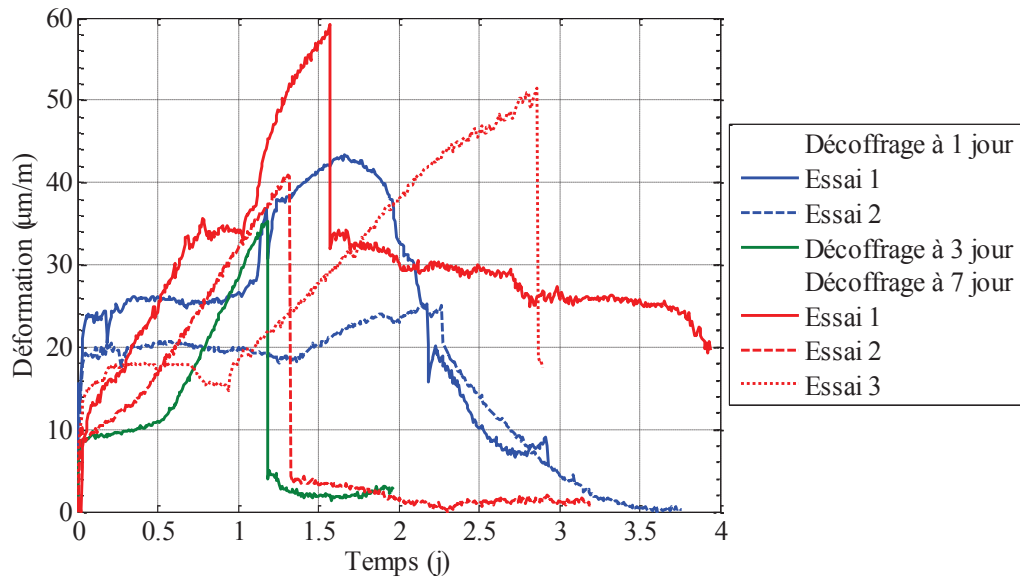


Figure 171 Evolution des déformations ortho radiales de l'anneau métallique induites par le retrait de dessiccation du mortier suite au décoffrage (Configuration 1)

Configuration 2

Dans la configuration 1, le collage d'une bande d'aluminium adhésif sur les surfaces supérieure et inférieure de l'anneau pourrait être une cause de la variabilité des résultats obtenus (possible décohésion en raison de la forte humidité du matériau). Afin d'observer si la mise en œuvre était à mettre en cause, des essais furent menés en conservant, suite au décoffrage, l'ensemble des surfaces de l'anneau de mortier de sécher librement (Figure 172). La géométrie de séchage ainsi adoptée n'est donc plus représentative d'un enduit placé sur un mur. Dans le cadre de ces essais de reproductibilité, le mortier ECO,11% est coulé autour de l'anneau de laiton, conservé durant 3 jours en condition endogène (23°C), puis, suite au décoffrage, placé dans une enceinte contrôlée en température et en humidité (H.R.=60%/ 23°C).

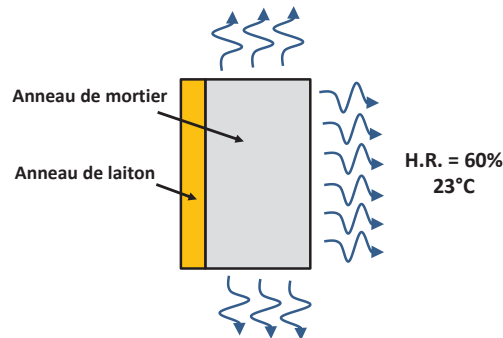


Figure 172 Représentation schématique axisymétrique en coupe de la géométrie de séchage (Configuration 2)

La Figure 173 rapporte l'évolution des déformations de l'anneau métallique. Pour les trois essais, on remarque que le développement de la contraction de l'anneau se réalise suivant une courbe asymptotique. Contrairement à la configuration 1, aucun saut brutal des déformations, traduisant une l'existence d'une fissuration traversante, n'est observée. En outre, des observations par fissuromètre optique nous ont révélé l'absence de microfissuration dans la couche de mortier. Il est en outre à remarquer que dans la configuration 1, la fissuration se produit pour une contraction de l'anneau de laiton du même ordre de grandeur que ceux observés au terme des essais réalisés avec la configuration 2. Ce résultat est étonnant car le séchage étant plus dans rapide dans la

configuration 2 que dans la configuration 1, on pourrait s'attendre à arrêt plus précoce de l'hydratation du mortier et en conséquence des propriétés mécaniques moindre, favorisant théoriquement la fissuration du mortier. Les explications concernant les différences de comportement observé entre les configurations 1 et 2 restent en suspens.

Mise à part le comportement identique à tous les essais, le développement des déformations est relativement disparate entre chaque essai. On retrouve donc les problèmes lié à la reproductibilité de l'essai observé dans la configuration 1. N'ayant pas identifié, les causes de cette variabilité des résultats, l'utilisation de cette essai a été donc abandonné.

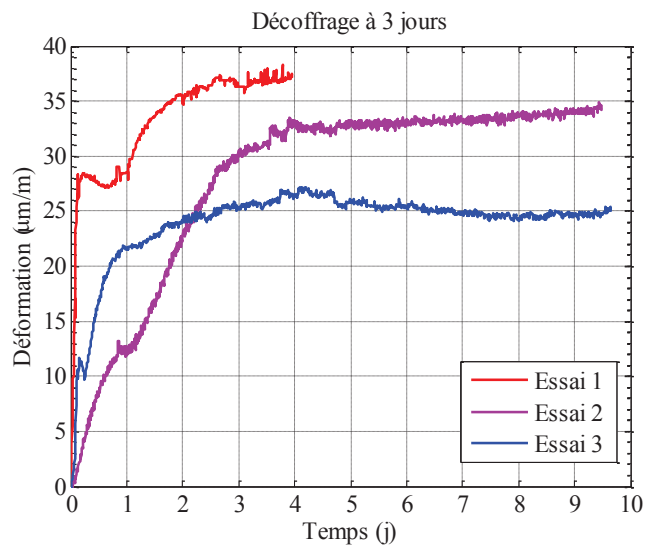


Figure 173 Evolution des déformations ortho radiales de l'anneau métallique induites par le retrait de dessiccation du mortier suite au décoffrage (Configuration 2)