



HAL
open science

Durabilité des réparations des ouvrages d'art en béton

Inès Leana Tchegnina Ngassam

► **To cite this version:**

Inès Leana Tchegnina Ngassam. Durabilité des réparations des ouvrages d'art en béton. Autre. Université Paris-Est, 2013. Français. NNT : 2013PEST1142 . tel-00981689

HAL Id: tel-00981689

<https://theses.hal.science/tel-00981689>

Submitted on 22 Apr 2014

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.



Thèse présentée pour obtenir le grade de
Docteur de l'Université Paris-Est

Spécialité : Sciences des Matériaux

Par

Inès Leana Tchetgnia Ngassam

Ecole Doctorale : SCIENCES, INGÉNIERIE ET ENVIRONNEMENT

***Durabilité des réparations des ouvrages d'art en
béton***

Soutenue le 30 septembre 2013 devant le jury composé de :

Geneviève Foray	<i>Université Claude Bernard, Lyon</i>	<i>Rapporteur</i>
Elhem Ghorbel	<i>Université de Cergy-Pontoise</i>	<i>Rapporteur</i>
Anaclet Turatsinze	<i>Université de Toulouse III</i>	<i>Président du jury</i>
Sandrine Marceau	<i>IFSTTAR</i>	<i>Examineur</i>
Thierry Chaussadent	<i>IFSTTAR</i>	<i>Directeur de thèse</i>

Remerciements

Je tiens à remercier tout d'abord Mr Loïc Divet, directeur du département CPDM de l'ex-LCPC, devenu IFSTTAR de m'avoir permis d'effectuer ma thèse dans son équipe. Je souhaite aussi remercier ma conseillère d'études, Dr Sandrine Marceau et mon directeur de thèse Dr Thierry Chaussadent pour leur encadrement, leurs conseils et nos intenses échanges surtout au cours des derniers mois de rédaction.

Je remercie aussi Dr Geneviève Foray de l'INSA de Lyon et Dr Elhem Ghorbel de l'Université de Cergy-Pontoise qui ont accepté d'être rapporteurs dans le jury et Dr Anaclet Turatsinze de l'Université de Toulouse III d'avoir accepté de présider le jury au cours de ma soutenance. Merci d'avoir accepté d'être membres du jury de ma soutenance.

Je tiens aussi à remercier énormément toutes les personnes qui ont contribué à l'acheminement de ce travail ; je pense

- Aux collègues du groupe CPDM : Florent Lespinasse qui m'a formée à la fabrication des mortiers, Franck Ladouceur, Nicolas Barberis, Bruno Zetoun, Arnaud Plantet, Gérard Platret et Stéphane Lavaud pour les analyses chimiques réalisées, Nadia Dominique pour les essais d'électrochimie, Fabienne Farcas et Dinarzed Diafi pour la spectroscopie UV et à Céline Besse toujours prête dans les démarches administratives.

- Je voulais aussi remercier au département MAST Jean François Bouteloup pour son aide pendant mes campagnes d'essai.

- J'ai aussi eu l'occasion de collaborer avec des équipes CETE Ile-de-France et je tiens les en remercier : Anne-Charlotte Gasser, Casimir Phipps, Damien Suray Faure et Kahlil sur le site du Bourget et Amor Ben Fraj et Frédéric Boinski à Sourdun.

Je tiens ainsi à remercier chaque personne que j'ai rencontrée ; les personnes que j'ai eu à côtoyer, et toutes celles qui m'ont encouragées et soutenues. Je pense à mes collègues de l'IFSTTAR, pour la bonne ambiance Nouredine, Clément, Manuela, Arnaud, Cyril, Mohammad Jeremy et, Romain.

Je pense aussi à toutes ces personnes que j'ai connu au cours de ces trois dernières années et qui sont aujourd'hui mes amis ; Patrick, Brunel, Michael, Carole, Simona, Li.

Je ne peux bien sûr pas finir ces remerciements sans penser à ma famille ; à tous mes oncles et tantes, mes cousins et cousines, à mes frères et sœur Mac Will, Pélagie, Joël et notre Maman chérie qui m'a mise cette idée de thèse dans la tête la première.

Je finis enfin par dédier ce travail à mon Papa, parti trop tôt...

Un passage de mon livre préféré (la Bible) qui traduit bien ces trois dernières années :

« Il y a un temps pour tout, un temps pour toute chose sous les cieux:

Un temps pour naître, et un temps pour mourir; un temps pour planter, et un temps pour arracher ce qui a été planté;

Un temps pour tuer, et un temps pour guérir; un temps pour abattre, et un temps pour bâtir;

Un temps pour pleurer, et un temps pour rire; un temps pour se lamenter, et un temps pour danser;

Un temps pour lancer des pierres, et un temps pour ramasser des pierres; un temps pour embrasser, et un temps pour s'éloigner des embrassements;

Un temps pour chercher, et un temps pour perdre; un temps pour garder, et un temps pour jeter;

Un temps pour déchirer, et un temps pour coudre; un temps pour se taire, et un temps pour parler;

Un temps pour aimer, et un temps pour haïr; un temps pour la guerre, et un temps pour la paix. »

Au cours de cette thèse, je crois avoir rencontré la quasi-totalité de ces situations, ce qui a rendu cette expérience enrichissante aussi bien sur le plan professionnel que sur le plan personnel.

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	5
I ETAT DE L'ART	9
I.1 Mortiers modifiés par des polymères	10
I.1.1 Description des constituants principaux	10
I.1.2 Durcissement des mortiers modifiés par des polymères	14
I.1.3 Propriétés à l'état frais	17
I.1.4 Propriétés à l'état durci	19
I.2 Réparation des ouvrages d'art en béton	28
I.2.1 Normes et guides pour la réparation des ouvrages d'art	28
I.2.2 Principales causes de dégradation du béton	31
I.2.3 Conditions pour une réparation durable	34
I.3 Application aux réparations réalisées avec des mortiers modifiés par des polymères	36
I.3.1 Adhérence	36
I.3.2 Création de piles électrochimiques	40
I.4 Conclusion	42
Références bibliographiques	43
II MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	49
II.1 Matériaux	50
II.1.1 Mortiers commerciaux	50
II.1.2 Mortiers formulés en laboratoire	51
II.2 Préparation des mortiers	52
II.3 Caractéristiques chimiques et minéralogiques	53
II.3.1 Analyse chimique élémentaire	54
II.3.2 Diffraction des rayons X	55
II.3.3 Analyses thermiques	55
II.3.4 Microscope électronique à balayage	56
II.3.5 Spectroscopie infrarouge	58
II.4 Caractéristiques physiques et mécaniques	58
II.4.1 Temps de prise	58
II.4.2 Affaissement au mini-cône d'Abrams	59
II.4.3 Retrait	59
II.4.4 Porosité accessible à l'eau	60
II.4.5 Caractéristiques mécaniques	60

II.5	Caractéristiques de durabilité.....	61
II.5.1	Propriétés de transfert.....	61
II.5.2	Caractéristiques électrochimiques	63
II.6	Conclusion.....	66
	Références bibliographiques.....	67
III	CARACTERISATION DES MORTIERS DE REPARATION COMMERCIAUX.....	69
III.1	Présentation générale des produits commerciaux.....	70
III.2	Composition des produits commerciaux.....	72
III.2.1	Identification et quantification du polymère	72
III.2.2	Composition minérale.....	80
III.3	Caractérisation à l'état frais.....	82
III.3.1	Consistance	82
III.3.2	Temps de prise	83
III.4	Propriétés à l'état durci	85
III.4.1	Propriétés mécaniques	85
III.4.2	Porosité accessible à l'eau.....	89
III.4.3	Microstructure.....	90
III.5	Influence de la cure	91
III.5.1	Propriétés mécaniques	92
III.5.2	Porosité accessible à l'eau.....	93
III.6	Conclusion.....	96
	Références bibliographiques.....	97
IV	PROPRIETES INTRINSEQUES DES MORTIERS FORMULES EN LABORATOIRE.	99
IV.1	Formulation des mortiers réalisés en laboratoire	100
IV.1.1	Teneur en sable	100
IV.1.2	Types et teneurs en polymères	100
IV.1.3	Détermination de la quantité d'eau de gâchage	102
IV.1.4	Composition des mortiers formulés en laboratoire.....	105
IV.2	Propriétés des mortiers à l'état frais.....	105
IV.2.1	Aspect rhéologique.....	105
IV.2.2	Temps de début de prise.....	106

IV.3	Propriétés à l'état durci	109
IV.3.1	Influence de la quantité de polymère.....	109
IV.3.2	Influence de la cure	113
IV.3.3	Bilan sur les propriétés des mortiers modifiés à l'état durci.....	117
IV.4	Conclusion.....	119
	Références bibliographiques.....	121
V	ETUDE DES PROPRIETES D'ADHERENCE DES MORTIERS.....	123
V.1	Influence de la formulation sur le retrait des mortiers	125
V.2	Conditions expérimentales du test d'adhérence.....	128
V.2.1	Description de la méthode d'essai.....	129
V.2.2	Paramètres étudiés.....	132
V.2.3	Paramètres caractérisant une bonne adhérence	134
V.2.4	Plan expérimental.....	135
V.3	Influence des polymères et de l'état de surface sur l'adhérence	137
V.3.1	Influence des polymères sur l'adhérence	137
V.3.2	Influence de la rugosité sur l'adhérence.....	141
V.3.3	Influence de la saturation en eau de la surface du support.....	147
V.4	Conclusion.....	151
	Références bibliographiques.....	153
VI	INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT SUR L'ADHERENCE	155
VI.1	Programme expérimental.....	156
VI.2	Impact des conditions environnementales sur l'adhérence	157
VI.2.1	Adhérence après deux mois de conservation.....	157
VI.2.2	Adhérence après trois mois de conservation.....	159
VI.3	Combinaison des effets conditions environnementales et de l'état du support.....	164
VI.3.1	Introduction	164
VI.3.2	Adhérence sur surface plane saturée en eau.....	164
VI.3.3	Sur surface sèche et rugueuse.....	169
VI.4	Conclusion.....	173
	Références bibliographiques.....	175

VII	ETUDE DES PROPRIETES DE DURABILITE DES MORTIERS VIS-A-VIS DU RISQUE DE CORROSION DES ACIERS.....	177
VII.1	Comportement des armatures au contact des mortiers modifiés	179
VII.1.1	Potentiel libre.....	179
VII.1.2	Résistance de polarisation.....	179
VII.1.3	Impédance.....	180
VII.1.4	Polarisation dynamique	182
VII.1.5	Ampérométrie à potentiel constant	183
VII.1.6	Bilan des essais sur le comportement électrochimique des mortiers.....	185
VII.2	Etude des phénomènes de diffusion dans les mortiers modifiés	185
VII.2.1	Diffusion des ions chlorures.....	185
VII.2.2	Carbonatation.....	187
VII.2.3	Bilan des essais de diffusion.....	190
VII.3	Couplages entre le mortier de réparation et un support contaminé.....	191
VII.3.1	Couplage avec une éprouvette chlorurée	191
VII.3.2	Couplage avec une éprouvette carbonatée	192
VII.4	Conclusion.....	193
	Références bibliographiques.....	195
	CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	197
	ANNEXES.....	201
	Annexe 1 : Analyse ICP des produits commerciaux	203
	Annexe 2 : Analyse DRX des produits commerciaux.....	209
	Annexe 3 : Table de la loi de Fisher et Student.....	212
	Annexe 4 : Estimation de la rugosité des supports d'adhérence	213

Introduction générale

Les politiques de développement durable actuelles imposent la rénovation et la valorisation des infrastructures vieillissantes. Actuellement, des ressources considérables sont utilisées pour réhabiliter les structures de bétons endommagées. Le Réseau CON REP NET (CONception REPair NETwork) [ConR 2004] a été créé en 2003 et a réalisé un état des lieux des réparations réalisées sur des ouvrages d'art en Europe. Il a notamment montré que dix ans après la réparation, 70% d'entre elles sont à renouveler (Figure 0-1).

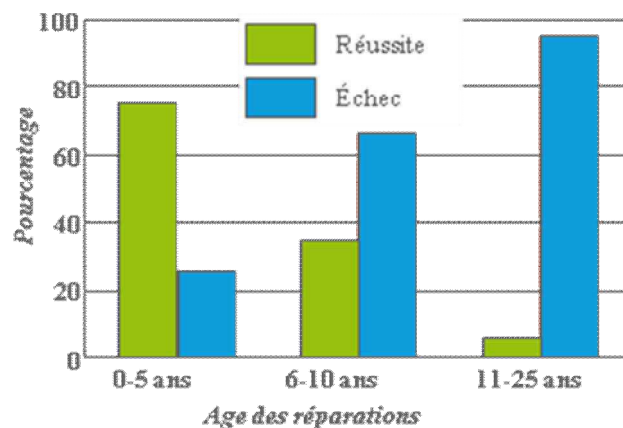


Figure 0-1 : Pourcentage de réussite ou d'échec de la réparation des ouvrages d'art en fonction du temps après la réparation [ConR 2004]

Dans la plupart des cas, les détériorations sont dues à la corrosion des armatures et il est nécessaire de maîtriser ce phénomène et de réaliser des réparations durables en utilisant des produits adaptés à la fois aux caractéristiques de la surface endommagée et à son environnement. Cependant, on observe fréquemment l'échec de ces réparations qui entraînent de nouvelles interventions à court terme et des coûts supplémentaires de restauration et d'interruption de service. La rénovation des ouvrages d'art représente donc un enjeu aussi bien économique qu'écologique en Europe.

Si on s'intéresse aux origines des défaillances des réparations (Figure 0-2), on peut observer qu'elles sont dues majoritairement à la fissuration du mortier de réparation, à la réapparition de la corrosion des armatures ou au décollement du mortier.

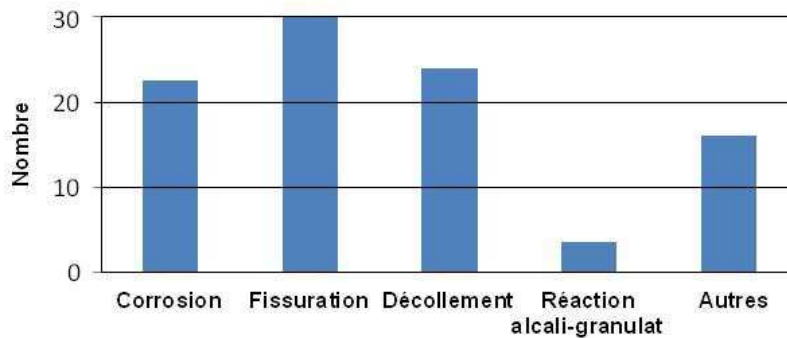


Figure 0-2: Principaux modes de défaillance de la réparation [ConRepNet 2004]

Pour améliorer la qualité de ces réparations, des produits de réparation ont été développés, spécifiquement formulés pour répondre aux attentes des maîtres d'ouvrages. Ils doivent être conformes à la norme européenne NF EN 1504 "Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Définitions, exigences, maîtrise de la qualité et évaluation de la conformité", applicable depuis le 1er janvier 2009. Cette norme définit des principes et méthodes de réparation des structures en béton. Les produits utilisés sont essentiellement des liants hydrauliques utilisés soit purs, soit modifiés par des polymères.

Diverses recherches ont montré leurs performances intrinsèques élevées aussi bien en termes de tenue mécanique (résistance mécanique, force d'adhérence) que de durabilité (porosité, perméabilité, faible diffusion d'agents agressifs...). En revanche, le comportement de ces produits après application ou encore leur impact sur la structure réparée, plus précisément sur les armatures en acier du béton armé, a été très peu abordé, que ce soit à court ou à long terme.

L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre l'influence de la présence de polymère sur la durabilité des réparations des ouvrages en béton. Pour cela, la composition et les propriétés de plusieurs produits de réparation commerciaux ont été analysées. Ces produits étant des systèmes complexes dont la formulation précise ne peut pas être connue, des mortiers modifiés par des polymères plus simples ont été formulés en laboratoire. Deux polymères commerciaux couramment utilisés pour ce type d'application ont été utilisés : du styrène-acrylate (SA) et de l'éthylène-vinyle-acétate (EVA). Deux points principaux ont été étudiés (Figure 0.3) : l'adhérence du produit de réparation au support endommagé et la possibilité de création d'une pile électrochimique entre les deux zones.

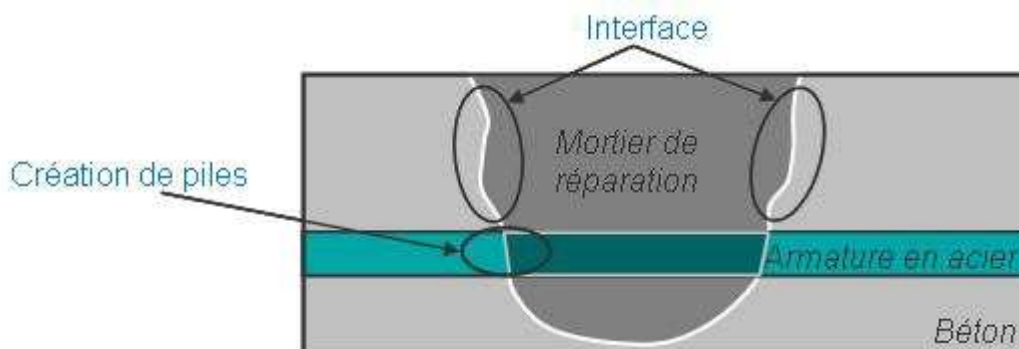


Figure 0-3 : Interface béton – produit de réparation

Pour présenter les résultats obtenus, le manuscrit est composé de sept chapitres :

- Le premier chapitre contient un état de l'art sur les propriétés des mortiers modifiés par des polymères, les techniques de réparation des ouvrages d'art en béton et la description des paramètres pouvant influencer la qualité des réparations réalisées avec des mortiers modifiés.
- Les matériaux étudiés ainsi que les techniques expérimentales utilisées dans le cadre de cette étude sont présentés dans le deuxième chapitre.
- Le chapitre 3 est consacré à l'étude de mortiers commerciaux modifiés par des polymères. On décrira plus particulièrement leur composition, leurs propriétés à l'état frais et durci et l'influence des conditions de cure sur ces propriétés.
- A partir des résultats obtenus dans le chapitre 3, le chapitre 4 présente la méthodologie utilisée pour formuler des mortiers modifiés par deux types de polymère et dont la composition est bien maîtrisée. Dans un deuxième temps, comme pour les mortiers commerciaux, les propriétés de ces mortiers formulés en laboratoire seront décrites à l'état frais et durci en analysant l'influence de la cure.
- Le chapitre 5 présente l'étude de l'influence de la présence de polymère sur l'adhérence des mortiers modifiés à un support dont la rugosité et l'état de saturation en eau varie. Au début de ce chapitre, le retrait des mortiers modifiés est caractérisé et le test de flexion trois points utilisé pour mesurer l'adhérence est présenté et validé.
- Dans le chapitre 6, les résultats du chapitre 5 sont approfondis en étudiant l'influence du temps et des conditions de conservation des éprouvettes sur l'adhérence des mortiers.
- Le chapitre 7 est consacré à l'étude du risque de corrosion des aciers enrobés dans des mortiers modifiés. Pour cela, les propriétés électrochimiques des aciers dans les mortiers de réparation seront caractérisées, ainsi que les propriétés de transfert des mortiers. Enfin, le risque de formation de piles électrochimiques entre la zone réparée et la zone voisine carbonatée ou polluée par des chlorures est évalué.

Enfin, dans la conclusion, nous ferons un bilan des acquis de ce travail et quelques perspectives seront présentées.

I Etat de l'art

Ce chapitre est destiné à présenter les principaux résultats issus de la littérature sur les mortiers modifiés par des polymères et les réparations réalisées avec ce type de matériaux. Il est divisé en trois parties :

- dans un premier temps, les principaux constituants des mortiers seront présentés, ainsi que les mécanismes de durcissement des mortiers et leurs propriétés intrinsèques à l'état frais et durci. On s'intéressera également à l'influence des conditions de cure sur ces propriétés,
- la deuxième partie sera focalisée sur la réparation des ouvrages d'art en béton, en détaillant les normes et guides disponibles pour les maîtres d'ouvrage, les principales causes de dégradations observées sur le terrain et les conditions nécessaires pour garantir la durabilité des réparations effectuées,
- enfin, nous présenterons les résultats obtenus sur la réparation des ouvrages par des mortiers de réparation, en se focalisant sur l'adhérence du produit au support à réparer, ainsi qu'à la possibilité de création de piles électrochimiques entre la partie réparée de l'ouvrage et la partie voisine non-dégradée.

I.1 Mortiers modifiés par des polymères

Les mortiers modifiés par des polymères sont préparés en ajoutant aux composants classiques du mortier (ciment, sable et eau) un polymère sous forme de poudre ou de liquide. Leur composition est essentiellement définie par trois rapports [Ohama 1995] :

- le rapport sable/ciment S/C, généralement compris entre 1:2 et 1:3,
- le rapport polymère/ciment P/C, variant de 5 à 20%
- le rapport eau/ciment E/C, compris entre 0,3 et 0,6 selon la maniabilité désirée.

I.1.1 Description des constituants principaux

I.1.1.1 Le ciment

Le ciment Portland est une poudre minérale qui a la propriété de durcir lorsqu'il est au contact de l'eau : c'est un liant hydraulique.

Composition du ciment

Il est obtenu par broyage du clinker avec environ 5% de sulfate de calcium (gypse), qui permet de réguler la prise du ciment. Le clinker est produit après cuisson à haute température (1450°C) d'un mélange de 20% d'argile et de 80% de calcaire. Pour simplifier l'écriture des différents constituants, on utilise la notation cimentière pour représenter les différentes phases du ciment. La correspondance est résumée dans le Tableau I-1. Les principaux composants du ciment Portland sont présentés dans le Tableau I-2.

Tableau I-1 : Notation cimentière

Constituant	Formule chimique	Notation cimentière
Chaux	CaO	C
Silice	SiO ₂	S
Alumine	Al ₂ O ₃	A
Eau	H ₂ O	H

Tableau I-2 : Principaux composants du ciment Portland

Constituant	Formule chimique	Notation cimentière
Silicate tricalcique (Alite)	3Ca.SiO ₂	C ₃ S
Silicate bicalcique (Bélite)	2Ca.SiO ₂	C ₂ S
Aluminate tricalcique	3CaO.Al ₂ O ₃	C ₃ A
Ferroaluminate tétracalcique	4CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C ₄ AF

Les composants principaux sont les silicates (85% de la masse du ciment, dont 60% pour les C₃S). Les aluminates représentent 15% de la masse du ciment.

Hydratation du ciment

L'hydratation de chacun des types de composés (aluminates et silicates) conduit à des produits identiques avec des cinétiques différentes. Cela explique l'évolution des propriétés mécaniques des ciments à l'échelle macroscopique.

Hydratation des silicates

Il se produit au contact de l'eau une réaction exothermique qui donne lieu à la formation de silicate de calcium hydraté (C-S-H) et d'hydroxyde de calcium (CH) encore appelé portlandite. Les réactions ayant lieu sont les suivantes [1, 2] :



L'hydratation de l'alite est rapide. Elle commence dès les premières heures après le gâchage. C'est donc cette phase qui confère les propriétés mécaniques du ciment au jeune âge.

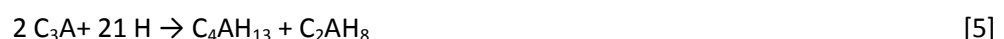
En revanche, l'hydratation des C₂S est beaucoup plus lente. Leur contribution à la résistance mécanique du ciment devient significative à partir d'une semaine.

Hydratation des aluminates

Les particules de C₃A sont très réactives en l'absence de sulfates. C'est pour cette raison que du gypse (CSH₂) est utilisé dans la fabrication du ciment. Ainsi en présence d'eau, les aluminates (C₃A et C₄AF) réagissent avec le gypse pour former du trisulfoaluminate de calcium hydraté, plus simplement appelé ettringite (C₆AS₃H₃₁). La réaction ayant lieu est la suivante [3].

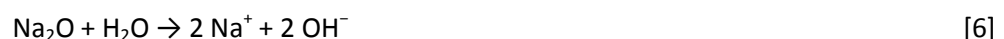


Les aluminates C₃A restant réagissent d'une part avec une partie de l'ettringite pour donner du monosulfoalumininate de calcium [4] et d'autre part avec de l'eau pour donner des aluminates hydratés [5].



Hydratation des alcalins

Par ailleurs, le ciment contient en faible quantité (moins de 1%) des alcalins sous forme d'oxydes qui se dissolvent totalement au contact de l'eau et libèrent des ions hydroxydes [6, 7].



Il s'établit aussi dans le milieu un équilibre entre la portlandite et les ions calcium [8] :



Le béton est donc un milieu très basique. Son pH, dont la valeur est environ 13, est régulé par la concentration des ions hydroxyles et des ions alcalins (Na^+ , K^+ et Ca^{2+}) du milieu.

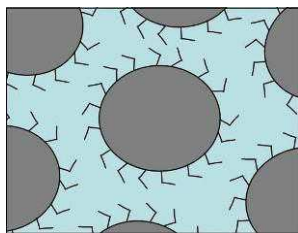
I.1.1.2 Composants organiques : latex ou poudres redispersibles

Présentation

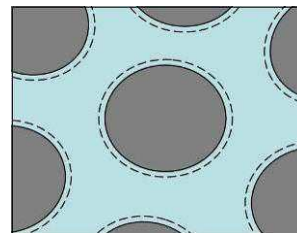
Les mortiers modifiés par des polymères sont obtenus principalement en ajoutant aux composants des mortiers classiques des polymères sous forme de latex ou de poudre redispersible [Goto 2006].

Les latex sont des suspensions colloïdales de polymères stabilisées dans l'eau. Cette stabilisation se fait par l'ajout d'autres polymères hydrophiles, chargés ou non. Sans stabilisation, sous effet du mouvement brownien, les particules ont tendance à s'agréger par floculation.

Pour assurer leur stabilité colloïdale, il est nécessaire d'introduire entre les particules des barrières énergétiques d'origine soit stérique, soit électrostatique (Figure I-1), soit une combinaison des deux.



Stabilisation stérique



Stabilisation électrostatique

Figure I-1 : Schématisation des principaux types de stabilisation des latex

Dans le cas de la stabilisation stérique, des polymères amphiphiles ou des tensioactifs jouent le rôle de barrière contre la floculation. Pour la stabilisation électrostatique, des charges électriques sont introduites à la surface de la particule (groupes sulfates, sulfonates ou carboxyliques le plus souvent).

Ces latex peuvent être séchés par atomisation ou pulvérisation pour obtenir des poudres redispersibles. Dans ce cas, on peut les mélanger à l'avance aux autres composants solides du mortier et obtenir des produits monocomposants secs prêts à l'emploi.

Si le polymère est utilisé sous forme de latex, on parle de mortier bi-composant où on vient gâcher les parties solides minérales par le latex prédosé.

Dans les matériaux pour le génie civil, les latex couramment utilisés sont le styrène-butadiène (SBR), l'ester-polyacrylique (PAE), l'acétate de polyvinyle (PVAc), le poly(styrène-acrylate de n-butyle)

(SA) ou le poly (éthylène-acétate de vinyle) (EVA)... La structure chimique de certains de ces polymères est présentée sur la Figure I-2.

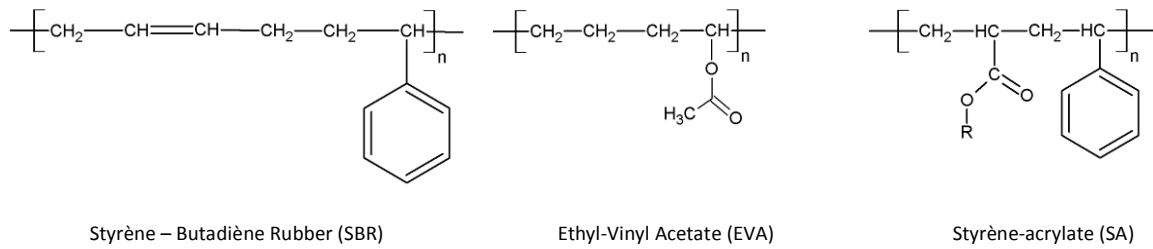


Figure I-2 : Structure chimique de latex couramment utilisés dans les mortiers

Filmification des latex

Une des particularités des particules de latex est qu'ils peuvent former un film continu à partir d'une température donnée appelée température minimale de formation des films (MFFT). A partir de cette température, lors de l'évaporation de l'eau, la concentration du latex augmente et les particules se rapprochent jusqu'à atteindre leur compacité maximale (Figure I-3). Lorsque le système est suffisamment concentré, elles se déforment progressivement et coalescent avec les particules adjacentes pour former un film continu.

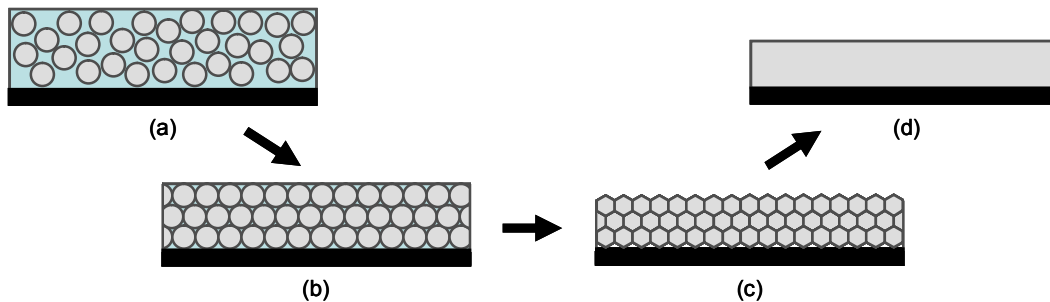


Figure I-3 : Schéma de la filmification d'un latex : (a) évaporation de l'eau, (b) compacité maximale, (c) déformation des particules, (d) formation d'un film continu

Les deux paramètres contrôlant cette filmification sont la température et le temps : elle ne peut avoir lieu que si les particules sont suffisamment déformables. La MFFT est donc proche de la température de transition vitreuse, et les chaînes macromoléculaires ont une mobilité suffisante pour interdiffuser d'une particule à l'autre.

La température de transition vitreuse, T_g , correspond à la température à partir de laquelle les chaînes macromoléculaires deviennent mobiles. Dans le cas des polymères utilisés dans les mortiers, le durcissement des matériaux ayant lieu à température ambiante, les températures de transition vitreuses sont inférieures à la température ambiante (souvent de l'ordre de 0-5°C) pour que les chaînes soient mobiles dans les conditions normales d'utilisation des matériaux.

Propriétés des polymères utilisés dans les mortiers

Pour pouvoir être compatibles avec une utilisation dans les mortiers, les polymères doivent avoir les propriétés suivantes :

- bonne stabilité chimique en présence des ions Ca^{2+} et Al^{3+} libérés pendant l'hydratation du ciment
- faible effet entraîneur d'air
- formation de films continus de polymère à température ambiante et bonne adhésion aux hydrates de ciment et aux granulats.
- bonne résistance à l'eau et aux alcalins
- bonne stabilité thermique pour de grandes variations de température pendant le transport et le stockage.

I.1.1.3 Autres composants

D'autres composants organiques et inorganiques, ajouts et/ou additions, sont présents dans la composition des mortiers de réparation. Ils sont cités dans la norme NF EN 1504-1 [NF EN 1504-1].

I.1.2 Durcissement des mortiers modifiés par des polymères

I.1.2.1 Mécanisme de formation de la microstructure

Plusieurs auteurs ont proposé des modèles d'hydratation du ciment en présence de latex [Ohama 1997, Ohama 1998, Puterman 98]. Ohama propose une structure en réseau dans laquelle les hydrates de ciment et le polymère s'interpénètrent pour former une co-matrice.

Il se produit des réactions chimiques entre les polymères et les ions présents dans la solution interstitielle du ciment et/ou à la surface des grains de ciment en cours d'hydratation pour aboutir à la microstructure durcie.

La formation de ces composites se déroule en plusieurs étapes [Beeldens 2005] (Figure I-4) :

- Lors du gâchage, les particules de polymère et de ciment non hydratées sont dispersées dans l'eau.
- Les particules de ciment s'hydratent progressivement et les particules de latex se déposent partiellement à la surface des grains de ciment anhydres. Cette couche de polymère limite alors l'hydratation du ciment et entraîne un retard de la prise. La phase aqueuse est saturée en hydroxyde de calcium formé pendant l'hydratation. Ce dernier réagit avec la surface de silice des granulats pour former une couche de silicate de calcium.
- Au fur et à mesure de la consommation de l'eau par le ciment, la structure hydratée se développe et le latex est confiné dans les pores capillaires. Les particules de polymères flocculent et forment une couche organique à la surface des particules de ciment non-hydraté et adhèrent à la couche de silicate de calcium sur les granulats. Des réactions ont également lieu entre les groupes réactifs de certains polymères, comme le poly (styrène – acrylate) et les ions calcium Ca^{2+} , l'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et les couches de silicate à la surface des granulats (Figure I-7). Elles augmentent ainsi la cohésion entre les hydrates du ciment et les agrégats, et améliorent les propriétés du matériau durci.

- Enfin, si la température est suffisante, la diminution de la quantité d'eau entraîne la coalescence des particules de latex. Il se forme alors une couche continue de polymère qui lie les hydrates de ciment et forme une structure tridimensionnelle. Cette structure constitue le liant des mortiers modifiés par des polymères. Les granulats enrobés par ce liant forment la microstructure durcie.

Le principe de durcissement du matériau est le même quand on ajoute le polymère sous forme de latex ou de poudre redispersible. Pour ces derniers, la poudre de polymère est à nouveau émulsifiée lors du gâchage et se comporte ensuite de la même manière que les latex.

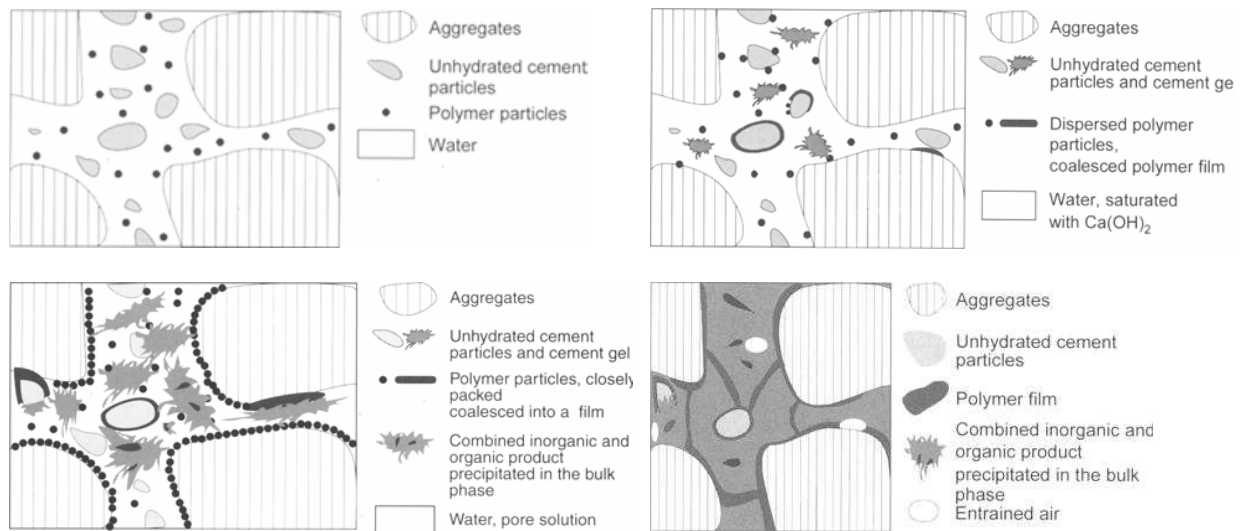


Figure I-4 : Modèle d'Ohama décrivant l'hydratation du ciment en présence de polymère [Beeldens 2005]

I.1.2.2 Interactions ciment – polymère

Lors de la formation de la microstructure, des interactions ont lieu entre les particules de polymère et celles du ciment en cours d'hydratation.

Interactions avec les ions Ca^{2+}

Des réactions de complexation ont lieu entre les polymères contenant des esters polyacryliques et les ions Ca^{2+} de la solution interstitielle. C'est ce qui peut se produire par exemple dans le cas des polymères de type styrène-acrylate. Plusieurs études ont montré la diminution de la concentration en ions Ca^{2+} et l'augmentation de la concentration en ions SO_4^{2-} dans la solution interstitielle de mortiers modifiés par des polymères par rapport à celle de mortiers non-modifiés. Cela montre que les ions Ca^{2+} sont piégés par les polymères et que la précipitation de l'ettringite ne peut pas avoir lieu au début de la prise [Larbi 1990, Ohama 1987]. Ces réactions de complexation peuvent être à l'origine du retard ou de l'accélération de la prise du ciment.

Dans le cas de l'EVA, Betioli *et al.* [Betioli 2009] montrent par des analyses ATG que l'hydrolyse en milieu alcalin de l'EVA produit de l'acide polyvinyle et des ions acétate CH_3COO^- . Ces ions acétate se combinent avec les ions Ca^{2+} issus de la dissolution du ciment et forment de l'acétate de calcium $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. La formation de ce composé est visible en ATG par un nouveau pic à 380°C correspondant à sa dégradation en acétone et en carbonate de calcium. Grâce à ces analyses, leurs auteurs montrent que l'addition de polymère entraîne la diminution de la production de portlandite,

qui commence après 4,5 heures et 6 heures pour respectivement 5 et 10% d'EVA dans les mortiers. Ces résultats sont confirmés par d'autres études, toujours réalisées avec de l'EVA [Silva 2002].

Toujours dans le cas de mortiers modifiés par de l'EVA, Mansur *et al.* [Mansur 2009] montrent que l'hydrolyse du polymère en milieu alcalin entraîne la formation d'un terpolymère selon la réaction présentée sur la Figure I-5. Les groupements silanol OH créés augmentent la polarité et l'hydrophilie du polymère. Ils peuvent interagir avec les groupes silanol Si-OH de la surface des granulats et les ions Ca^{2+} de la solution interstitielle.

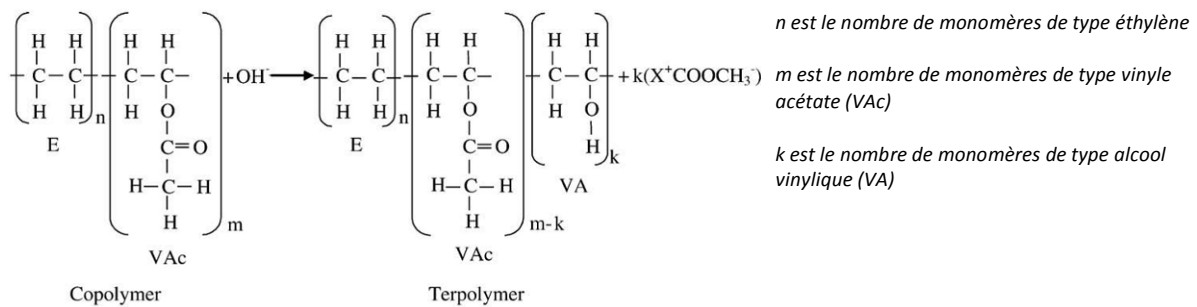


Figure I-5 : Réaction d'hydrolyse de l'EVA en milieu alcalin [Mansur 2009]

L'avancement de cette réaction est suivi par spectroscopie infrarouge en mesurant l'aire des pics à 1740 et 1240 cm^{-1} correspondants aux ions carboxylates CH_3COO^- (Figure I-6). Il diminue quand le taux de polymère augmente.

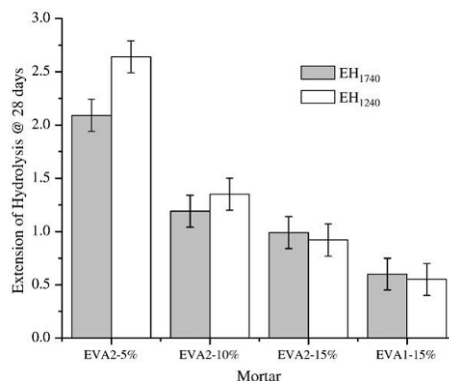


Figure I-6 : Avancement de l'hydrolyse de l'EVA en fonction du type et de la quantité de polymère [Mansur 09]

Influence sur l'interface liant - granulat

La zone interfaciale entre les agrégats et la matrice cimentaire est la zone fragile des mortiers. Elle est généralement poreuse et contient une grande quantité de cristaux de portlandite orientés. Elle permet donc la pénétration plus rapide d'espèces agressives et la propagation de fissures parallèlement aux granulats [Arligie 1985].

Selon Ohama [Ohama 1987], la réaction entre les ions Ca^{2+} et les groupes carboxyliques peut entraîner la formation de liaisons chimiques du polymère avec les SiO_2 de la surface des granulats ou la réticulation de chaînes polymériques entre elles (Figure I-7). Les interactions polymère-granulats permettent de renforcer l'interface entre la pâte de ciment et les granulats. Avec la modification du

mortier par un polymère, la porosité de cette zone diminue et des pontages supplémentaires entre les granulats et le liant apparaissent, renforçant la résistance de cette interface.

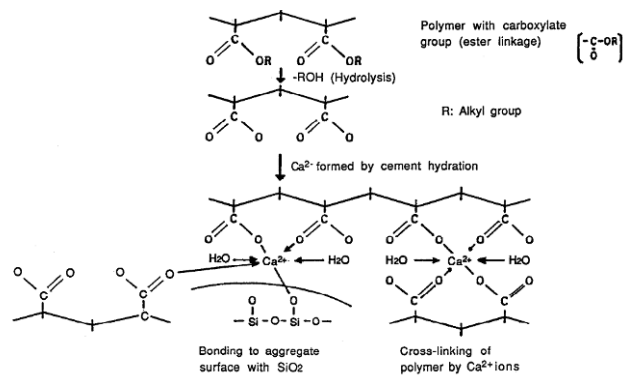


Figure I-7 : Illustration de la réaction entre un polymère contenant un groupe carboxylate et un granulat [Ohama 1995]

Kim *et al.* [Kim 1998] montrent également que l'addition d'alcool polyvinylique améliore l'adhérence de pâtes de ciment sur des granulats de calcaire et de granit, la rupture étant adhésive pour le ciment seul et cohésive pour les ciments modifiés. Ils mettent en évidence la diminution de l'épaisseur de l'interphase et de la concentration en portlandite, le polymère jouant un rôle d'inhibiteur de cristallisation. La portlandite est remplacée par des cristaux de C-S-H. Rossignolo [Rossignolo 2009] observe une réduction de 27 et 36% de l'épaisseur de cette interphase avec 5 et 10% de SBR par rapport au mortier non modifié.

Influence sur la portlandite

L'addition de polymère modifie également le degré de cristallinité, la morphologie des cristaux de Ca(OH)₂ ainsi que leur orientation [Afridi 1990, Afridi 2001]. Ces modifications dépendent du type et de la quantité de polymère. Les cristaux de portlandite sont plus stables pour les mortiers modifiés par des polymères soumis à des cycles de gel-dégel ou à la carbonatation et leur volume varie peu lorsqu'ils sont soumis à ce type d'environnement, contrairement à la portlandite présente dans les mortiers non-modifiés.

I.1.3 Propriétés à l'état frais

L'utilisation de polymères dans les mortiers entraîne la modification de leurs propriétés rhéologiques à l'état frais dès des concentrations très faibles. Ils influent également sur le temps de prise du ciment.

I.1.3.1 Air entraîné

A cause de la présence de surfactants dans le mélange, de l'air est entraîné pendant le malaxage du mortier. Un agent anti-moussant est généralement ajouté au polymère pour prévenir cet effet. En effet, si ce phénomène peut être favorable à l'amélioration de la maniabilité, un excès d'air entraîné peut être à l'origine de la diminution des propriétés mécaniques. La quantité d'air entraîné pour les mortiers modifiés par des polymères est généralement comprise entre 5 et 20%.

I.1.3.2 Maniabilité

L'addition de polymères dans les mortiers améliore leur maniabilité (Figure I-8). Cela est attribué à plusieurs phénomènes : l'effet de roulement à billes dû aux particules de polymère, l'air entraîné et l'effet dispersant des surfactants des latex [Ohama 1995]. Pour maintenir une maniabilité constante, il faut donc réduire le rapport E/C.

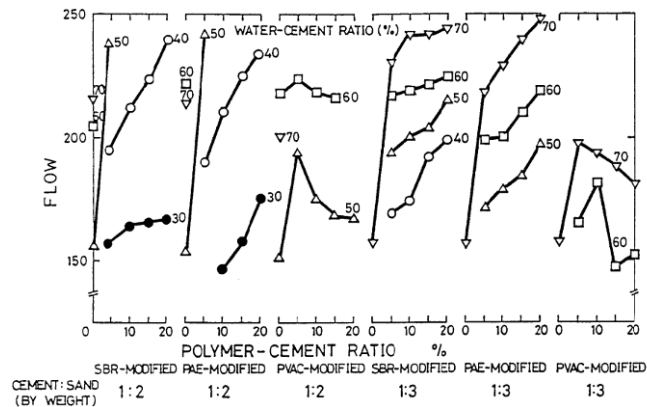


Figure I-8 : Ecoulement du mortier en fonction du rapport polymère/ciment et eau/ciment pour plusieurs types de polymères [Ohama 1995]

I.1.3.3 Temps de prise

En général, l'addition de polymère dans les mortiers entraîne des temps de prises plus longs [Anagnostopoulos 2007]. Des retards plus ou moins longs sont observés en fonction du type de polymère (Figure I-9 (a)).

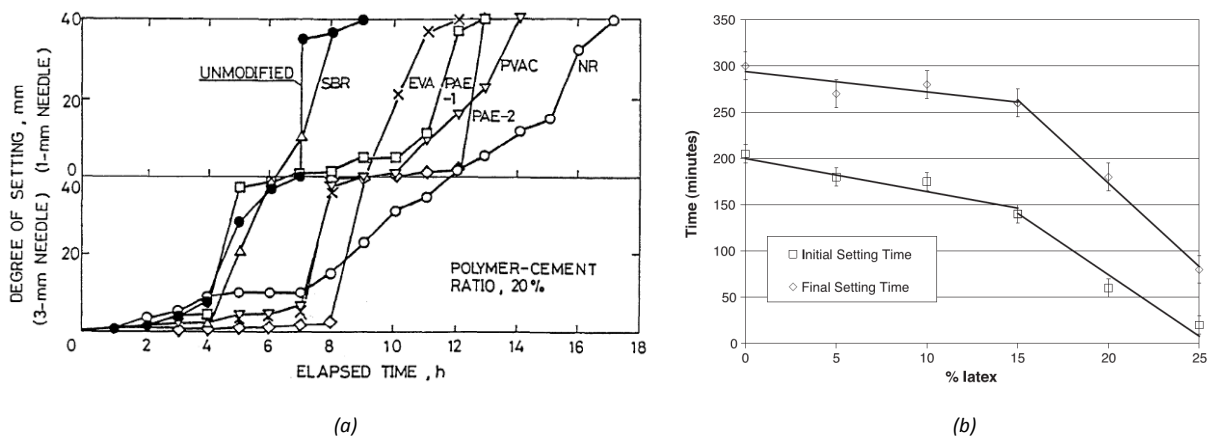


Figure I-9 : (a) Durcissement de mortiers modifiés par différents types de latex [Ohama 1995], (b) Temps de prise en fonction du taux de SBR [Barluenga 2004]

Ces résultats sont attribués à l'adsorption des particules de polymères autour des particules de ciment non hydratées, qui ralentit la diffusion des molécules d'eau vers le ciment. D'autre part, les surfactants utilisés pour stabiliser le polymère en suspension dans l'eau ont de fortes interactions avec les molécules d'eau et les rendent donc moins disponibles pour l'hydratation du ciment [Ohama 1995].

Dans certaines études [Barluenga 2004], le temps de prise diminue avec l'addition de polymère (Figure I-9 (b)), et cette diminution est plus importante à partir d'une valeur de P/C de 6%. Selon ces auteurs, la prise est gouvernée par l'hydratation du ciment pour de faibles quantités de polymère et par la filmification du latex pour des quantités supérieures à 6%.

I.1.4 Propriétés à l'état durci

I.1.4.1 Microstructure

Observation de la microstructure

La formation des films polymères dans les mortiers de réparation peut être observée en microscopie électronique à balayage [Ohama 1998]. Sur les images obtenues (Figure I-10), les films de polymère sont visibles dans les porosités, les fissures ou aux interfaces granulat – pâte de ciment.

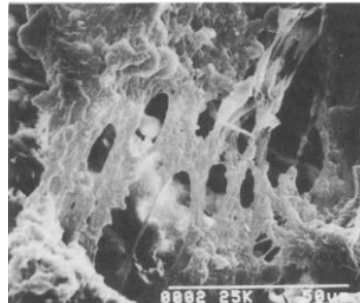
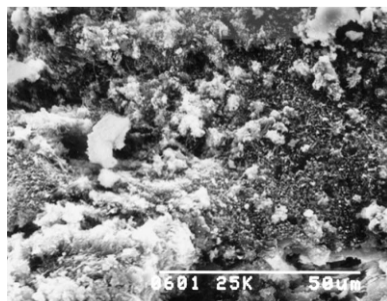


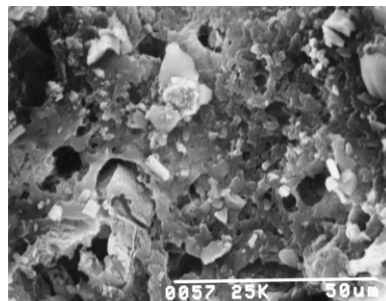
Figure I-10 : Film de polymère dans un mortier modifié par de l'EVA [Ohama 1998]

Afridi *et al.* [Afridi 2003] ont étudié des mortiers modifiés par des polymères de type latex ou poudre redispersible. Pour mieux observer la phase organique, la partie minérale des échantillons a été dissoute avec de l'acide chlorhydrique ou fluorhydrique.

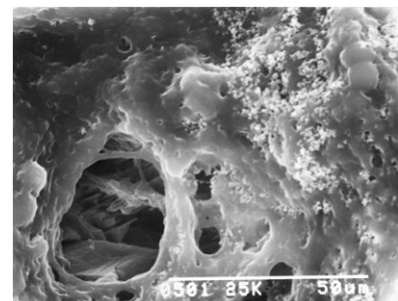
Ils montrent que pour former un film continu de polymère, le rapport polymère/ciment doit être supérieur à 5%. Pour des concentrations plus faibles, le latex joue le rôle d'un adjuvant. On peut voir sur les images de la Figure I-11 que la quantité de filaments de polymères observés dépend du taux de polymère ajouté au mortier.



Mortier non-modifié
(attaque HCl 1 h.)



Mortier contenant 5% d'EVA
(attaque HCl 5 h. et HF 3 h.)



Mortier contenant 10% d'EVA
(attaque HCl 5 h. et HF 3 h.)

Figure I-11 : Observations par microscopie électronique à balayage de mortiers classiques et modifiés par de l'EVA [Afridi 2003]

Dans le cas du mortier classique, la phase liante est peu cohésive et se dégrade après une heure d'attaque à l'acide chlorhydrique. L'ajout de 5% de polymère permet de mettre en évidence la présence de filaments de polymères après 5 heures d'attaque à l'acide chlorhydrique et 3 heures à l'acide fluorhydrique. Après le même traitement, le film de polymère est clairement visible pour 10% d'EVA.

Cette étude montre également que le filmification des polymères est plus facile dans le cas des latex que pour les poudres redispersibles. Pour ces dernières, une dégradation partielle des surfactants pendant le séchage du latex peut se produire ou la re-émulsification des particules de polymères peut ne pas être homogène au moment du gâchage et limiter ensuite la formation des films de polymère dans le mortier.

Porosité

La formation du film polymère dans le réseau des hydrates du ciment permet selon de nombreux auteurs d'augmenter la compacité du matériau durci, et ainsi d'améliorer la durabilité des composites en ralentissant la diffusion d'espèces agressives.

Hassan [Hassan 2000] a montré que l'ajout d'un polymère acrylate réduit fortement la porosité et la taille moyenne des pores dans les matrices mixtes. Dans cette étude, tous les mortiers contenant un liant hydraulique ont la même ouvrabilité. Celle du mortier de résine est plus faible. On peut observer sur la Figure I-12 que la présence de polymère diminue d'un facteur 2 le taux de porosités et le diamètre moyen des pores. Les valeurs de porosités les plus faibles sont obtenues dans le cas de résines époxy pures.

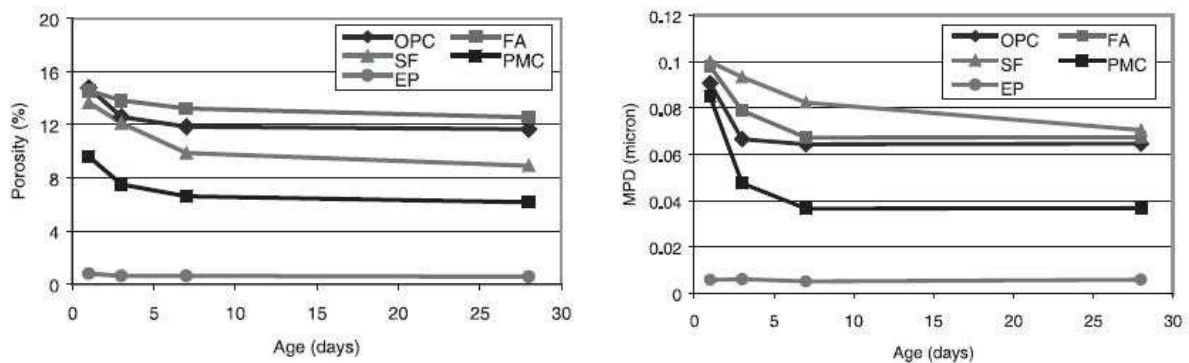


Figure I-12 : Comparaison du taux de porosités et du diamètre moyen des pores pour différents types de mortiers (OPC : ciment Portland conventionnel, FA : ajout de cendres volantes, SF : ajout de silice fumée, PMC : ajouts de polymère acrylique, EP : résine époxy pure) [Hassan 2000]

Rozenbaum *et al.* [Rozenbaum 2005] ont montré que l'augmentation du taux de SBR dans des mortiers formulés avec un rapport E/C constant de 0,5 entraînait la diminution quasi-linéaire de la porosité totale. La taille moyenne des pores se décale également vers des dimensions plus faibles, de 0,3 mm pour les mortiers non-modifiés à 0,03 µm pour un rapport polymère/ciment de 20% (Figure I-13).

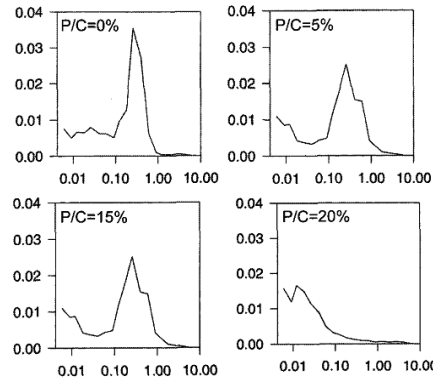


Figure I-13 : Distribution du diamètre des pores en fonction du rapport P/C [Rozenbaum 2005]

D'autres auteurs [Ollitrault 1998, Silva 2001] observent que l'addition de polymère dans un liant hydraulique permet de diminuer le diamètre moyen des pores sans faire varier le taux de porosités total.

I.1.4.2 Propriétés mécaniques

L'addition de polymère dans les mortiers entraîne généralement une augmentation de leur résistance en traction et en flexion, mais pas en compression. La résistance mécanique des mortiers modifiés dépend de la nature des matériaux utilisés (polymère, ciments, granulats), de la composition, mais aussi du type de cure appliqué.

Influence de la nature des matériaux

Dans le cas des copolymères, le rapport des deux monomères influence la résistance mécanique. On peut observer cet effet sur la Figure I-14 [Ohama 1995]. Les variations observées dans le cas du SBR correspondent à la variation de la résistance à la traction du polymère seul.

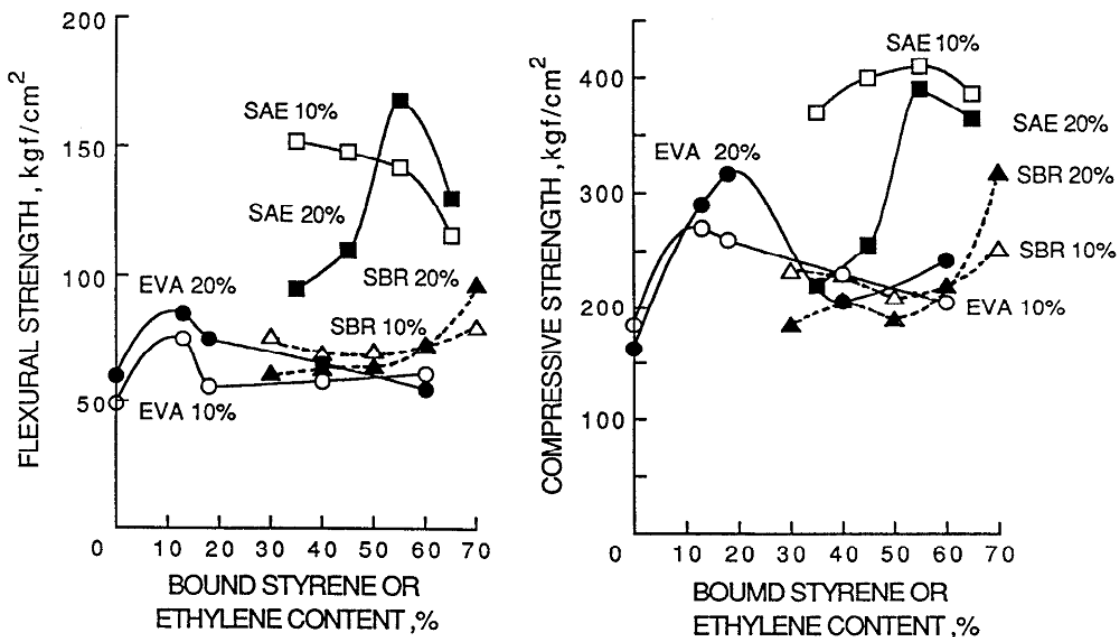


Figure I-14 : Influence du rapport des monomères sur la résistance en flexion et en compression pour des mortiers modifiés par de l'EVA, du SBR et du poly(styrène acrylate) (SAE) [Ohama 1995]

Influence de la quantité de polymère

Les études réalisées pour observer l'effet de l'augmentation de la quantité de polymère sur les propriétés mécaniques montrent que celle-ci augmente avec le taux de polymère [Beeldens 2005, Aggarwal 2007]. Par exemple, la Figure I-15 montre l'augmentation des propriétés mécaniques en compression et en flexion dans le cas de mortiers modifiés par un polymère de type acrylique et époxy. L'effet des polymères est généralement plus visible en flexion qu'en compression car les polymères renforcent la résistance de l'interface liant-granulat, particulièrement sollicité pendant les essais en flexion.

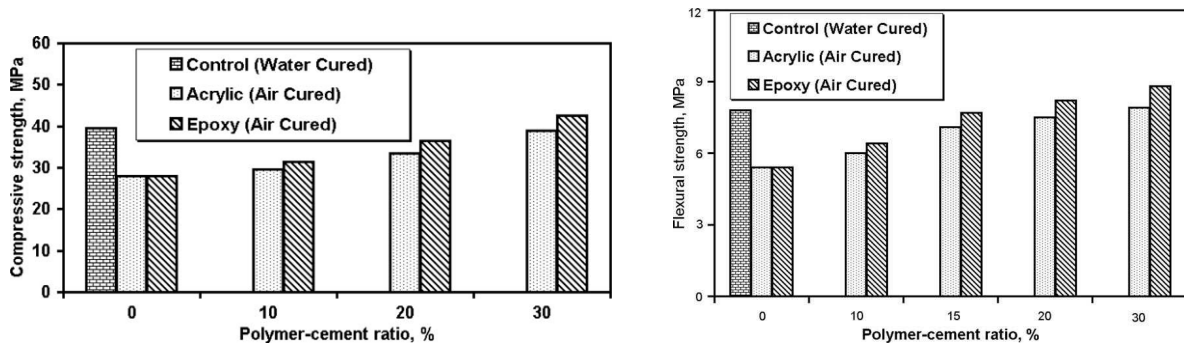


Figure I-15 : Influence de la cure et du taux de polymère sur le module de compression et de flexion des mortiers [Aggarwal 2007]

Dans le cas de mortiers formulés avec un rapport eau/ciment constant [Wang 2005], les propriétés mécaniques augmentent pour de faibles quantités de polymère ajoutées, puis elles diminuent fortement (Figure I-16). A partir de 10% de polymère, les films de polymère dans le mortier deviennent plus épais et la résistance en flexion et en compression n'évolue plus. Jusqu'à ces 10% de polymère, les variations de la résistance en compression sont liées à celles de la masse volumique apparente.

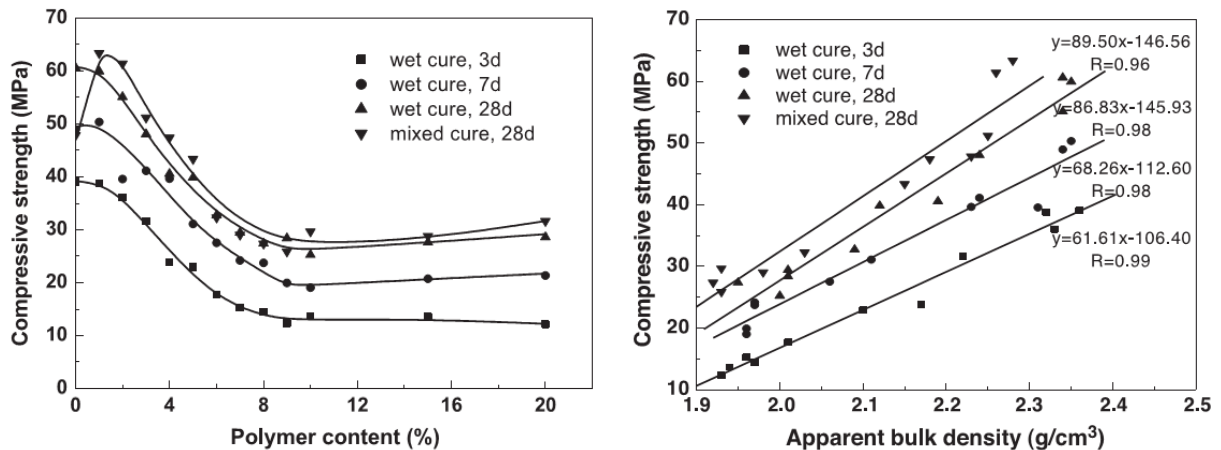


Figure I-16 : Variation de la résistance en compression en fonction du rapport P/C et de la masse volumique apparente (pour P/C < 10%) [Wang 2005]

Influence de la cure sur les propriétés des matériaux durcis

Les propriétés des mortiers sont fortement influencées par les conditions de cure. Dans le cas des liants hydrauliques purs, on recommande une cure humide (dans l'eau ou à un taux d'humidité supérieur à 95%) pendant 28 jours. Ces conditions ne peuvent pas toujours être respectées sur un chantier et cela aura des conséquences sur les propriétés du matériau durci, ainsi que sur la durabilité de la réparation.

Différents auteurs ont étudié l'influence de la cure dans le cas des matrices mixtes [Aggarwal 2007, Beeldens 2002, Hassan 2000, Wang 2005].

Aggarwal *et al.* [Aggarwal 2007] ont étudié l'influence d'une cure sèche sur les propriétés mécaniques de composites mortier / polymère acrylique et mortier / latex époxy. Ces composites ont subi une cure pendant 27 jours à 20°C et 50% d'humidité relative. L'influence de cette cure sur les propriétés en compression et en flexion à 28 jours est présentée sur la Figure I-15. Les auteurs montrent qu'en ajoutant 20% de polymère au mortier et après une cure sèche, on retrouve les propriétés mécaniques du mortier seul après une cure humide. Ce résultat est particulièrement intéressant pour des applications de réparation sur chantier où il est difficile de maintenir des conditions de cure humide nécessaire à l'hydratation des particules de ciment dans le cas de liants hydrauliques purs.

Dans des conditions plus extrêmes, Hassan [Hassan 2000] a montré qu'une cure à haute température (35°C et 45% d'humidité relative pendant 27 jours) était possible pour des mortiers contenant un polymère de type acrylique. Les propriétés des composites obtenues sont supérieures à celles de liants hydrauliques purs après une cure humide.

Ainsi, on peut observer que les propriétés des liants mixtes sont moins sensibles aux conditions dans lesquelles la cure s'est effectuée. Plusieurs études [Wang 2005, Beeldens 2002] permettent de conclure que la cure idéale pour les matrices mixtes est constituée d'une période humide (6 jours dans l'eau ou à une humidité relative supérieure à 95%) et d'une période sèche (21 jours entre 50 et 70% d'humidité relative). Ce sont ces paramètres qui ont été retenus pour les tests de la norme NF EN1504-3 [NF EN 1504-3] sur les produits de réparation dans le cas des liants mixtes.

Plus généralement, Ohama [Ohama 1995] montre que l'évolution des résistances mécaniques de mortiers modifiés conservés dans des conditions de cure différentes est très variable en fonction du type et de la quantité de polymère (Figure I-17). Cependant, une phase de conservation en atmosphère sèche est nécessaire pour assurer la filmification du polymère et atteindre des résistances mécaniques optimales.

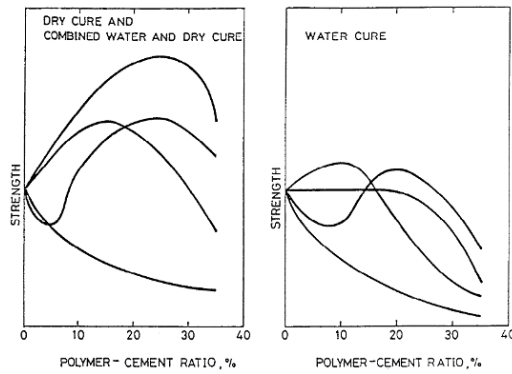


Figure I-17 : Relation entre résistance mécanique et rapport polymère/ciment en fonction du type de cure [Ohama 1995]

I.1.4.3 Durabilité

La dégradation des structures en béton est principalement due à la corrosion des armatures, elle-même provoquée par la diffusion d'espèces agressives dans le mortier ou béton qui les enrobe. Pour ralentir ce phénomène, il est donc nécessaire de ralentir cette diffusion en utilisant des matériaux avec une perméabilité la plus faible possible. Différents travaux ont montré que l'addition de polymères dans les mortiers a une influence sur leur perméabilité. Les principales études seront présentées dans la suite de ce chapitre.

Perméabilité intrinsèque

Ramli *et al.* [Ramli 2012] ont étudié l'influence du type de polymère et de la cure sur la perméabilité intrinsèque des mortiers (Figure I-18). Les conditions de cure sont les suivantes :

- cure I : immersion dans l'eau pendant 7 jours, puis conditions ambiantes jusqu'aux essais
- cure II : conditions ambiantes pendant 7 jours, puis immersion dans l'eau jusqu'aux essais
- cure III : cycles d'immersion dans l'eau pendant 7 jours, puis en conditions ambiantes pendant 7 jours.

Il observe que l'addition de polymère et la durée de la cure entraînent la diminution de la perméabilité des mortiers. Cela est attribué à la formation d'une matrice bicontinue de polymère et d'hydrates de ciment, qui réduit la porosité et limite la formation de fissures. Les variations de perméabilité en fonction de la cure sont surtout visibles pour les polymères SBR1 et VAE. Les conditions de cure les plus favorables pour tous les mortiers sont les cycles dans l'eau et dans l'air.

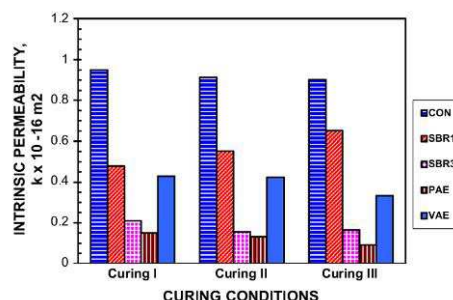


Figure I-18 : Variation de la perméabilité intrinsèque à 3 mois des mortiers en fonction des conditions de cure [Ramli 2012]

Résistance à la pénétration d'eau

La diminution de porosité observée pour les liants mixtes par rapport aux liants hydrauliques purs entraîne la diminution de la perméabilité à l'eau sur ces matériaux [Hassan 2000] (Figure I-19).

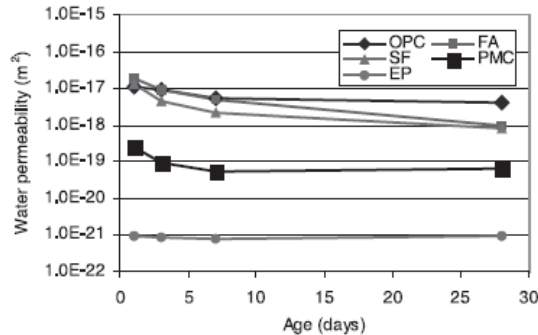


Figure I-19 : Perméabilité à l'eau en fonction du temps pour différents types de mortiers de réparation [Hassan 2000], voir Figure I-12 pour la description des matériaux

Perméabilité aux ions chlorure

L'addition de polymères diminue globalement le coefficient de diffusion des chlorures des mortiers [Mangat 1999, Yang 2009].

Yang *et al.* [Yang 2009] ont étudié l'influence de latex de type SBR sur la perméabilité aux ions chlorure des mortiers. Ils ont utilisé un rapport E/C constant de 0,45 et des rapports polymère/ciment variant de 0 à 16%. Les échantillons ont subi une cure de 6 jours à 20°C et 95% d'humidité relative, puis 22 jours à 65% d'humidité relative. Ils ont pu montrer que l'addition de SBR permettait d'améliorer la résistance des mortiers à la pénétration des ions chlorure. Ils ont observé la présence d'un film de SBR continu interpénétré avec le réseau cimentaire à partir de 10% de polymère (Figure I-20).

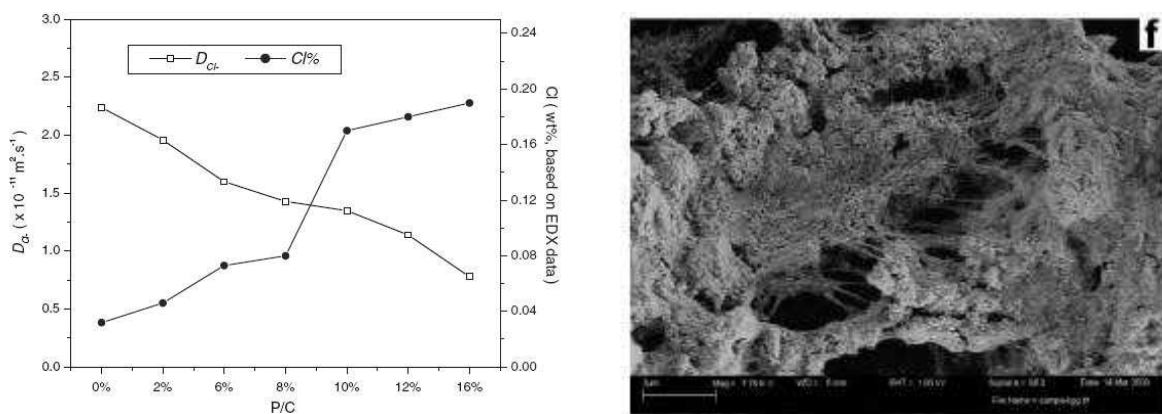


Figure I-20 : Influence de la présence de SBR sur la diffusion des ions chlorure, Image par MEB d'un composite contenant 12% de SBR [Yang 2009]

Des modélisations par éléments finis permettent de prévoir la concentration en chlorure dans des structures réparées [Song 2009]. En utilisant la loi de Fick et en fixant une concentration critique en ions Cl^- , il est ainsi possible de prévoir la durée d'une réparation (Figure I-21).

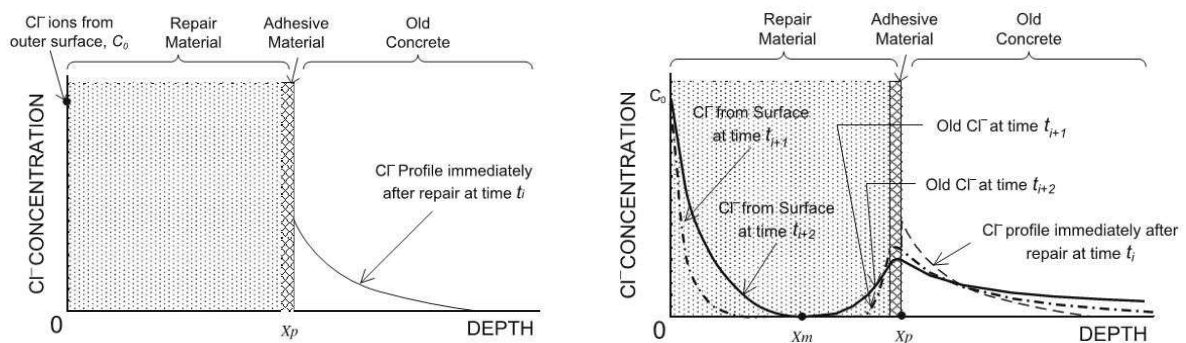


Figure I-21 : Profil de concentration en chlorures en fonction du temps après la réparation [Song 2009]

Résistance à la carbonatation

Aggarwal *et al.* [Aggarwal 2007] ont mesuré la profondeur de carbonatation de composites contenant un polymère de type acrylique et époxy (Figure I-22). Ils observent que l'addition de 5% de polymère permet de réduire la profondeur de carbonatation et que cette diminution est plus élevée pour les latex de type époxy.

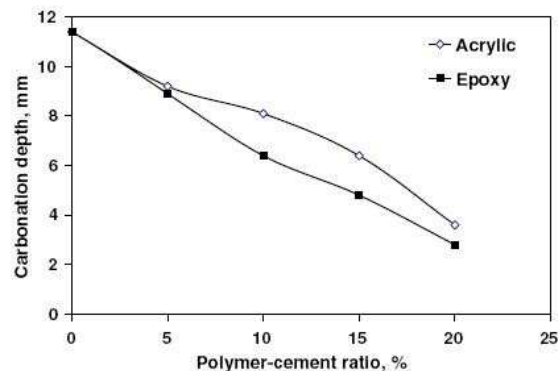


Figure I-22 : Effet de l'addition de polymère sur la profondeur de carbonatation [Aggarwal 2007]

D'autres auteurs sont plus contrastés sur la résistance des liants mixtes à la carbonatation [Al-Zahrani 2003]. En effet, cette étude est réalisée sur des mortiers commerciaux modifiés par des polymères. Les résultats obtenus sur ce type de matériaux montrent une grande variabilité à cause de la diversité des compositions des produits commercialisés. Les auteurs insistent alors sur l'importance de la sélection et des paramètres d'application du produit qui doit être compatible avec la surface à réparer (Figure I-23).

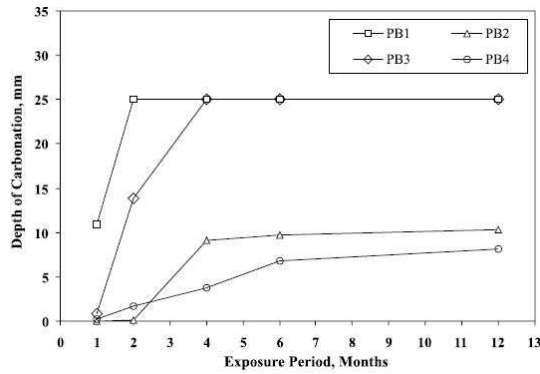


Figure I-23 : Variation de la profondeur de carbonatation pour différents types de produits de réparation mixtes commerciaux [Al-Zahrani 2003]

Influence des polymères sur la corrosion des armatures

La majorité des dégradations observées sur les bétons sont dus à la corrosion des armatures. Il est donc nécessaire que le produit utilisé pour la réparation de ces surfaces permette de limiter la diffusion d'espèces agressives jusqu'aux armatures afin de prolonger la durée de vie des réparations. Des cellules de corrosion sont utilisées afin de réaliser des tests de corrosion accélérés et de prévoir le temps nécessaire pour aboutir à la corrosion d'une armature enrobée d'un matériau de réparation plongés dans une solution saline.

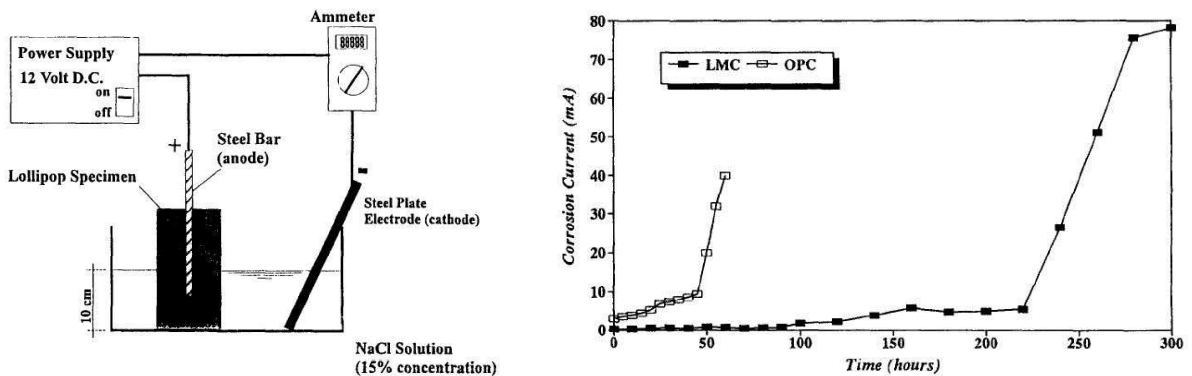


Figure I-24 : Cellule de corrosion accélérée et comparaison du temps de corrosion entre un ciment Portland et un liant mixte [Shaker 1997]

Dans le cas d'un mortier modifié par 15% de latex SBR, on peut observer que la Figure I-24 que le temps mesuré jusqu'à la corrosion de l'armature passe de 50 heures pour un ciment Portland à 220 heures pour un liant modifié par des polymères [Shaker 1997].

Nepomuceno *et al.* [Nepomuceno 2006] ont étudié la capacité de protection de mortiers modifiés par différents types de polymères. Pour cela, ils ont mesuré le potentiel de corrosion et la résistance de polarisation entre l'électrode de travail et l'électrode de référence lorsque les échantillons sont placés dans des environnements riches en CO₂ et en chlorures. Selon ces auteurs, le type de polymère et la présence dans certains matériaux de fibres synthétiques ou de silice fumée entraîne des résultats différents :

- La présence de silice fumée et de polymère acrylique améliore la performance des mortiers dans les deux types d'environnement,
- La présence de fibres synthétiques et de latex acrylique améliore la résistance à la pénétration des chlorures, mais pas à la carbonatation,
- L'addition de latex de type styrène-butadiène (SBR) n'améliore pas les propriétés des mortiers pour les deux environnements agressifs.

I.2 Réparation des ouvrages d'art en béton

La norme NF EN 1504 [NF EN 1504] fixe les principes et méthodes à appliquer pour la protection ou la réparation des ouvrages d'art en béton. Elle est appliquée depuis le 1^{er} janvier 2009. Les polymères sont couramment utilisés pour réaliser ces réparations, purs ou en additions à d'autres matériaux minéraux. En parallèle, des guides ont également été publiés pour aider les maîtres d'ouvrages à appliquer cette norme.

Dans ce paragraphe, la norme NF EN 1504 sera d'abord brièvement décrite. Dans une deuxième partie, les origines de la dégradation du béton seront présentées. Les conditions nécessaires pour assurer la durabilité des réparations seront ensuite exposées.

I.2.1 Normes et guides pour la réparation des ouvrages d'art

I.2.1.1 Norme NF EN 1504

La norme NF EN 1504 [NF EN 1504] est composée de dix parties qui décrivent toutes les étapes de réparation, du diagnostic de la pathologie du béton à la maintenance de l'ouvrage après réalisation des travaux. La structure générale de la série de normes est présentée sur la Figure I-25.

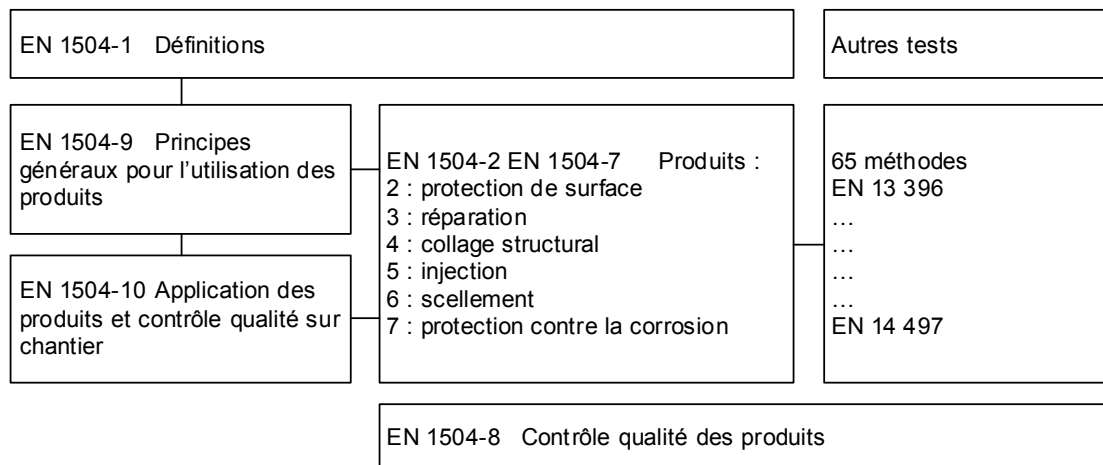


Figure I-25 : Structure générale de la norme NF EN 1504

Dans la partie 9, onze principes de réparation sont détaillés, ainsi que les méthodes associées en fonction du type de défaut observé (Tableau I-3). La partie 3 [NF EN 1504-3] traite plus précisément la réparation des ouvrages avec des mortiers modifiés ou non par des polymères ou des résines. Les principes de réparation et les méthodes associées sont présentés dans le Tableau I-3.

Tableau I-3 : Principes et méthodes de réparation applicables aux matériaux de réparation

Principe	Exemples de méthodes basées sur les principes	Partie correspondante de l'EN 1504
Principes et méthodes relatifs aux défauts dans le béton		
3. Restauration du béton	3.1. Application manuelle de mortier	3
	3.2. Nouveau béton ou mortier coffré	3
	3.3. Pulvérisation de béton ou mortier	3
	3.4. Remplacement d'éléments	
4. Renforcement structural	4.1. Ajout ou remplacement de barres de renforcement incorporées ou externes	6
	4.2. Ajout d'armature ancrée dans des trous pré-creusés ou sciés	
	4.3. Collage d'une plaque de renforcement	4
	4.4. Ajout de mortier ou de béton	3, 4
	4.5. Injection dans les fissures, les vides ou les interstices	5
	4.6. Colmatage des fissures, des vides ou des interstices	5
	4.7. Précontrainte (précontrainte par post-tension)	
5. Augmentation de la résistance physique	5.1. Revêtement	2
	5.2. Imprégnation	2
	5.3. Ajout de mortier ou de béton	3
Principes et méthodes relatifs à la corrosion de l'armature		
7. Préservation ou restauration de la passivité	7.1. Augmentation de la couche avec du mortier ou du béton supplémentaire	3
	7.2. Remplacement du béton pollué ou carbonaté	3
	7.3. Ré-alkalination électrochimique du béton carbonaté	
	7.4. Ré-alkalination du béton carbonaté par diffusion	
	7.5. Extraction électrochimique des chlorures	

Tableau I-4 : Caractéristiques de performance requise des produits de réparation structurale et non-structurale

Caractéristiques de performance	Principe de réparation			
	3		4	7
	Méthode de réparation			
	3.1, 3.2	3.3	4.4	7.1, 7.1
Résistance en compression	■	■	■	■
Teneur en ions chlorure	■	■	■	■
Adhérence	■	■	■	■
Retrait/expansion empêchés	■	■	■	■
Durabilité : résistance à la carbonatation	■	■	■	■
Durabilité : compatibilité thermique	□	□	□	□
Module d'élasticité	□	□	■	□
Résistance au glissement et au dérapage	□	□	□	□
Coefficient de dilatation thermique	□	□	□	□
Absorption capillaire	□	□	□	□

■ : pour toutes les utilisations prévues, □ : pour certaines des utilisations prévues [NF EN 1504-3]

Tableau I-5 : Exigences de performances pour les produits de réparation structurale et non-structurale pour toutes les utilisations prévues [NF EN 1504-3]

Caractéristique de performance	Support de référence (EN 1766)	Méthode d'essai	Exigence			
			Structurale		Non-structurale	
			Classe R4	Classe R3	Classe R2	Classe R1
■ Résistance en compression	Aucun	EN 12190	≥ 45 MPa	≥ 25 MPa	≥ 15 MPa	≥ 10 MPa
■ Teneur en ions chlorure	Aucun	EN 1015-17	≤ 0,05%			
■ Adhérence	MC(0,40)	EN 1542	≥ 2,0 MPa	≥ 1,5 MPa	≥ 0,8 MPa	
■ Retrait/expansion empêchés	align="center">MC(0,40)	align="center">EN 12617-4	Contrainte d'adhérence après essai			align="center">Aucune exigence
			≥ 2,0 MPa	≥ 1,5 MPa	≥ 0,8 MPa	
■ Résistance à la carbonatation	Aucun	EN 13295	$d_k^* \leq$ béton témoin MC(0,45)		Aucune exigence	

* d_k : profondeur de carbonatation

La norme NF EN 1504-1 [NF EN 1504-1] définit les trois types de matériaux couramment utilisés pour la réparation des ouvrages :

- les mortiers ou bétons hydrauliques (CC), "mortier ou béton à base de liant hydraulique mélangé à des granulats calibrés, qui peut inclure des adjuvants et des additions, et dont, après mélange, la prise se fait par réaction d'hydratation". Ce type de matériau est utilisé pour environ 60% des réparations.
- les mortiers ou bétons de ciment hydraulique polymère (PCC), "mortier ou béton hydraulique modifié par l'ajout de polymères additifs en quantité suffisante pour lui conférer des propriétés spécifiques". Ils sont utilisés pour 30% des réparations.
- les mortiers et bétons polymères (PC), "mélange de polymère et de granulats calibrés dont la prise se fait par réaction de polymérisation".

La norme NF EN 1504-3 [NF EN 1504-3] définit les exigences d'identification et de performances pour les produits destinés à la réparation structurale et non-structurale des ouvrages. Certaines caractéristiques sont obligatoires pour toutes les applications, alors que d'autres sont facultatives (Tableau I-4). Selon leur résistance en compression, les matériaux sont divisés en quatre classes, de R1 à R4 pour des résistances en compression de plus en plus élevées. Les valeurs exigées pour les caractéristiques obligatoires dépendent de la classe du produit et sont reportées dans le Tableau I-5.

Pour les essais réalisés sur des matériaux durcis, des conditions de cures différentes selon le type de matériau sont spécifiées dans l'annexe A des normes d'essai. Ces conditions sont les suivantes après démoulage :

- pour les mortiers et bétons non-modifiés : conservation dans l'eau à $21 \pm 2^\circ\text{C}$,
- pour les mortiers modifiés par des polymères : conservation dans un climat de laboratoire normalisé à $21 \pm 2^\circ\text{C}$ et $60 \pm 10\%$ d'humidité relative.

I.2.1.2 Guides pour la réparation des ouvrages d'art

Plusieurs guides ont également été rédigés pour aider les maîtres d'ouvrages à appliquer les normes relatives à la réparation des ouvrages d'art. Par exemple, le guide n°1 du STRRES "Reprise des bétons dégradés" [FABEM 2008] développe et complète les fonctions présentées dans la norme européenne. Un guide LCPC-SETRA "choix et application des produits de réparation et de protection des ouvrages en béton" [LCPC 1996] et un guide AFGC "Réhabilitation du béton armé dégradé par la corrosion" [AFGC 2003] ont également été édités.

I.2.2 Principales causes de dégradation du béton

Les principaux désordres rencontrés sur les ouvrages de génie civil peuvent être attribués au vieillissement de la structure soumise à de nombreuses contraintes environnementales, à des causes accidentelles (chocs, surcharges, incendies...) ou à des erreurs de conception, construction ou réparation (Figure I-26) [Morgan 1996].

Dans ce paragraphe, nous détaillerons plus particulièrement les phénomènes qui peuvent être à l'origine d'une des pathologies les plus couramment observées, la corrosion des armatures, puis de deux autres réactions pouvant entraîner la dégradation du béton : l'alcali-réaction et la réaction sulfatique interne.

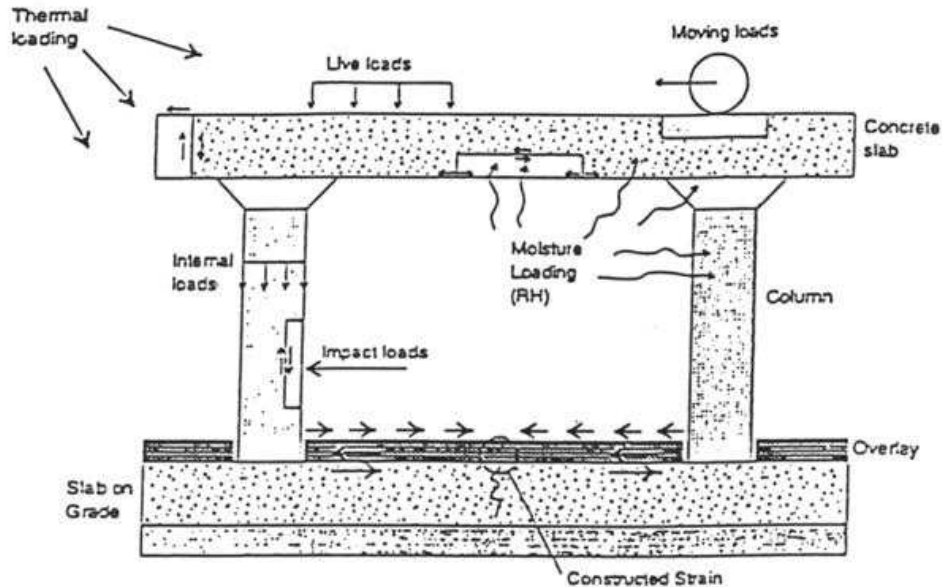


Figure I-26 : Origines possibles de la dégradation des ouvrages [Morgan 1996]

I.2.2.1 Corrosion des armatures métalliques

La corrosion est un phénomène électrochimique qui se traduit par l'oxydation de l'acier du béton par un agent oxydant du milieu. Le pH du béton sain est très basique et a une valeur d'environ 13. Ce milieu est favorable à la formation d'une couche protectrice autour de l'acier. C'est le phénomène de passivation. Ce phénomène se traduit par une suite de réactions électrochimiques :

- L'acier au contact de la solution interstitielle du béton s'oxyde en ions ferreux Fe^{2+} [9] :



- Le milieu étant basique, la passivation du fer est liée à l'abondance d'ions hydroxyles et d'oxygène. Le film protecteur se constitue de deux couches : l'oxyde ferrique hydraté ($Fe_2O_3 \cdot 2 H_2O$) et la magnétite hydratée ($Fe_3O_4 \cdot H_2O$). La formation de ces produits se traduit par les réactions suivantes [Nasser 2010] [10, 11]:



La corrosion survient donc en l'absence ou après la destruction de la couche de passivation et sous l'effet d'un agent oxydant (généralement l'oxygène présent dans le milieu). Ce phénomène électrochimique se traduit par la création d'une pile mettant en jeu le couple fer / oxygène. Ainsi, à l'anode, le fer s'oxyde et à la cathode, l'oxygène est réduit comme le montrent les demi-équations suivantes et l'équation finale qu'illustre la Figure I-27 [Liu 1996] :



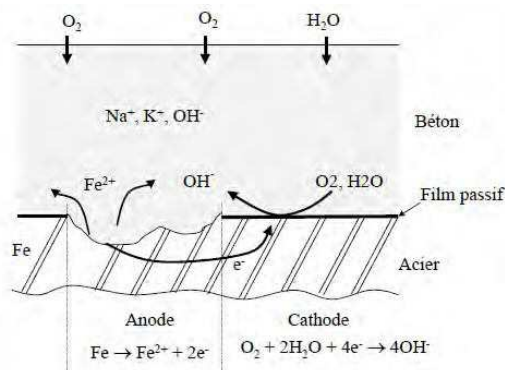


Figure I-27 : Mécanisme de corrosion de l'acier dans le béton [Liu 1996]

Ainsi, la corrosion correspond à la dissolution du fer. Les ions Fe^{2+} précipitent avec les ions hydroxyle du milieu pour former des hydroxydes de fer $Fe(OH)_2$ communément appelés rouille. La stabilité de cette rouille dépend de l'environnement dans lequel se trouve l'acier. D'autres produits de corrosion peuvent aussi se former comme les hydroxydes de fer III $Fe(OH)_3$. De plus, le volume de ces produits peut être jusqu'à six fois supérieur à celui du fer. Cela crée des contraintes dans le béton qui conduisent à la fissuration et/ou l'éclatement du béton (Figure I-28) [Simon 1998].

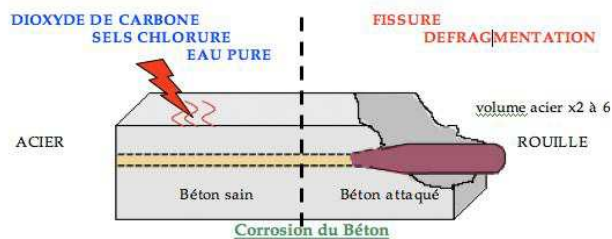
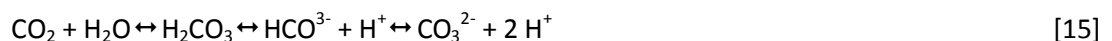


Figure I-28 : Phénomène de corrosion, éclatement du béton [Simon 1998]

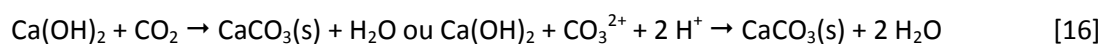
La corrosion de l'acier du béton apparaît donc après la destruction de la couche passive due à la diffusion de certains agents dits de corrosion dans le béton. Cette dépassivisation peut avoir deux origines :

- La carbonatation du béton

La carbonatation est un phénomène naturel qui se traduit par la dissolution du dioxyde de carbone présent dans l'air dans l'eau résiduelle du béton, avec pour conséquence l'acidification du milieu. Cette étape se traduit par l'équilibre chimique [15].



Progressivement, l'acide formé réagit avec la portlandite pour donner du carbonate de calcium. Ce phénomène se traduit par la réaction acido-basique [16].



Ainsi, plus le CO_2 pénètre dans le béton, plus la portlandite, qui régule le pH, est consommée. La concentration en ions hydroxyle diminue et le pH diminue jusqu'à 9, valeur suffisante pour initier la dépassivisation des armatures. L'acier ainsi exposé peut être facilement attaqué par tout agent

oxydant de type O_2 ou par des agents corrosifs tels que les ions sulfure, ce qui entraîne la corrosion de l'armature.

La corrosion est alors dite généralisée car elle a lieu sur toute la surface dépassivée de l'acier.

- La pénétration des ions chlorures

Les ions chlorure Cl^- , de dimensions assez faibles, diffusent facilement dans le béton et progressent rapidement jusqu'aux armatures. Cette diffusion entraîne des réactions d'échange avec les ions hydroxyle [17] des sels alcalins. La concentration de ces ions hydroxydes, régulée par la réaction d'autoprotolyse de l'eau [18], diminue, ce qui entraîne la chute du pH. La corrosion des armatures peut commencer.



Ainsi, la diffusion des ions chlorure peut également être à l'origine de la corrosion des armatures. Cette corrosion commencera à un point bien précis de l'armature. On parle dans ce cas de corrosion par piqûre.

1.2.2.2 L'alcali-réaction du béton

C'est une réaction assez complexe ayant lieu entre la silice des granulats et le ciment. Elle entraîne la formation de gels calco-silico-alcalins. Le grand volume de ces gels provoque des contraintes dans le béton qui sont à l'origine de fissuration dans le béton.

1.2.2.3 Les réactions dues aux sulfates internes (RSI)

Les ions sulfates, présents dans le béton sous forme de gypse ($CaSO_4, 2H_2O$) réagissent avec les groupements aluminates du ciment. Plus précisément, la réaction a lieu entre le sulfate de calcium et l'aluminium. Le produit de cette réaction est l'ettringite. A cause de son grand volume, sa présence dans le béton provoque le gonflement du béton qui conduit à son éclatement.

Ces deux derniers phénomènes de dégradation (alcali-réaction, RSI) sont des phénomènes internes au béton. Les réparations réalisées sur les ouvrages atteints par ce type de pathologies permettront seulement de ralentir les réactions de dégradation.

1.2.3 Conditions pour une réparation durable

Plusieurs auteurs ont développé des méthodologies permettant d'améliorer la qualité des réparations effectuées sur les ouvrages d'art, et donc de prolonger leur temps de vie. Ils comparent le support de béton à réparer et le produit de réparation à un système composite (Figure I-29). Pour assurer la durabilité des réparations, tous les composants de ce système doivent être pris en compte.

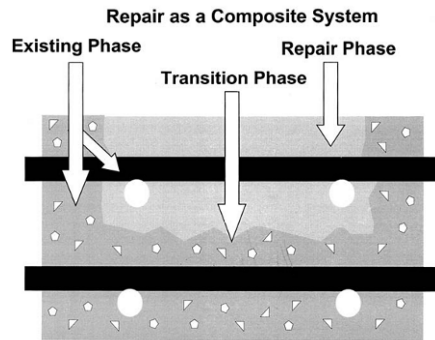


Figure I-29 : Représentation du système béton dégradé – matériau de réparation [Vaysburd 2006]

En particulier, le choix du produit de réparation doit être réalisé en tenant compte des propriétés du support dégradé et de l'environnement de l'ouvrage. Ainsi, le matériau de réparation doit être compatible avec les caractéristiques du béton (Figure I-30). En particulier, les critères de compatibilité dimensionnelle sont essentiels pour éviter le décollement de la couche réparatrice [Emmons1996].

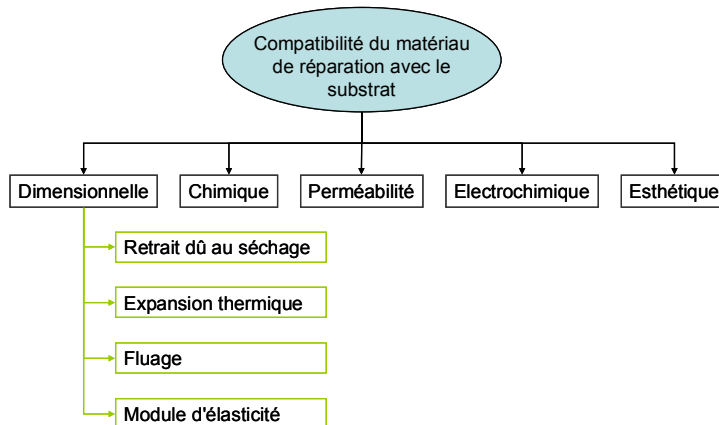


Figure I-30 : Critères de compatibilité entre le matériau de réparation et le support à réparer [Emmons 1996]

Pour être utilisés comme matériaux de réparation, les propriétés des mortiers modifiés par des polymères doivent être compatibles avec celles du béton.

I.3 Application aux réparations réalisées avec des mortiers modifiés par des polymères

I.3.1 Adhérence

I.3.1.1 Définitions, concept d'adhérence

La qualité de la réparation dépend de l'adhérence du mortier de réparation au support à réparer. La théorie de l'adhésion repose sur deux phénomènes principaux :

- l'adhésion mécanique : elle est assurée par ancrage mécanique du matériau de réparation qui pénètre dans les pores et les aspérités de surface du support avant durcissement. La préparation de la surface à réparer est donc une étape essentielle pour garantir une bonne adhésion du mortier de réparation. Différentes techniques destinées à éliminer le béton dégradé peuvent être utilisées (marteau-piqueur, hydro-démolition...) et auront des conséquences sur la rugosité du support.
- l'adhésion spécifique : elle prend en compte les interactions chimiques, électrostatiques et une approche thermodynamique ou mouillage. Pour choisir un matériau de réparation pouvant adhérer au support en béton, il faut maximiser le travail d'adhésion, ou minimiser l'énergie interfaciale. Ce calcul nécessite la connaissance des énergies libres de surface des solides et liquides mis en jeu

L'adhésion présente également deux aspects, selon qu'on s'intéresse aux mécanismes et à la cinétique de formation du lien entre les deux matériaux ou au principe de séparation en mesurant quantitativement le niveau d'adhésion.

I.3.1.2 Différents types de tests utilisés pour mesurer l'adhérence des mortiers

Différents tests existent afin de caractériser l'adhésion d'un produit de réparation sur la surface à réparer. Selon la norme NF EN1504-3 [NF EN 1504-3] sur les produits de réparation, une mesure de l'adhérence par traction directe sur des pastilles en acier collées à la surface du produit de réparation [NF EN1542]. Cette méthode permet à la fois de mesurer la force nécessaire à la rupture de la réparation, mais aussi d'observer la localisation de cette rupture : adhésive à l'interface, cohésive dans le support ou le produit de réparation, ou mixte.

Cependant, cette méthode ne paraît pas très discriminante et ne permet pas d'observer des différences significatives d'adhésion entre plusieurs produits différents.

D'autres tests ont alors été développés (Figure I-31), qui consistent à solliciter l'interface de différentes manières : en traction, en cisaillement ou en flexion [Anagnostopoulos 2007, Momayez 2005, Medeiros 2009].

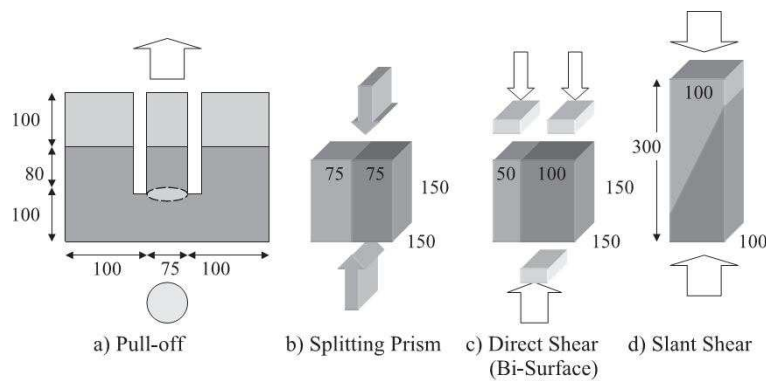


Figure I-31 : Différentes techniques utilisées pour caractériser l'adhérence des mortiers [Momayez 2005]

Les résultats obtenus avec ces différentes méthodes de mesures réalisées sur plusieurs formulations de mortiers sont reportées sur la Figure I-32. Les valeurs les plus élevées sont obtenues par les éprouvettes sollicitées en cisaillement par compression, les plus faibles pour les essais de traction directe et de fendage.

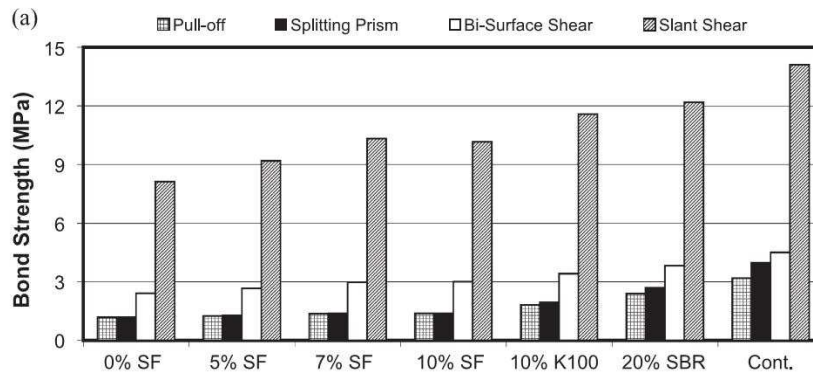


Figure I-32 : Adhérence mesurée avec les méthodes de la Figure I-31 pour une faible rugosité de surface du support [Momayez 2005]

I.3.1.3 Influence des polymères sur l'adhésion des mortiers

L'adhérence des mortiers sur un support en béton augmente quand le mortier est modifié par des polymères [Afridi 1995]. Cette augmentation dépend du type et de la quantité de polymère ajouté.

I.3.1.4 Influence de la rugosité

Rugosité d'un support en béton

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour mesurer la rugosité de surfaces en béton [Courard 2012] :

- Méthode de la "tâche de sable", couramment utilisée pour mesurer la macrotecture d'une surface de chaussée, décrite dans la norme NF EN 13036-1 [NF EN 13036-1] (Figure I-33). Elle permet de mesurer la profondeur moyenne de texture PMT en millimètres, encore appelé indice de rugosité, en fonction du volume de sable et du diamètre moyen de la surface couverte par le matériau. On utilise couramment des billes de verre ou du sable avec des granulométries contrôlées. L'utilisation de cette méthode est recommandée dans la norme NF EN 1766 [NF EN 1766] précisant les propriétés

des supports utilisés pour les tests d'adhérence par traction directe avec un sable de granulométrie comprise entre 50 et 100 μm .

Cette méthode est rapide, non-destructive et applicable sur le terrain. Cependant, elle ne peut s'appliquer qu'aux surfaces horizontales et permet de mesurer des indices de rugosité entre 0,25 et 5 mm.



Figure I-33 : Méthode de la tâche de sable pour évaluer la macrotexture d'une surface [Courard 2012]

- Méthodes profilométriques. Dans ce cas, les variations de la géométrie de surface sont détectées par un capteur qui balaie toute la surface. Dans le cas de la profilométrie mécanique (Figure I-34 (a)), la géométrie de la pointe utilisée a une influence sur le profil mesuré. Des rugosités très faibles ne seront pas détectées si la pointe est trop large. La profilométrie laser (Figure I-34 (b)) par contre est adaptée pour ce type de rugosité. Dans ce cas, un laser est envoyé sur la surface étudiée. La distance entre le dispositif de mesure et l'échantillon est influencée par la rugosité. Il est alors possible d'avoir une représentation numérique de la surface de l'échantillon.

A partir de ces mesures, on peut déduire différents paramètres caractéristiques de la rugosité de la surface:

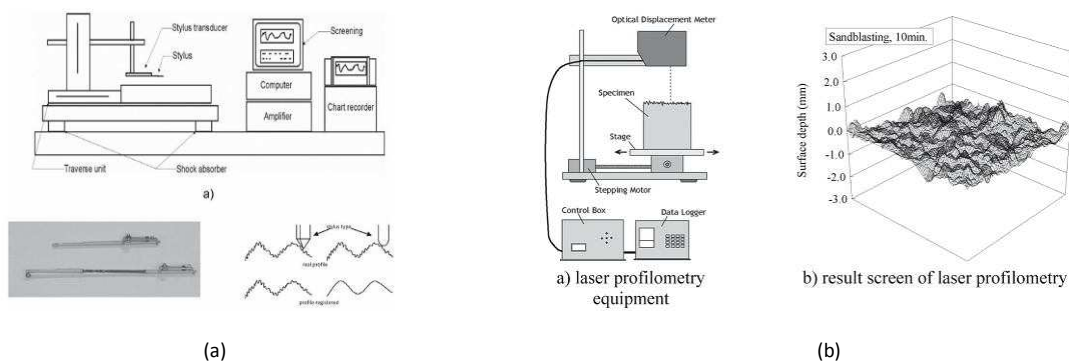
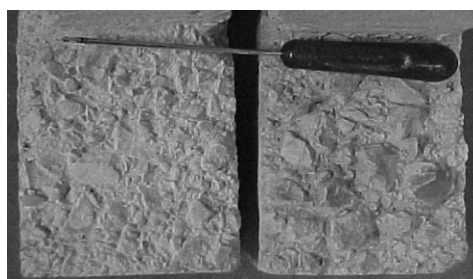


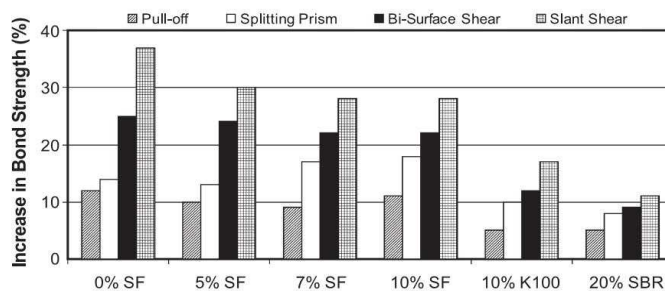
Figure I-34 : Principes de la profilométrie (a) mécanique et (b) laser [Courard 2012]

Influence de la rugosité sur l'adhérence

L'adhérence est également plus élevée si on augmente la rugosité de la surface [Momayez 2005]. Cette augmentation est plus ou moins importante selon le type de test utilisé. Ces méthodes de caractérisation sont donc sensibles à la rugosité de surface. Ces résultats montrent aussi que l'effet de la rugosité est plus important pour les matériaux peu adhérents, constitués de ciment, alors qu'il est plus faible pour les mortiers contenant 20% de SBR qui ont une adhésion plus élevée (Figure I-35).



(a)



(b)

Figure I-35 : Influence de l'adhérence sur l'adhérence des mortiers (a) Rugosités de surface étudiées (b) Pourcentage d'augmentation de l'adhérence sur surface très rugueuse par rapport aux surfaces peu rugueuses [Momayez 2005]

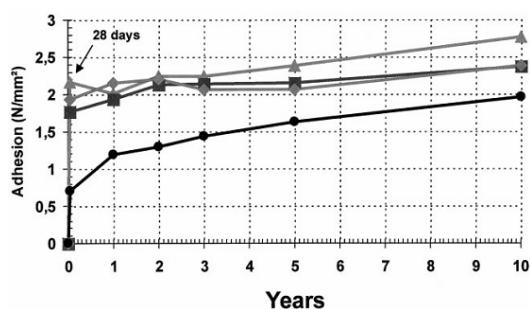
I.3.1.5 Influence de la saturation en eau du support

Certains travaux montrent [Courard 2006] montrent que les transferts d'eau à l'interface support-mortier de réparation peuvent créer une zone de grande porosité, dont l'épaisseur peut varier de 10 à 100 μm . La présence de cette zone peut résulter de deux phénomènes :

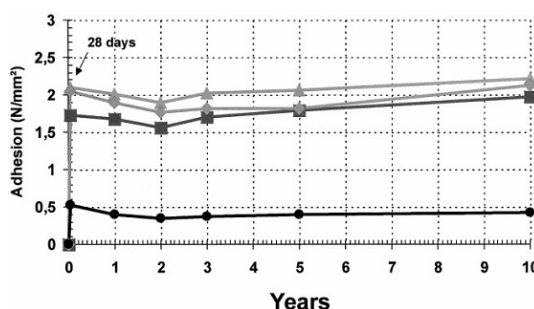
- si le support est sursaturé en eau, il reste à sa surface un mince film d'eau qui provoque une augmentation du rapport E/C à l'interface, et donc l'augmentation de la porosité dans cette zone. Malgré des recommandations de travailler sur des supports saturés secs, de l'eau peut rester bloquée dans les porosités du béton, surtout lorsque le support est sablé.
- si le support est sec, il absorbe rapidement l'eau du mortier frais, ce qui entraîne la chute du rapport E/C à l'interface, et donc une hydratation incomplète du ciment.

I.3.1.6 Evolution de l'adhérence en fonction du temps

Très peu d'études ont été consacrées à l'évolution de l'adhérence de mortiers modifiés par des polymères à long terme. Schulze et Killermann [Schulze 2001] font cette étude dans le cas de mortiers modifiés par trois poudres redispersibles différentes (éthylène-vinyl acétate EVA ($T_g = -7^\circ\text{C}$), éthylène-vinyl chloride-vinylaurate EVC ($T_g = 1^\circ\text{C}$) et styrène-acrylate SA ($T_g = 20^\circ\text{C}$)). Le rapport P/C est de 12% et le rapport E/C est constant et égal à 0,5. L'adhésion de ces mortiers a été mesurée pendant 10 ans de conservation en climat intérieur et extérieur (Figure I-36).



Climat extérieur



Climat intérieur

Figure I-36 : Evolution de l'adhérence de mortiers modifiés en fonction du temps en climat intérieur et extérieur (● : mortier non-modifié, ▲ : EVA, ■ : EVC, ◆ : SA) [Schulze 2001]

On peut observer que l'adhésion des mortiers augmente avec l'addition de polymère, et qu'elle augmente également en fonction du temps pendant les dix années de conservation en climat extérieur. Dans ces conditions, les matériaux disposent de suffisamment d'humidité pour continuer à s'hydrater. L'adhérence la plus élevée est obtenue pour les mortiers modifiés par de l'EVA. En climat intérieur, l'adhérence reste constante après 28 jours. Pour ces deux types de vieillissement, on n'observe pas de dégradation de l'adhésion avec le temps.

1.3.1.7 Observation de la zone de transition

A. Backelandt [Backelandt 2005] a utilisé trois méthodes d'observation différentes afin d'étudier la zone de transition de pâtes de ciment imprégnées d'une résine époxy. Ces techniques permettent de confirmer l'existence d'une zone de transition et d'en mesurer l'épaisseur (Figure I-37).

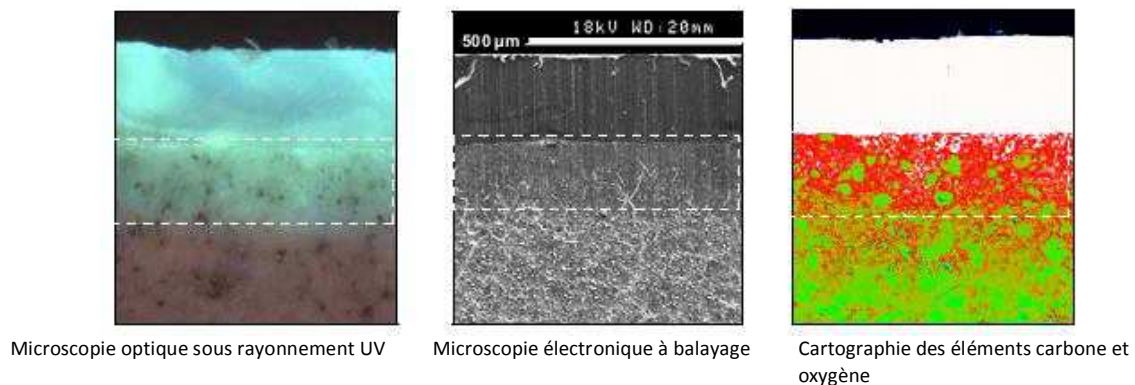


Figure I-37 : Trois méthodes d'observation de la zone de transition observée lors de l'imprégnation d'une pâte de ciment par une résine époxy [Backelandt 2005]

1.3.2 Création de piles électrochimiques

Quand une structure en béton est atteinte par la corrosion des armatures et que l'ouvrage est réparé, une partie des chlorures du béton dégradé reste présent. Dans ce cas, il existe toujours un risque de reprise ou même d'accélération de la corrosion, le plus souvent à proximité de la réparation réalisée [Vaysburd 2000].

Ces piles électrochimiques sont créées car le matériau de réparation a des propriétés différentes du béton environnant : humidité, taux d'oxygène ou de chlorures ([Snover 2012], Figure I-38)... Par exemple, lorsque les armatures ne sont pas entièrement dégagées du béton encore pollué, l'acier est enrobé à la fois par le béton encore contaminé et le mortier de réparation et se corrode alors très rapidement. La dégradation du produit de réparation est alors très rapide, de l'ordre d'une année.

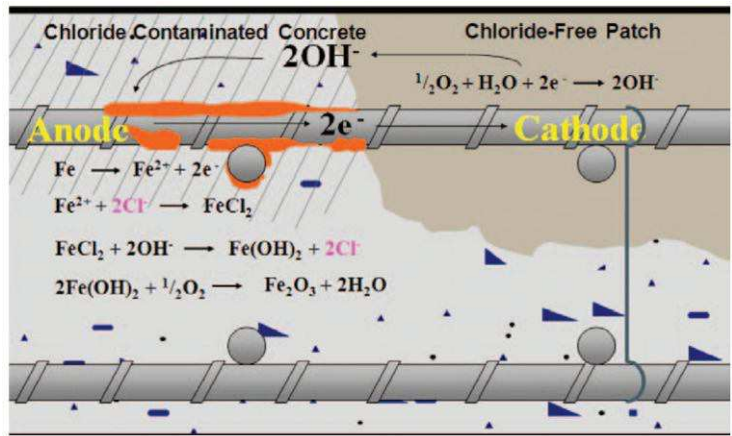


Figure I-38 : Corrosion accélérée dans une structure réparée [Snover 2012]

I.4 Conclusion

Les principaux résultats publiés sur les mortiers modifiés par des polymères montrent que leur microstructure a une influence sur les propriétés macroscopiques des matériaux. En effet, pendant leur durcissement, le polymère est filmifié et la phase liante est composée des films de polymères entremêlés aux hydrates de ciment. Pour cela, une phase de conservation en conditions sèches est nécessaire pendant la prise du mortier afin d'assurer la filmification du polymère. La résistance de l'interface liant-granulat est également améliorée.

Ainsi, la porosité des mortiers modifiés par des polymères diminue, entraînant l'augmentation de leurs propriétés mécaniques, de leur adhérence sur un support en béton et la diminution de leur perméabilité.

Ces résultats montrent donc qu'on peut attendre des durées de vie supérieures pour des réparations réalisées avec des liants hydrauliques modifiés. Cependant, la durabilité d'une réparation

ne dépend pas uniquement des propriétés intrinsèques du matériau utilisé. D'autres paramètres entrent également en compte comme la compatibilité des propriétés des deux matériaux et les conditions dans lesquelles les réparations sont réalisées.

Des études complémentaires sont donc nécessaires pour estimer l'évolution de la durabilité des réparations réalisées avec des mortiers modifiés en étudiant notamment :

- les variations d'adhérence en fonction des caractéristiques des supports, du temps et des conditions environnementales
- le risque de corrosion des aciers lorsque le béton est réparé avec ce type de mortier.

Références bibliographiques

- AFGC 2003** : *Réhabilitation du béton armé dégradé par la corrosion*, Documents Scientifiques et Techniques de l'AFGC, 2003
- Afridi 1995** : M.U.K. Afridi, Y. Ohama, M.Zafar Iqbal, K. Demura, *Water retention and adhesion of powdered and aqueous polymer-modified mortars*, Cement and Concrete Composites 17, p. 113-118 (1995)
- Afridi 1990** : M.U.K. Afridi, Y. Ohama, M.Zafar Iqbal, K. Demura, *Morphology of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in polymer-modified mortars and effect of freezing and thawing action on its stability*, Cement and Concrete Composites 12, p. 163-173, 1990
- Afridi 2001** : M.U.K. Afridi, Y. Ohama, K. Demura, M.Z. Iqbal, *A note on the comparison of crack resistance of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ crystals of unmodified and polymer-modified mortars in carbonated atmosphere*, Cement and Concrete Research 31, p. 1643-1645, 2001
- Afridi 2003** : M.U.K. Afridi, Y. Ohama, K. Demura, M.Zafar Iqbal, *Development of polymer films by the coalescence of polymer particles in powdered and aqueous polymer-modified mortars*, Cement and Concrete Research 33, p. 1715–1721, 2003
- Aggarwal 2007** : L.K. Aggarwal, P.C. Thapliyal, S.R. Karade, *Properties of polymer-modified mortars using epoxy and acrylic emulsions*, Construction and building materials 21, p.379–383, 2007
- Al-Zahrani 2003** : M.M. Al-Zahrani, M. Maslehuddin, S.U. Al-Dulaijan, M. Ibrahim, *Mechanical properties and durability characteristics of polymer- and cement-based repair materials*, Cement & Concrete Composites 25, p. 527–537, 2003
- Anagnostopoulos 2007** : C. A. Anagnostopoulos, *Cement–clay grouts modified with acrylic resin or methyl methacrylate ester: Physical and mechanical properties*, Construction and building materials 21, p. 252–257, 2007
- Arguilie 1985** : G. Arguilie, J. Grandet, J. P. Ollivier, *Orientation de la portlandite dans les mortiers et bétons de ciment Portland: Influence de la nature et de l'état de surface du support de cristallisation*, Matériaux et Constructions 18, p. 263-267, 1985
- Backelandt 2005** : A. Backelandt, *Etude des mécanismes d'adhésion à l'interface résine/ciment en vue de la réparation des ouvrages d'art du génie civil*, Thèse, INSA de Lyon, 2005
- Barluenga 2004** : G. Barluenga, F. Hernandez-Olivares, *SBR latex modified mortar rheology and mechanical behaviour*, Cement and Concrete Research 34, p. 527–535, 2004
- Beeldens 2002** : A. Beeldens, *Influence of polymer modification on the behaviour of concrete under severe conditions*, Thèse, Université Catholique de Louvain, 2002
- Beeldens 2005** : A. Beeldens, D. Van Gemert, H. Schorn, Y. Ohama, L. Czamecki, *From microstructure to macrostructure: an integrated model of structure formation in polymer-modified concrete*, Materials and Structures 38, p. 601-607, 2005

- Betioli 2009** : A.M. Betioli, J. Hoppe Filho, M.A. Cincotto, P.J.P. Gleize, R.G. Pileggi, *Chemical interaction between EVA and Portland cement hydration at early-age*, Construction and Building Materials 23, p. 3332-336, 1996
- Chalençon 2010** : F. Chalençon, *Étude des interactions rhéologie, fissuration et microstructure pour le développement d'un outil de formulation : application aux mortiers poreux minces fibrés dédiés à l'ITE*, INSA de Lyon, 2010
- Courard 2006** : L. Courard, *Durabilité des réparations en béton : entre théorie et pratique*, Septième édition des Journées scientifiques du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton, Toulouse, 2006
- Courard 2012** : L. Courard, A. Garbacz, B. Bissonnette, *Topography evaluation methods for concrete substrates: parametric study*, Concrete repair, Rehabilitation and Retrofitting III – Alexander et al. (eds), p. 1053- 1058, 2012
- Emmons 1996** : P.H. Emmons, A.M. Vaysburd, *System concept in design and construction of durable concrete repairs*, Construction and Building Materials 10, p. 69-75, 1996
- FABEM 2008** : *Reprise des bétons dégradés*, FABEM 1, Guides du STRRES, 2008
- Goto 2006** : T. Goto, *Influence des paramètres moléculaires du latex sur l'hydratation, la rhéologie et les propriétés mécaniques des composites ciment/latex*, Thèse, Université Paris VI, 2006
- Hassan 2000** : K.E. Hassan, P.C. Robery, L. Al-Alawi, *Effect of hot-dry curing environment on the intrinsic properties of repair materials*, Cement and concrete composites 22, p. 453-458 (2000)
- Kim 1998** : J.-H. Kim, R. E Robertson, A. E Naaman, *Structure and properties of poly(vinyl alcohol)-modified mortar and concrete*, Cement and Concrete Research 29, p. 407-415, 1999
- Larbi 1990** : J.A. Larbi, J.M.J.M. Bijen, *Interaction of polymers with portland cement during hydration: A study of the chemistry of the pore solution of polymer-modified cement systems*, Cement and Concrete Research 20, p. 139-147
- LCPC 1996** : *Choix et application des produits de réparation et de protection des ouvrages en béton*, Guide LCPC, Presses du LCPC, 1996
- Liu 1996** : Y. Liu, R.E. Weyers, *Modeling the time to corrosion cracking of the cover concrete in chloride contaminated reinforced concrete structures*, Thèse, Blacksburg Virginia, 1996.
- Mangat 1999** : P.S. Mangat, M.C. Limbachiya, *Effect of initial curing on chloride diffusion in concrete repair materials*, Cement and Concrete Research 29, p. 1475-1485, 1999
- Mansur 2009** : A.A.P. Mansur, O.L. do Nascimento, H.S. Mansur, *Physico-chemical characterization of EVA-modified mortar and porcelain tiles interfaces*, Cement and Concrete Research 39, p. 1199-1208, 2009
- Medeiros 2009** : M.H.F. Medeiros, P. Helene, S. Selmo, *Influence of EVA and acrylate polymers on some mechanical properties of cementitious repair mortars*, Construction and Building Materials 23, p. 2527–2533, 2009

- Momayez 2005** : A. Momayez, M.R. Ehsani, A.A. Ramezani pour, H. Rajaie, *Comparison of methods for evaluating bond strength between concrete substrate and repair materials*, Cement and Concrete Research 35, p. 748–757, 2005
- Morgan 1996** : D.R. Morgan, *Compatibility of concrete repair materials and systems*, Construction and Building Materials 10, p. 57-67, 1996
- Nasser 2010** : A. Nasser, *La corrosion des aciers dans le béton à l'état passif et par carbonatation : Prise en compte des courants galvaniques et des défauts d'interface acier – béton*, Thèse, Université de Toulouse, 2010
- Nepomuceno 2006** : A.A. Nepomuceno, C. Andrade, *Steel protection capacity of polymeric based cement mortars against chloride and carbonation attacks studied using electrochemical polarization resistance*, Cement & Concrete Composites 28, p. 716–721, 2006
- NF EN 1504** : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton – Définitions, prescriptions, maîtrise de la qualité et évaluation de la conformité
- NF EN 1504-1** : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton – Définitions, prescriptions, maîtrise de la qualité et évaluation de la conformité – Partie 1 : Définitions, 2005
- NF EN 1504-3** : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton – Définitions, prescriptions, maîtrise de la qualité et évaluation de la conformité – Partie 3 : réparation structurale et réparation non structurale, 2006
- NF EN 1542** : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Méthodes d'essais - Mesurage de l'adhérence par traction directe, 1999
- NF EN 1766** : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Méthodes d'essais - Bétons de référence pour essais, 2000
- NF EN 13036-1** : Caractéristiques de surface des routes et aérodromes - Méthodes d'essai - Partie 1 : mesurage de la profondeur de macrotecture de la surface d'un revêtement à l'aide d'une technique volumétrique à la tâche, 2010
- Nicot 2008** : P. Nicot, *Interactions mortier-support : éléments déterminants des performances et de l'adhérence d'un mortier*, Thèse, Université de Toulouse, 2008
- Ohama 1987** : Y. Ohama, *Principle of Latex Modification and Some Typical Properties of Latex-Modified Mortars and Concretes*, ACI Materials Journal 84, p. 511-518, 1987
- Ohama 1995** : Y. Ohama, *Handbook of polymer-modified concrete and mortars, properties and process technology*, Noyes Publications, 1995
- Ohama 1997** : Y. Ohama, *Recent progress in concrete polymer composites*, Advn Cem Bas Mat 5 p. 31-40, 1997
- Ohama 1998** : Y. Ohama, *Polymer based admixtures*, Cement and concrete composites 20, p.189-212, 1998

- Ollitrault 1998** : R. Ollitrault-Fichet, C. Gauthier, G. Clamen, P. Boch, *Microstructural aspects in a polymer modified cement*, Cement and Concrete Research 28, p. 1687-1693, 1998
- Puterman 1998** : M. Puterman, W. Malorny, *Some doubts and ideas on the microstructure formation of PCC*, IXth International Congress on Polymers in Concrete ICPIC'98, Bologna, p. 165-178, 1998,
- Ramli 2012** : M. Ramli, A. A. Tabassi, *Effects of polymer modification on the permeability of cement mortars under different curing conditions: A correlational study that includes pore distributions, water absorption and compressive strength*, Construction and Building Materials 28, p. 561-570, 2012
- Rossignolo 2009** : J.A. Rossignolo, *Interfacial interactions in concretes with silica fume and SBR latex*, Construction and Building Materials 23, p. 817-821, 2009
- Rozenbaum 2005** : O. Rozenbaum, R. J.-M. Pellenq, H. Van Damme, *An experimental and mesoscopic lattice simulation study of styrene-butadiene latex-cement composites properties*, Materials and Structures 38, p. 467-478, 2005
- Schulze 2001** : J. Schulze, O. Killermann, *Long-term performance of redispersible powders in mortars*, Cement and Concrete Research 31, p. 357-362, 2001
- Shaker 1997** : F.A. Shaker, A.S. El-Dieb, M.M. Reda, *Durability of SBR latex modified rubber*, Cement and Concrete Research 27, p. 711-720, 1997
- Silva 2001** : D.A. Silva, V.M. John, J.L.D. Ribeiro, H.R. Roman, *Pore size distribution of hydrated cement pastes modified with polymers*, Cement and Concrete Research 31, p. 1177-1184, 2001
- Silva 2002** : D.A. Silva, H.R. Roman, P.J.P. Gleize, *Evidences of chemical interaction between EVA and hydrating Portland cement*, Cement and Concrete Research 32, p. 1383-1390, 2002
- Simon 1998** : L. SIMON, *Réactivité des espèces du fer en milieu aqueux contenant des anions de la famille du soufre : sulfite, sulfate, thiosulfate, séléniate. Propriétés thermodynamiques et structurales de composés Fe(II)-Fe(II) de type rouille verte*, Thèse, Université Henri Poincaré, Nancy I, 1998
- Snover 2012** : R.M. Snover, A.M. Vaysburd, B. Bissonnette, D.F. Burke, *Random thoughts on concrete repair specification'ills and treatment prescriptions*, Concrete repair, Rehabilitation and Retrofitting III – Alexander *et al.* (eds), p. 853-861, 2012
- Song 2008** : H.-W. Song, H.-B. Shim, A. Petcherdchoo, S.-K. Park, *Service life prediction of repaired concrete structures under chloride environment using finite difference method*, Cement & Concrete Composites 31, p. 120-127, 2009
- Vaysburd 2000** : A.M Vaysburd, P.H Emmons, *How to make today's repairs durable for tomorrow – corrosion protection in concrete repair*, Construction and Building Materials, 14, p. 189-197, 2000
- Vaysburd 2006** : A.M. Vaysburd, *Holistic system approach to design and implementation of concrete repair*, Cement and Concrete Composites 28, p. 671-678, 2006

Wang 2005 : R. Wang, P.-M. Wang, X.-G. Li, *Physical and mechanical properties of styrene–butadiene rubber emulsion modified cement mortars*, *Cement and Concrete Research* 35, p. 900– 906, 2005

Yang 2009 : Z. Yang, X. Shi, A. T. Creighton, M. M. Peterson, *Effect of styrene–butadiene rubber latex on the chloride permeability and microstructure of Portland cement mortar*, *Construction and Building Materials* 23, p. 2283–2290, 2009

II MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Les matériaux et techniques expérimentales utilisés pour l'étude des mortiers de réparation sont présentés dans ce chapitre. La première partie porte sur les matériaux qu'ils soient commerciaux ou fabriqués en laboratoire. La deuxième partie est consacrée à la présentation des moyens techniques utilisés pour la caractérisation des mortiers commerciaux et fabriqués en laboratoire et leur préparation. Dans les parties suivantes sont présentées les techniques utilisées pour analyser les propriétés physico-chimiques, mécaniques (résistance mécanique et adhérence) et de durabilité (propriétés de transfert et celles liées à la corrosion) des mortiers.

II.1 Matériaux

Deux types de matériaux ont fait l'objet de nos études, des produits commerciaux qui ont servi de matériaux témoins et des mortiers formulés en laboratoire.

II.1.1 Mortiers commerciaux

Cinquante produits de réparation de surface sont actuellement certifiés NF 030 et répertoriés par l'organisme de certification AFNOR en 2012 dans son catalogue de produits spéciaux destinés aux constructions en béton hydraulique [AFN 2012]. Vingt-huit de ces produits sont des mortiers modifiés par des polymères (PCC : Polymer Concrete Cement) et vingt-deux sont des mortiers non-modifiés (CC : Concrete Cement). Parmi les produits modifiés, uniquement trois sont des mortiers bi-composants et les vingt-cinq autres des mortiers monocomposants. Compte tenu de leur prédominance, notre choix pour les produits de l'étude s'est porté sur les mortiers monocomposants.

Afin de pouvoir fixer la formulation des mortiers préparés en laboratoire, puis de pouvoir comparer leurs performances, nous avons étudié six mortiers monocomposants modifiés par des polymères, provenant de trois fabricants.

Les caractéristiques générales des produits commerciaux, issues des fiches techniques des fabricants, sont reportées dans le Tableau II-1. Pour des raisons de confidentialité, les produits commerciaux sont désignés dans ce manuscrit par des codes de M1 à M6.

Il est utile de préciser que les fiches techniques ne donnent aucune précision sur la composition des produits.

Tableau II-1 : Mortiers commerciaux de réparation (données issues des fiches techniques)

Produit	Granulométrie maximale en mm	Rapport massique eau/mortier	Classe*	Couleur
M1	0,1 à 2,0	0,12 à 0,15	R4	gris
M2	2	0,10 à 0,12	R4	gris
M3	0,1 à 2,0	0,11 à 0,12	R4	gris
M5	3	0,15	R3	gris clair
M4	1,5	0,16	R2	gris clair béton
M6	1	0,17	R4	gris

*Suivant la norme NF EN 1504-3 [NF EN 1504-3]

II.1.2 Mortiers formulés en laboratoire

La formulation des mortiers fabriqués en laboratoire a été définie à partir des informations et des résultats obtenus après la caractérisation que nous avons effectuée sur les produits commerciaux (cf. chapitre III). Les matériaux de base utilisés pour formuler les mortiers de laboratoire sont les suivants :

- Du sable normalisé CEN certifié conforme EN 196-1 [EN 196-1] dont la granulométrie est précisée dans le Tableau II-2. Ce sable est siliceux.

Tableau II-2 : Granulométrie du sable normalisé CEN 196-1

Tamis ouverture des mailles (mm)	Refus cumulés (%)
0,08	99 ± 1
0,16	87 ± 5
0,5	67 ± 5
1	33 ± 5
1,6	7 ± 5
2	0

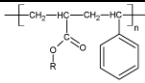
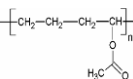
- Du ciment de type CEM I. Sa composition minérale est reportée dans le Tableau II-3.

Tableau II-3 : Composition du ciment CEM I

Composant	Teneur (%)	Composant	Teneur (%)
CaO	62,48	Na ₂ O	0,27
SiO ₂	19	K ₂ O	0,48
Al ₂ O ₃	4,53	SO ₃	2,88
Fe ₂ O ₃	4,55	Cl ⁻	0,02
MgO	2,53	PAF	2,81

- Deux types de polymères commerciaux : du styrène acrylate (SA) et de l'éthylène vinyle acétate (EVA). Les informations fournies par les fiches-produits sont résumées dans le Tableau II-4.

Tableau II-4 : polymères commerciaux

	Formule chimique	T _g (°C)	pH (en suspension dans l'eau à 10%)	TMMF*	Colloïde protecteur
SA		-6,5	7,5 – 9,5	Env. 0°C	Alcool polyvinylique
EVA		-7	6 - 9	+ 0°C	Alcool polyvinylique

*Température minimale de formation de film

- De l'eau du robinet. Sa quantité dans les différentes formulations de laboratoire a été ajustée pour obtenir une consistance égale à la moyenne de celles des mortiers commerciaux.

Dans le cadre de cette étude, nous n'avons pas utilisé d'adjuvant, ni de fibre synthétique pour la fabrication de ces mortiers.

II.2 Préparation des mortiers

Les mortiers ont été préparés dans un malaxeur de trois litres (Figure II-1).



Figure II-1 Malaxeur à mortier

Le Tableau II-5 présente le protocole de fabrication utilisé.

Tableau II-5: Protocole de fabrication des mortiers

	1	2	3	4	5	6	7
Tâches	Introduction des matières solides (sable, ciment, polymère)	Malaxage	Ajout de l'eau	Malaxage	Raclage du malaxeur	Repos	Malaxage
Durée		120s	30s	30s	30s	60s	120s
Vitesse du malaxeur	-	Lente	Lente	Rapide	-	-	Rapide

Après malaxage, les mortiers sont coulés dans plusieurs types de moules en fonction des essais à réaliser. Trois types d'éprouvettes ont été utilisés pour les différentes études :

- Des éprouvettes 4x4x16 cm³ qui ont été coulées dans des moules en acier pré-équipés ou non d'un système permettant le suivi des retraits (Figure II-2(a)). Chaque moule est rempli en deux phases et à la fin de chaque phase, le mortier est compacté par 60 coups sur une table à choc, conformément à la norme EN 196-1 [EN 196-1]. Ce type d'éprouvettes a été utilisé pour les essais mécaniques et les mesures de retrait, d'adhérence et de porosité. Les mesures de porosité accessible à l'eau ont été réalisées sur des éprouvettes 4x4x4 cm³ issues du sciage des éprouvettes 4x4x16 cm³. Le protocole que nous avons choisi pour les mesures d'adhérence est développé dans le chapitre V.

Après coulage, les échantillons ont été conservés dans une enceinte à 100% d'humidité relative et à $20\pm 2^\circ\text{C}$. Ils ont été démoulés au bout de 24h et ensuite conditionnés dans des conditions spécifiques selon les essais auxquels ils sont destinés.

- Des éprouvettes cylindriques de dimensions 11x22 cm ont été fabriquées dans des moules en carton (Figure II-2(b)). Elles ont été utilisées pour les essais de diffusion des ions chlorure. Le compactage a été réalisé manuellement.
- Des éprouvettes cylindriques armées de dimensions 5x10 cm ont été fabriquées pour les essais d'électrochimie. Les moules correspondants sont en plastique. La fabrication de ce type d'éprouvette est détaillée dans le paragraphe II.5.2.1 de ce chapitre.

Les échantillons utilisés pour les essais de caractérisation par diffraction des rayons X, analyse thermogravimétrique et microscopie électronique à balayage sont des fragments d'éprouvettes $4\times 4\times 16\text{ cm}^3$.

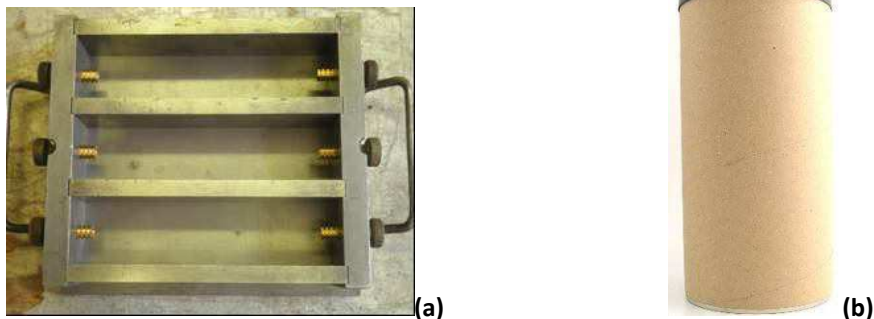


Figure II-2 : Les différents types de moules utilisés : (a) $4\times 4\times 16\text{ cm}^3$ (b) 11x22 cm

II.3 Caractéristiques chimiques et minéralogiques

Pour déterminer la composition des mortiers commerciaux, nous avons procédé, d'une part, à une analyse minéralogique des phases minérales et, d'autre part, à une identification des polymères utilisés.

L'analyse minéralogique est basée sur l'analyse chimique élémentaire combinée à des analyses par diffraction aux rayons X et à des analyses thermiques. Ces caractérisations permettent de remonter à la composition de la phase minérale des mortiers (composition du ciment et nature du sable). En ce qui concerne la partie polymère (nature et quantité), des déterminations par analyses thermiques couplées à des mesures par spectroscopie infrarouge et à des observations par microscopie électronique à balayage (MEB) ont été réalisées.

Nous présentons dans cette partie l'ensemble des techniques utilisées.

II.3.1 Analyse chimique élémentaire

La spectroscopie d'émission atomique par couplage inductif plasma (ICP-AES ou Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectroscopy) permet de doser, entre autres, la silice, l'aluminium, le fer, le magnésium, le manganèse, le titane, le calcium, le sodium et le potassium. Les résultats sont généralement exprimés sous forme d'oxydes.

Cette technique est basée sur la variation d'énergie survenant lors d'une transition électronique entre deux niveaux électroniques différents. Un atome possède un grand nombre de niveaux d'énergie possibles. Une raie spectrale résulte de la transition électronique entre certains de ces niveaux. Lorsqu'un atome est excité, il quitte l'état fondamental pour passer à un niveau électronique supérieur mais cette forme instable le pousse à rejoindre le niveau fondamental en réémettant un rayonnement sous forme d'énergie. Etant donné que chaque atome émet un ensemble de raies spectrales à des longueurs d'ondes caractéristiques, parfaitement connues et répertoriées, et que l'intensité des rayonnements est proportionnelle à la quantité d'éléments à doser, une comparaison des rayonnements émis, analysés par un dispositif optique et traités par informatique, avec ceux obtenus lors de l'étalonnage de l'appareil permet de caractériser chaque élément qualitativement et quantitativement.

La spectrométrie d'émission atomique est basée sur l'excitation d'un plasma d'argon par une haute fréquence. Le plasma est un gaz partiellement ionisé, électriquement neutre et en son sein, les températures atteintes, de l'ordre de 5000 à 6000°C, permettent d'analyser une grande partie des éléments du tableau périodique.

Le spectromètre d'émission atomique utilisé est un ULTIMA 2000 de Jobin-Yvon (Figure II-3).



Figure II-3. Appareil ICP-AES ULTIMA 2000

L'échantillon de matériau est préalablement mis en solution par attaque acide (HNO_3 au 1/50^{ème}) et cette solution est introduite par un gaz d'argon dans le plasma sous forme d'aérosol. Il subit successivement une désolvatation, une atomisation, une ionisation et une excitation. Les particules

excitées se dés excitent spontanément, en émettant un rayonnement électromagnétique qui sera analysé par le dispositif.

II.3.2 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X et à regarder l'intensité des rayons X qui est diffusée selon l'orientation de l'espace. Les rayons X provoquent un déplacement du nuage électronique par rapport au noyau dans les atomes. Ces oscillations induites entraînent une réémission d'ondes électromagnétiques de même fréquence. La longueur d'onde des rayons X étant de l'ordre de grandeur des distances interatomiques, les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructives ou destructives. Selon la direction de l'espace, il y a un flux important de photons X ou au contraire très faible. Ces variations selon les directions forment le phénomène de diffraction des rayons X. Les directions dans lesquelles les interférences sont constructives, appelées « pics de diffraction », peuvent être déterminées par la loi de Bragg (II.1) :

$$2d_{hkl} \sin \vartheta = n.\lambda \quad (II.1)$$

Où n est le nombre entier de l'ordre de réflexion, λ est la longueur d'onde des rayons X, d_{hkl} est la distance interréticulaire (distance entre deux plans cristallographiques) désignée par les indices de Miller (h,k,l) et ϑ est l'angle de diffraction

Les analyses diffractométriques sont effectuées sur le diffractomètre PHILIPS PW3830 avec le rayonnement K_{α} du cobalt (40 KV et 30 mA) et au moyen d'un compteur proportionnel (Figure II-4).



Figure II-4 : Vue d'ensemble les installations de diffraction des rayons X

II.3.3 Analyses thermiques

Les analyses thermiques comprennent l'analyse thermogravimétrique (ATG) couplée à l'analyse thermique différentielle (ATD).

L'ATG permet le suivi des variations de la masse d'un échantillon soumis à des conditions d'environnement évolutives : la température, l'atmosphère réactionnelle (milieu réducteur ou

oxydant). L'interprétation des résultats est facilitée par la courbe dérivée (DTG) qui permet de distinguer les différentes réactions chimiques qui se produisent lors de la montée en température à travers les pertes enregistrées par la courbe ATG.

L'ATD permet la mesure des enthalpies des diverses réactions tout au long du chauffage dans le milieu réactionnel. La courbe ATD se caractérise par une suite de pics exothermiques ou endothermiques.

Les analyses thermogravimétriques et les analyses thermiques différentielles ont été effectuées avec un analyseur thermique simultané NETZSCH STA 409E (5) avec les conditions opératoires suivantes :

- prise d'essai de l'ordre de 160 mg placée dans un creuset en platine taré et calciné.
- chauffage de 25 °C à 1150 °C à 10 °C/min sous balayage d'air (80 mL/min),

La thermobalance est étalonnée sur tout le domaine de température compris entre 25 et 1250°C par analyse d'étalons certifiés afin de déterminer le coefficient de sensibilité qui permet de calculer les enthalpies directement en J/g.



Figure II-5. Vue d'ensemble et schéma de la STA 409 E de Netzsch

II.3.4 Microscope électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Le principe de base consiste à bombarder la surface d'un échantillon avec un faisceau d'électrons transmis par un filament de tungstène et d'analyser les électrons émis après l'interaction entre la surface de l'échantillon et les électrons. Un dispositif intermédiaire permet au faisceau de balayer la surface à examiner et un autre l'analyse des électrons réfléchis. Deux types d'électrons entrent en jeu ici, les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés, ce qui donne lieu à deux types d'analyse.

Les électrons secondaires résultent d'une interaction inélastique des électrons incidents avec le matériau analysé et sont émis dans les couches superficielles proches de la surface (inférieur à 10 nm), ce qui les rend sensible à toute variation de la surface. Cette variation modifie la quantité d'électrons collectés. Ces électrons donnent donc un renseignement topographique de l'échantillon

analysé. L'analyse de ce type d'électrons est effectuée sur des fractures fraîches de mortier attaquées par une solution d'acide chlorhydrique à 3 % en volume pour dissoudre la matrice cimentaire et ainsi faciliter l'observation de la phase polymère et l'évaluation de la cohésion du matériau. Des observations identiques sont aussi réalisées sur des échantillons sans traitement pour observer leur topographie.

Les électrons rétrodiffusés sont quant à eux des électrons résultant de l'interaction des électrons du faisceau primaire avec des noyaux d'atomes de l'échantillon, et qui ont réagi de façon quasi élastique avec les atomes de l'échantillon. Ces électrons fortement énergétiques peuvent pénétrer jusqu'à 450 nm et être réémis par la matière. Ils sont sensibles au numéro atomique des atomes constituant l'échantillon. Les atomes les plus lourds réémettront plus d'électrons que les atomes légers car ils ont une quantité plus importante de protons. Ainsi, les zones claires correspondront aux atomes lourds et les zones sombres aux atomes plus légers. L'analyse de ce type d'électron est réalisée sur des échantillons de mortier enrobés dans une résine et polis. Elle permet l'observation la répartition élémentaire des composés de l'échantillon analysé.

Il est à noter que les échantillons utilisés pour les observations au MEB sont prélevés parmi les débris des mortiers issus des essais mécaniques. La préparation des échantillons se fait par fracture au marteau pour préserver la microstructure et l'agencement des cristaux au sein de la matrice cimentaire. Ils sont aussi métallisés pour éviter la surcharge d'électrons sur leur surface. Les échantillons ont été soumis à des tensions d'accélération de 20 kV et 25 kV respectivement pour les surfaces polies et pour les fractures fraîches.

Les observations microscopiques des échantillons ont été effectuées à l'aide du microscope Quanta 400 (Figure II-6) sous vide partiel.



Figure II-6: Microscope électronique à balayage

II.3.5 Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge (IR) est basée sur l'absorption d'un rayonnement IR par le matériau analysé. Elle permet, via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques entre deux atomes, d'identifier les fonctions chimiques caractéristiques de certains matériaux et notamment des matériaux polymères.

Pour les analyses en spectroscopie IR, des pastilles de KBr contenant le matériau à caractériser sous forme de poudre ont été préparées et analysées en transmission. Un spectromètre Nicolet Impact 380 a été utilisé. Les spectres ont été enregistrés en mode transmittance, avec une résolution de 4 cm^{-1} et une accumulation de 32 spectres, et traités avec le logiciel Omnic 3.1.

II.4 Caractéristiques physiques et mécaniques

Nous avons étudié les caractéristiques des mortiers à l'état frais et à l'état durci. A l'état frais, le temps de prise, l'affaissement et le retrait ont été analysés. La porosité accessible à l'eau et les propriétés mécaniques ont été étudiées sur des échantillons de mortier durci.

II.4.1 Temps de prise

Le prisomètre Vicat a permis de mesurer le temps de début de prise des mortiers (Figure II-7) suivant la procédure expérimentale décrite dans la norme EN 196-3+A1 [EN 196-3+A1].

Le temps de début de prise correspond à un enfoncement de l'aiguille jusqu'à une distance de $6 \pm 3\text{ mm}$ de la plaque de base.



Figure II-7: Appareil Vicatronic pour la mesure de prise Vicat et échantillon en cours d'essai

II.4.2 Affaissement au mini-cône d'Abrams

Les tests de consistance ont été réalisés sur un mini-cône d'Abrams (diamètres de 50 et 100 mm, hauteur de 150 mm) en se basant sur la norme NF EN 12350-2 [NF EN 12350-2]. Le principe de ces tests est décrit dans la Figure II-8.

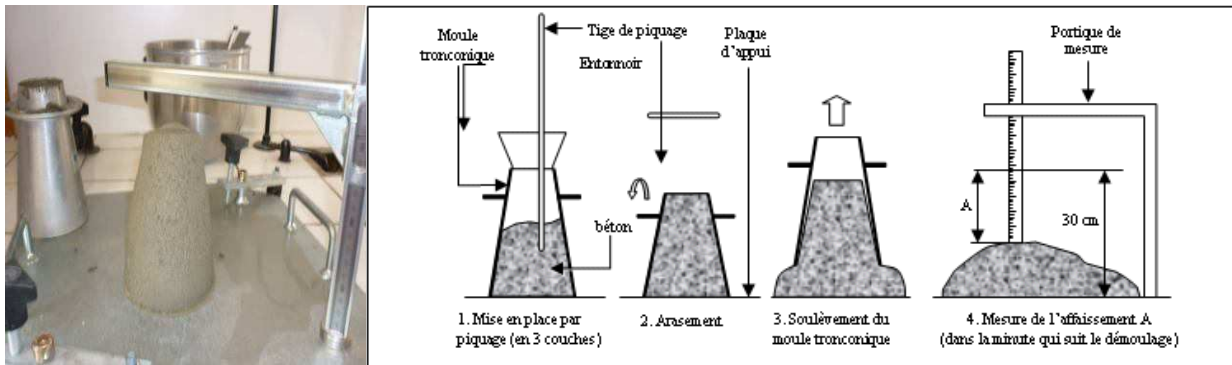


Figure II-8 : Test d'affaissement / principe

II.4.3 Retrait

Seul le retrait de dessiccation a été mesuré. Au cours de ces mesures, les éprouvettes 4x4x16 cm ont été conservées dans l'ambiance du laboratoire après le démoulage ($21 \pm 2^\circ\text{C}$ et 60 % d'humidité relative).

Ces mesures ont été réalisées suivant la norme NF P 15-433 [NF P 15-433]. La précision de cette mesure est de 0,005 mm par rapport à la longueur du témoin (160 mm) (Figure II-9).



Figure II-9 : Mesure des retraits sur éprouvette

II.4.4 Porosité accessible à l'eau

La mesure de la porosité accessible à l'eau a été faite suivant la norme NF P18-459 [NF P18-459]. L'essai nécessite de réaliser les pesées suivantes : pesées dans l'air (M_{air}) et dans l'eau (M_{eau}) du matériau qui a subi une imbibition dans l'eau sous vide (pression inférieure à 25 mbar pendant 48 heures), et pesée de ce même matériau séché à 40°C jusqu'à stabilisation de la masse (M_{sec}), c'est-à-dire lorsque deux pesées consécutives espacées de 24 heures ne diffèrent pas de plus de 0,05%.

La masse volumique (ρ_{sec} en kg/m^3) et la porosité (ϕ en %) sont données par les formules suivantes :

$$\rho_{sec} = \frac{M_{sec}}{V_{\text{éprouvette}}} = \frac{M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \times \rho_{eau} \quad (II.2)$$

$$\phi = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \times 100 \quad (II.3)$$

II.4.5 Caractéristiques mécaniques

Les essais mécaniques ont été réalisés suivant la norme EN 196-1 [EN 196-1]. Les mesures ont été effectuées sur une presse à mortier (Figure II-10). Ce type de presse permet de réaliser, sur une éprouvette 4x4x16 cm, un test de résistance à la flexion et deux tests de résistance à la compression. Pour chaque composition, trois éprouvettes ont été caractérisées.



Figure II-10 : (a) Presses à mortier (pour flexion à droite et pour compression à gauche). (b) moniteur de commande

D'autres mesures mécaniques ont été réalisées pour caractériser l'adhérence des mortiers de réparation. Elles sont présentées dans le chapitre V.

II.5 Caractéristiques de durabilité

Les caractéristiques de durabilité que nous avons étudiées sont liées à l'aspect corrosion des aciers. Il s'agit des propriétés de transfert dans les matériaux de réparation et du comportement électrochimique des aciers dans ces matériaux.

II.5.1 Propriétés de transfert

L'objectif de ces essais est d'étudier les cinétiques de pénétration d'espèces chimiques dans les matériaux de réparation. La pénétration des ions chlorure et la carbonatation ont été étudiées.

II.5.1.1 Diffusion des ions chlorure

Cet essai est réalisé suivant la norme XP P18-462 [XP P18-462]. Il consiste mesurer la profondeur atteinte par les chlorures au sein d'un échantillon.

L'échantillon est un cylindre de 5 cm d'épaisseur et de 11 cm de diamètre obtenu après sciage d'éprouvettes cylindriques 11 x 22 cm. Au préalable, l'échantillon est mis sous vide puis saturé avec une solution de NaOH à 0,1 mol.L⁻¹ pendant 72h. Après avoir enrobé sa surface latérale par une résine étanche, l'échantillon est placé dans le dispositif de mesure. Ce dispositif composé de deux compartiments dont l'un est rempli d'une solution d'ions chlorure (concentration de 1 mol.L⁻¹) et l'autre d'une solution non chlorurée. Afin de limiter la lixiviation de l'échantillon, les deux compartiments contiennent une solution, chlorurée ou non, de NaOH à 0,1 mol. L⁻¹. Le montage est schématisé dans la Figure II-11.

Afin de provoquer la migration des ions chlorure du compartiment contenant des chlorures vers le compartiment qui en est exempt, une différence de potentiel entre 25 et 30 V est imposé entre les deux compartiments et maintenue constante. Après l'essai, l'échantillon est fendu perpendiculairement à la surface immergée dans la solution de chlorure et le front de pénétration est mesuré par pulvérisation de nitrate d'argent. La solution de nitrate d'argent réagit avec les ions chlorure et cette zone devient plus foncée caractéristique de la formation de chlorure d'argent.

Le coefficient de diffusion déterminé, appelé apparent, est un coefficient global qui prend en compte les interactions entre les ions chlorure et la matrice cimentaire. Le calcul du coefficient de diffusion apparent (D_{app} en m².s⁻¹) des ions chlorure est donnée par l'équation (II.4).

$$D_{app} = \frac{R.T}{Z.F} \cdot \frac{e}{\Delta E} \cdot \frac{x_d}{\Delta t} \cdot \frac{\alpha \cdot \sqrt{x_d}}{\Delta t} \quad (II.4)$$

$$\text{Avec } \alpha = 2.k \cdot \sqrt{\frac{R.T}{Z.F} \cdot \frac{e}{\Delta E}}$$

Où R la constante des gaz parfaits (8.314 J.K⁻¹.mol⁻¹), T la température de l'essai (293K), Z la valence de l'ion chlorure (1), F la constante de Faraday égale à 96487 J.V⁻¹.mol⁻¹, x_d la profondeur de pénétration des ions chlorure mesurée par colorimétrie (m), Δt la durée de l'essai (min), ΔE la

différence de potentiel aux bornes des deux compartiments (V), C_0 (mol.L^{-1}) la concentration initiale en ions chlorure du compartiment contenant la solution chlorurée et k une constante dépendant de C_0 . $k = 1,044$ pour $C_0 = 1 \text{ mol.L}^{-1}$.

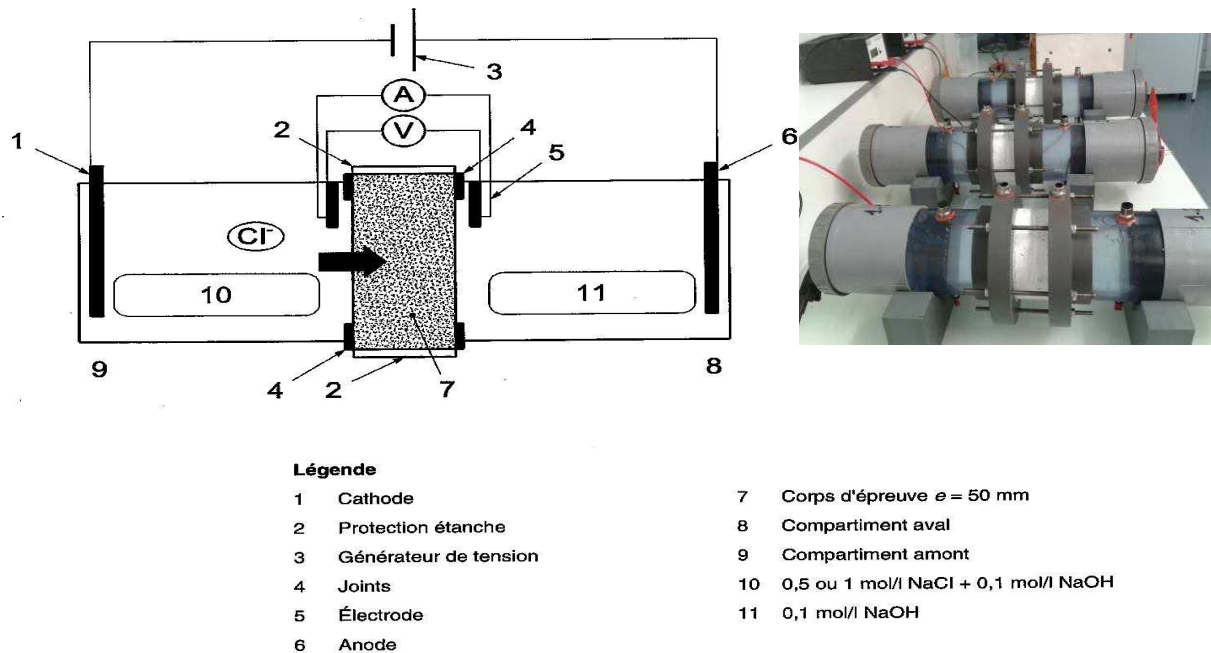


Figure II-11 : Schéma illustrant le dispositif pour l'essai de migration sous champ électrique

II.5.1.2 Diffusion du CO_2 – carbonatation accélérée

Le principe des essais de carbonatation accélérée est de soumettre les échantillons à un environnement riche en CO_2 sous une humidité relative contrôlée. Le protocole utilisé est basé sur la norme EN 13295 [EN 13295]. Pour cet essai, une teneur en CO_2 de 0,5% et une humidité relative de $60 \pm 10\%$ ont été utilisées. Préalablement à l'essai, les échantillons de mortier sont conditionnés en milieu ambiant c'est-à-dire à $21 \pm 2^\circ\text{C}$ et 60% d'humidité relative.

Pour mesurer la profondeur de carbonatation, la pulvérisation d'un indicateur coloré, la phénolphthaléine, permet de visualiser les zones carbonatées sur des surfaces fendues de béton : la phénolphthaléine est incolore sur les zones carbonatées et rose sur les zones saines. Sa zone de virage se situe à un pH environ égal à 9, valeur que prend le pH du milieu lorsqu'il est carbonaté (Figure II-12).



Figure II-12 : Epreuve imprégnée de phénolphtaléine pour la mesure la profondeur de carbonatation

II.5.2 Caractéristiques électrochimiques

L'objectif des essais électrochimiques que nous avons effectués vise à estimer le rôle de la présence des polymères dans le mortier de réparation sur le comportement électrochimique des aciers au contact de ce mortier. Il s'agit d'une première étape pour aborder le rôle d'une réparation par un mortier polymère sur l'éventuel développement d'un mécanisme de corrosion dans les zones non réparées.

II.5.2.1 Préparation des éprouvettes

Des barreaux d'acier pour béton armé bas carbone ont été prélevés sur une barre d'acier lisse de 2 m. Chaque barreau a une longueur de 10 cm et 6 mm de diamètre. Après les avoir polis avec du papier abrasif de type SiC jusqu'au grade 1200 et nettoyés à l'acétone, une zone de 3 cm de longueur (surface d'étude de $5,65 \text{ cm}^2$) est délimitée par une résine époxyde qui permet également d'isoler la connexion électrique (Figure II-13). Placé dans un moule équipé pour centrer correctement l'acier, le mortier d'étude est ensuite coulé avec une épaisseur d'enrobage de 2,2 cm.



Figure II-13 Coupe transversale d'une éprouvette en mortier armé

II.5.2.2 Essais électrochimiques

L'appareillage utilisé (Figure II-14) est un montage classique à trois électrodes :

- Une électrode de référence au calomel saturé
- Une contre-électrode en platine
- Une électrode de travail.

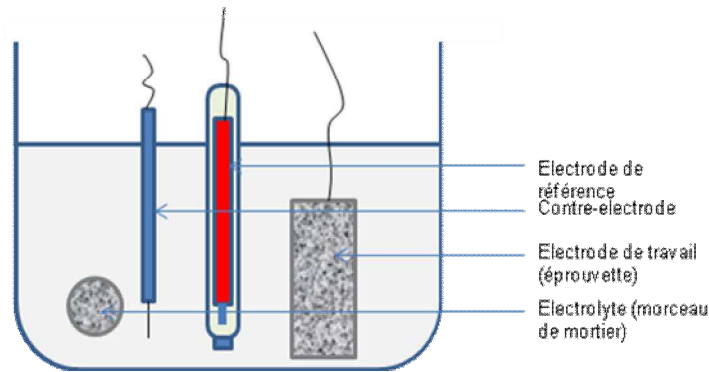


Figure II-14 : Montage à trois électrodes

Un potentiostat Biologic Sciences Instruments VPM2 relié à un ordinateur permet de réaliser différents types d'essai. Le logiciel EC-LAB® de Biologic Sciences Instruments est utilisé pour gérer les essais et traiter les données. Les trois électrodes sont placées dans un électrolyte composé d'eau distillée et d'un morceau de mortier en équilibre avec cette solution, ce qui permet d'avoir une solution conductrice et d'éviter la dissolution de l'échantillon d'étude. Les cinq types d'essais réalisés sont décrits ci-après.

II.5.2.3 Potentiel libre

La mesure du potentiel libre est un essai qualitatif permettant d'évaluer l'état de conservation de l'acier dans le mortier. On mesure la différence de potentiel entre l'armature et une électrode de référence. Les valeurs obtenues permettent d'estimer la probabilité de corrosion de l'acier (Tableau II-6). Un potentiel élevé indique une passivation de l'armature tandis qu'un potentiel faible indique un risque de corrosion de l'acier.

Tableau II-6 : Probabilité de corrosion en fonction du potentiel de demi-cellule [NF EN 480-14]

Potentiel de corrosion (mV/SCE)	Probabilité de corrosion
> -125	Faible risque (<10%)
de -125 à -275	Risque incertain (50%)
< -275	Risque élevé (>90%)

II.5.2.4 Impédance

La spectroscopie d'impédance électrochimique est utilisée pour caractériser l'interface acier-béton. Elle permet d'analyser le processus souvent très complexes impliquant des réactions entre la surface et la solution.

Elle consiste à imposer un signal électrique alternatif en un point de fonctionnement supposé quasi-stationnaire pendant la mesure. Une petite variation sinusoïdale ΔV de la tension acier-électrode de référence dans un intervalle de fréquence très large, engendre une perturbation sinusoïdale ΔE du potentiel de corrosion E_{corr} . A chaque fréquence, la réponse de l'intensité du

courant ΔI est un signal déphasé par rapport à ΔV . L'impédance peut donc s'écrire sous la forme suivante :

$$Z = \frac{\Delta E}{\Delta I} \quad (II-5)$$

L'impédance électrochimique est une grandeur complexe qui peut être décomposée en un terme résistif en phase avec le signal d'entrée et un terme capacitif déphasé d'un angle de 90° .

$$Z = R_e + \frac{R_t}{1 + jRC\omega t} \quad (II-6)$$

Où ω est la fréquence angulaire ($\omega = 2\pi f$), R_e est la résistance de l'électrolyte, C la capacité interfaciale et R_t la résistance de transfert de charge.

L'impédance électrochimique peut être représentée dans le plan complexe par le diagramme de Nyquist (Figure II-15). De manière simplifiée, R_e est la résistance correspondant au mortier, R_t et C sont respectivement une résistance et une capacité correspondant à l'interface acier/mortier.

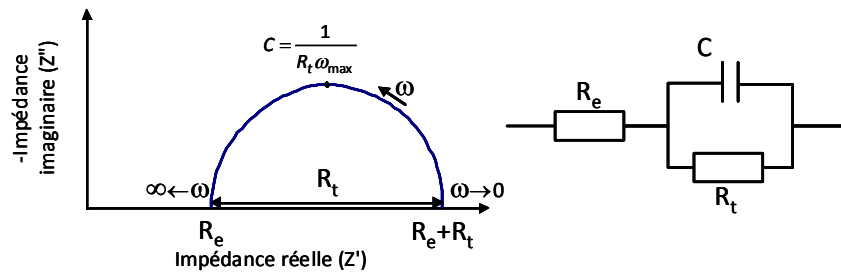


Figure II-15 – Représentation du circuit électrique équivalent et du diagramme de Nyquist

II.5.2.5 Résistance de polarisation

La détermination de la résistance de polarisation permet d'évaluer la vitesse de corrosion. Pour cet essai, on fait varier le potentiel de 20 millivolts autour du potentiel de corrosion (Figure II-16), ce qui donne grâce à la loi d'Ohm la résistance de polarisation R_p . On peut ensuite déduire l'intensité de corrosion I_{corr} (II.7):

$$I_{corr} (A/cm^2) = \frac{B}{R_p} \quad (II.7)$$

Où B est le coefficient de Tafel de valeur 26 mV pour les aciers au carbone.

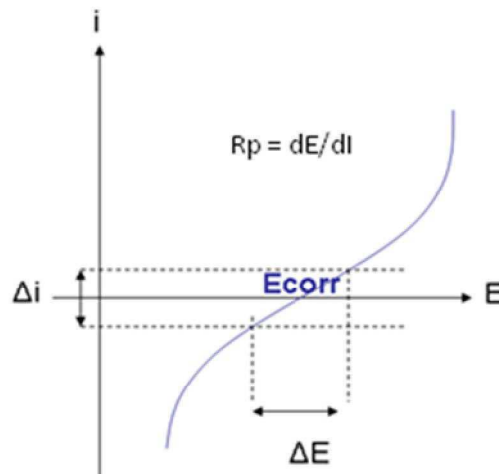


Figure II-16 : Courbe de résistance à la polarisation mesurée près du potentiel de corrosion

II.5.2.6 Polarisation dynamique

L'essai de polarisation dynamique $I=f(E)$ est un essai destructif. Aussi appelé « courbe intensité potentiel », il permet d'évaluer le palier de passivation d'un acier, soit la capacité de l'acier à être protégé au sein de la matrice cimentaire. On effectue un balayage de $-1,2$ V/SCE à $1,2$ V/SCE à la vitesse de $14,5$ mV/min en relevant l'intensité du courant (Figure II-17).

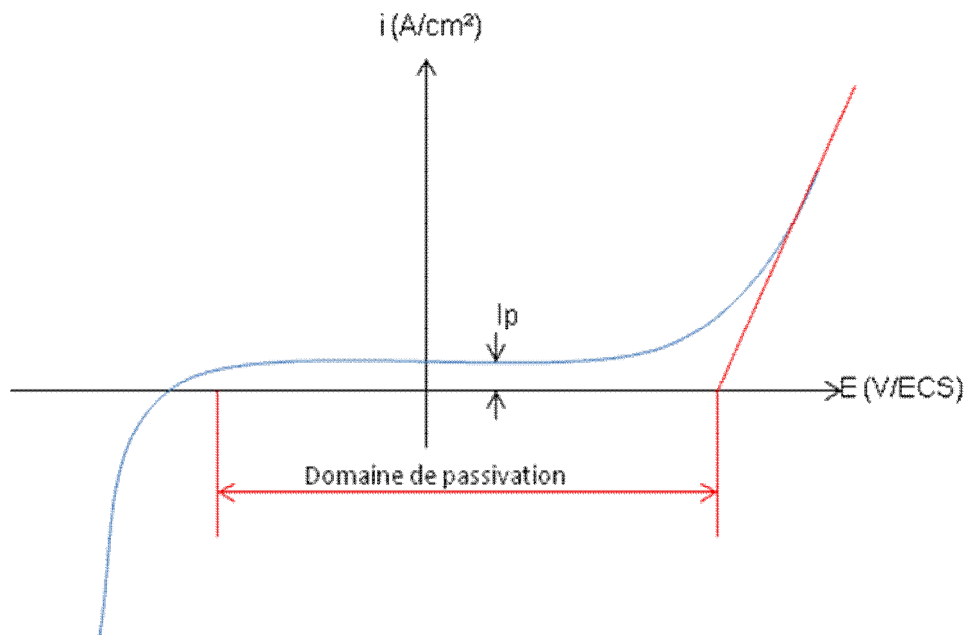


Figure II-17 – Exemple de courbe de polarisation dynamique

Cet essai permet de caractériser la passivation de l'acier (intensité i_p) et de relever le potentiel de transpassivation E_p . Ces deux paramètres constituent des éléments importants pour qualifier la passivation de l'acier et le risque de corrosion dû à des éléments délétères tels que les chlorures.

II.5.2.7 Ampérométrie à potentiel constant

Cet essai se base sur une norme [NF EN 480-14] initialement destinée la caractérisation des adjuvants pour béton et notamment leur risque vis-à-vis de la corrosion. L'ampérométrie à potentiel constant, $I=f(t)$, est un essai destructif qui dure 24 heures. On impose un potentiel constant de 260 mV/SCE et on mesure l'intensité tout au long de l'essai, pour observer si la repassivation de l'acier s'effectue de manière correcte.

II.6 Conclusion

Ce chapitre regroupe l'ensemble des matériaux et des techniques expérimentales utilisées tout le long de ces travaux. Ce travail de thèse fait intervenir à la fois des mortiers commerciaux et des mortiers reformulés en laboratoire. Les produits commerciaux constituent pour notre travail un référentiel pour la formulation des mortiers fabriqués en laboratoire. Les chapitres suivants sont consacrés à la description des résultats expérimentaux et à leur analyse.

Références bibliographiques

AFN 2012 : Liste des produits certifiés. Produits spéciaux destinés aux constructions en béton hydraulique, Afnor Certification, Novembre 2012

NF EN 196-1 : Méthodes d'essais des ciments. - Partie 1 : détermination de la résistance mécanique, Avril 2006

NF EN 196-3 : Méthodes d'essais des ciments. - Partie 3 : détermination du temps de prise et de la stabilité, Janvier 2009

NF EN 480-14 : Adjuvant pour béton, mortier et coulis – Méthodes d'essais – Détermination sur l'effet sur la tendance à la corrosion de l'acier pour armature au moyen d'un essai électrochimique potentiostatique, Décembre 2006

NF EN 1504-3 : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Définitions, exigences, maîtrise de la qualité et évaluation de la conformité - Partie 3 : réparation structurale et réparation non structurale, Février 2006

NF EN 12350-2 : Essais pour béton frais – Partie 2 : essai d'affaissement, Avril 2012

NF EN 13295 : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Méthodes d'essai - Détermination de la résistance à la carbonatation, Octobre 2004

NF P 15-433 : Méthodes d'essais des ciments. - Détermination du retrait et du gonflement, Février 1994

NF P18-459 : Béton - Essai pour béton durci - Essai de porosité et de masse volumique, Mars 2010

XP P18-462 : Essai sur béton durci - Essai accéléré de migration des ions chlorure en régime non-stationnaire - Détermination du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure, Juin 2012

III CARACTERISATION DES MORTIERS DE REPARATION COMMERCIAUX

Des contacts pris auprès de plusieurs fabricants de produits de réparation nous ont permis de collecter un certain nombre de mortiers modifiés par des polymères. Six produits commerciaux monocomposants ont ainsi pu être étudiés. Tous ces mortiers sont certifiés NF030 suivant la norme des produits de réparation NF EN 1504-3 [NF EN 1504-3]. Ce sont des produits de type PCC selon cette même norme, c'est-à-dire des mortiers à base de ciment hydraulique modifié avec des polymères. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons aux caractéristiques de ces produits commerciaux avec comme objectif la mise au point de mortiers formulés en laboratoire de compositions parfaitement maîtrisées.

La caractérisation des mortiers commerciaux a été réalisée en trois étapes :

- Dans une première étape, une synthèse des informations présentées sur les fiches-produits a été réalisée afin de comparer les caractéristiques des mortiers,
- Dans une deuxième étape, une analyse des mortiers commerciaux a été menée afin de mieux connaître leur composition, que ce soit pour la partie minérale et la partie organique,
- Enfin, les propriétés de ces mortiers commerciaux à l'état frais et une fois durcis ont été étudiées.

III.1 Présentation générale des produits commerciaux

Une première observation des produits commerciaux, référencés M1 à M6, a été réalisée. Tous ces produits sont sous forme de poudre comme l'illustrent les exemples de la Figure III-1.



Figure III-1 : Poudres de produits commerciaux

Les principales caractéristiques que nous avons relevées sont les suivantes :

- Les produits M1, M2 et M3 proviennent du même fabricant. La taille maximale de leurs grains est dans la moyenne de celle de l'ensemble des autres produits. La fiche technique des produits M2 et M3 notifie bien qu'ils contiennent des fibres, mais celle du produit M1 n'indique aucune information à ce propos. Néanmoins, on peut en observer dans la poudre de ce mortier. Ainsi, ces trois produits commerciaux contiennent des fibres en apparence identiques ayant le même aspect que celle de la Figure III-3 (b). Ces trois produits sont de couleur grise.
- Les produits M4 et M5 sont d'un autre fabricant. Par rapport aux autres produits à notre disposition, on note que les grains de M4 ont une taille maximale relativement petite (1,5 mm de diamètre) alors que ceux du produit M5 sont deux fois plus grands. On retrouve aussi des fibres dans ces poudres. Ces produits ont aussi une couleur grise, plus claire pour le mortier M4.
- Le produit M6 provient d'un autre fabricant. La taille maximale des grains de ce produit est la plus importante comparée aux autres et sa couleur est la plus sombre. La fiche technique du produit M6 ne donne aucune indication sur l'ajout des fibres mais elles sont bien présentes puisque les fibres de la Figure III-3 (a) ont été prélevées sur ce produit.

Le Tableau III-1 résume les caractéristiques données par les fiches-produits pour les produits commerciaux étudiés. Il précise également la quantité d'eau préconisée par les fabricants pour le gâchage des mortiers. La granulométrie maximale de l'ensemble des produits est du même ordre de grandeur et très peu dispersée (entre 1,5 et 3 mm). Les produits sont de classe R3 et R4. Ces classes, définies par la norme des produits de réparation [NF 1504-3], dépendent des résistances mécaniques en compression des produits. Les produits de classe R4 ont des résistances plus élevées que ceux de la classe R3.

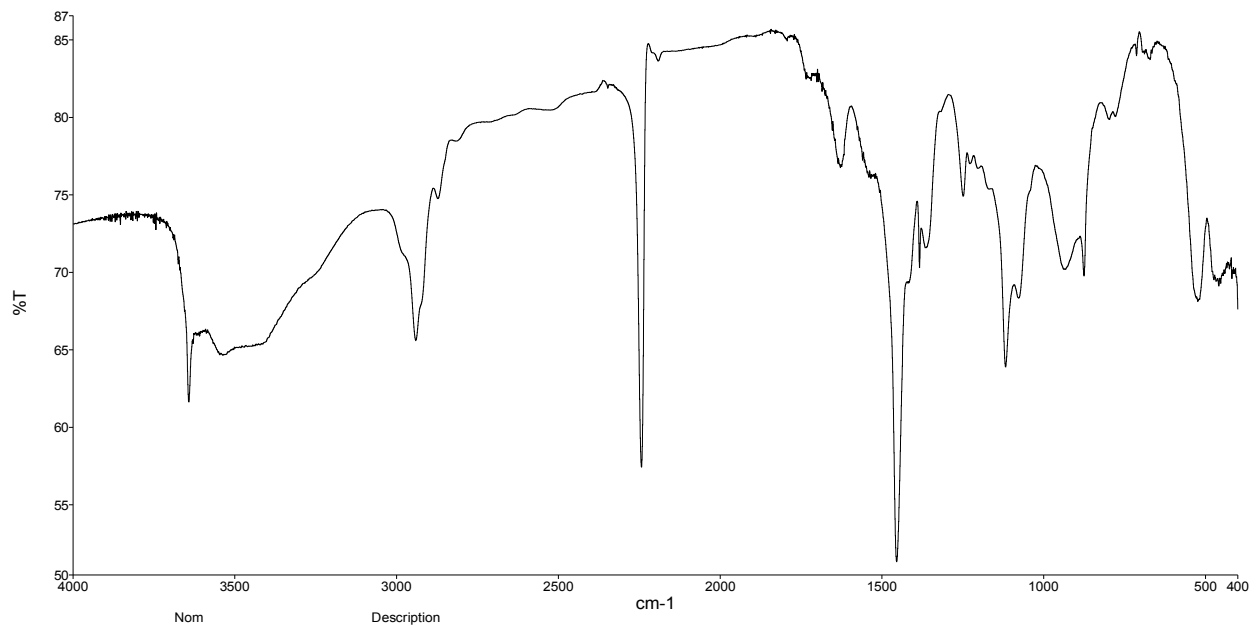
Tableau III-1 : Mortiers commerciaux de réparation. Données des fiches-produits.

Produits	Granulométrie maximale en mm	Quantité d'eau par kg de mortier	Classe*
M1	2	0,12 à 0,15	R4
M2	2	0,10 à 0,12	R4
M3	2	0,11 à 0,12	R4
M5	3	0,15	R3
M4	1,5	0,16	R3
M6	1	0,17	R4

*D'après la norme NF EN 1504-3

Comme nous l'avons indiqué, tous ces produits contiennent des fibres. Pour certains, ces fibres ont l'aspect de filaments fins (Figure III-3 (a)). C'est le cas de celles contenues dans les produits M4, M5 et M6. Dans les autres produits, les fibres ont plutôt l'aspect de tiges blanches et fragiles de quelques millimètres de long (Figure III-3 (b)) notamment dans les produits M1, M2 et M3.

Les fibres sous forme de filament ont été analysées en spectroscopie infrarouge. Elles ont été identifiées comme étant du polyacrylonitrile PAN. Leur spectre est donné sur la Figure III-2.



Bande d'absorption (cm ⁻¹)	Groupement chimique	Type de vibration	Bande d'absorption (cm ⁻¹)	Groupement chimique	Type de vibration
3500	O-H	valence	1450	C-H	Déformation (-CH ₂)
2941	C-H	valence (-CH ₂)	1100	C-H	Déformation
2240	C≡N	valence	870	C-H	Déformation

Figure III-2 : Attribution des pics observés sur le spectre infrarouge des fibres

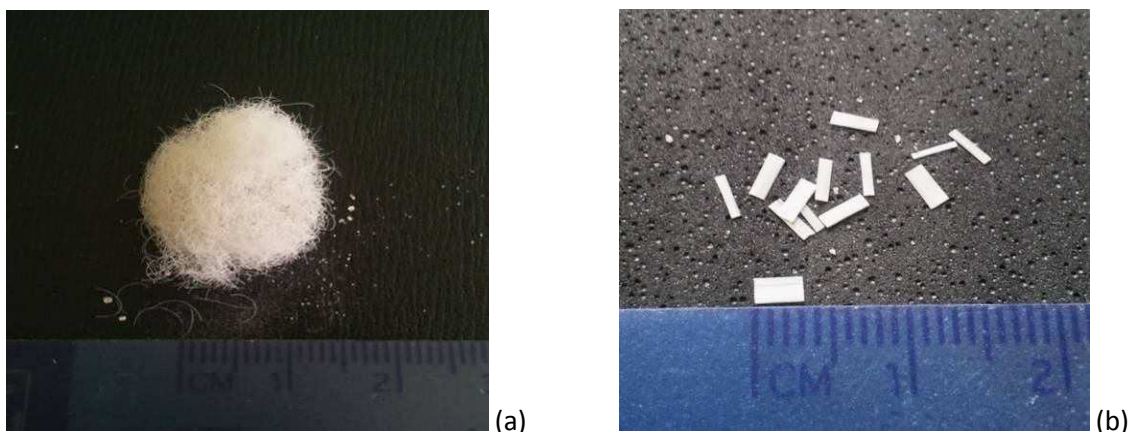


Figure III-3 : (a) Fibres du produit M4. (b) Fibres du produit M2

Les informations données par les fabricants sur leurs fiche-produits restent très générales et les compositions précises des produits ne sont pas connues.

III.2 Composition des produits commerciaux

Afin de connaître de manière précise la composition des mortiers commerciaux, des analyses physico-chimiques ont été réalisées sur les poudres sans les fibres organiques. L'objectif est de trouver la nature et les quantités de polymère, de ciment et de sable utilisées pour la formulation de ces produits.

III.2.1 Identification et quantification du polymère

Pour les essais d'identification et de quantification des constituants, les fibres ont été enlevées avant l'analyse des produits.

III.2.1.1 Analyse quantitative

Des analyses ont été réalisées par ATG-ATD sur les poudres non-hydratées afin de mettre en évidence la présence de polymère et d'en estimer la quantité. Ces analyses ont été réalisées sous atmosphère neutre (N_2) ou oxydante (air) mais aucune différence notable n'a été observée sur les spectres obtenus dans les deux conditions. Ceci s'explique par le fait que la teneur du polymère par rapport aux autres composants est très faible.

Les courbes obtenues par ATD permettent d'observer des pics correspondant à des réactions exothermiques ou endothermiques et de mesurer la quantité de chaleur dégagée. La dégradation thermique des composants minéraux se fait de façon endothermique alors que celle de la matière organique, qui produit un dégagement d'énergie, est exothermique. De ce fait, nous avons attribué les pics correspondant à des réactions exothermiques à la dégradation des polymères présents. On remarque que ces pics apparaissent sur les spectres entre 300°C et 550°C. Or les polymères généralement utilisés dans les mortiers de réparation ont des températures de dégradations de cet

ordre de grandeur, à l'instar de l'EVA qui se dégrade entre 290 et 500°C ou encore du styrène butadiène (SBR) qui se dégrade entre 327 et 500°C [Handbook 1989].

Les spectres ATG de chaque produit commercial non hydraté réalisés sous air sont présentés de la Figure III-4 à la Figure III-9.

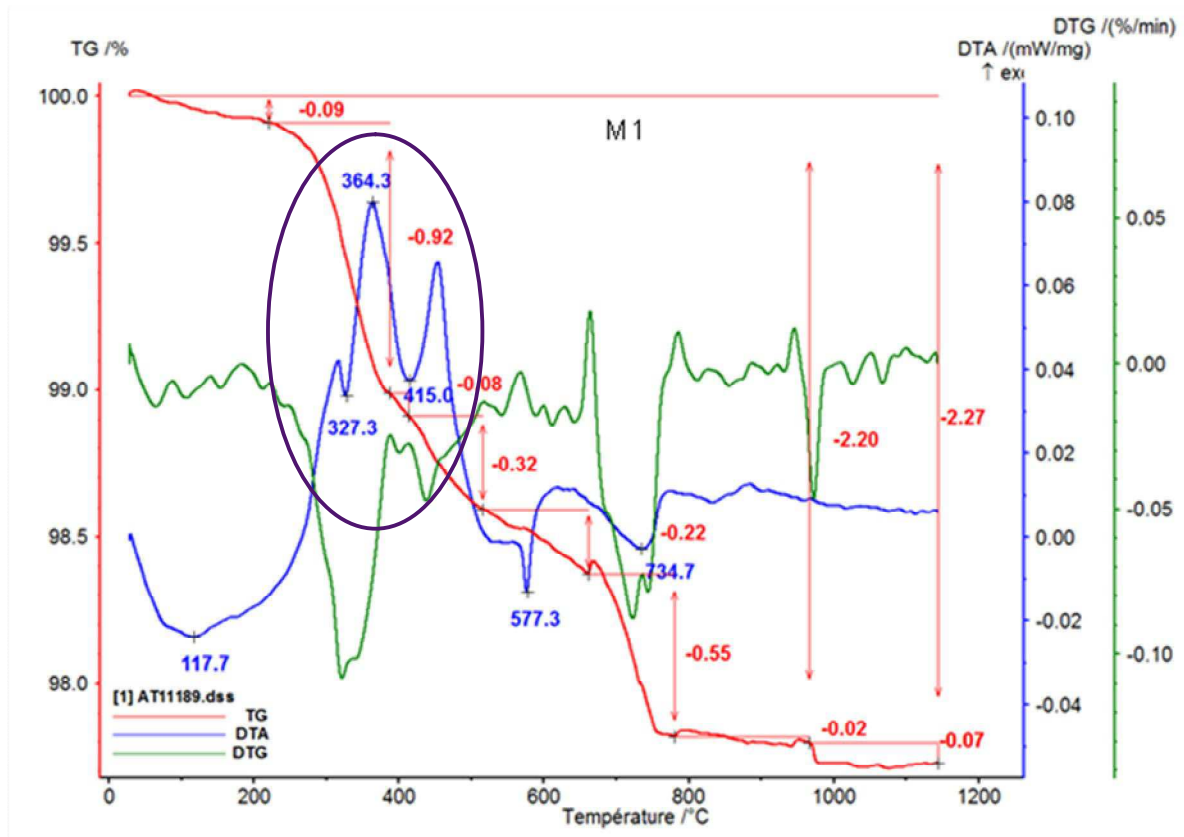


Figure III-4 : Courbes ATG et ATD du produit commercial M1 non hydraté

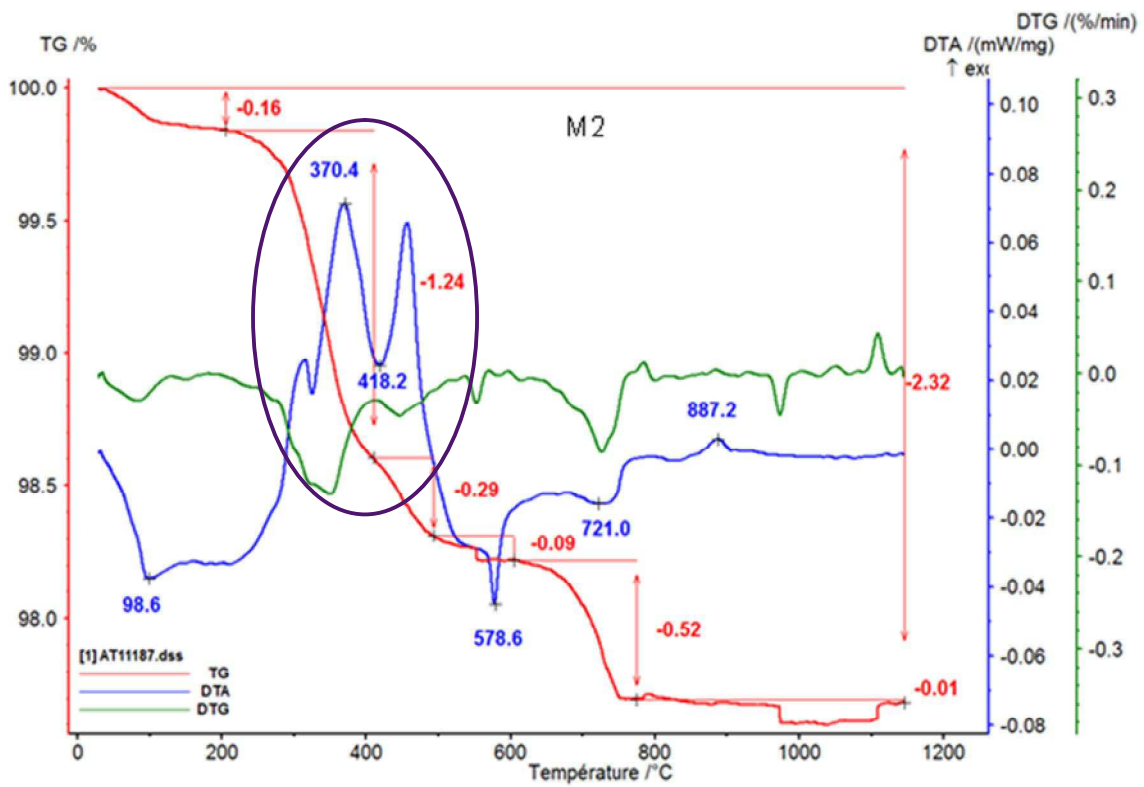


Figure III-5 : Courbes ATG et ATD du produit commercial M2 non hydraté

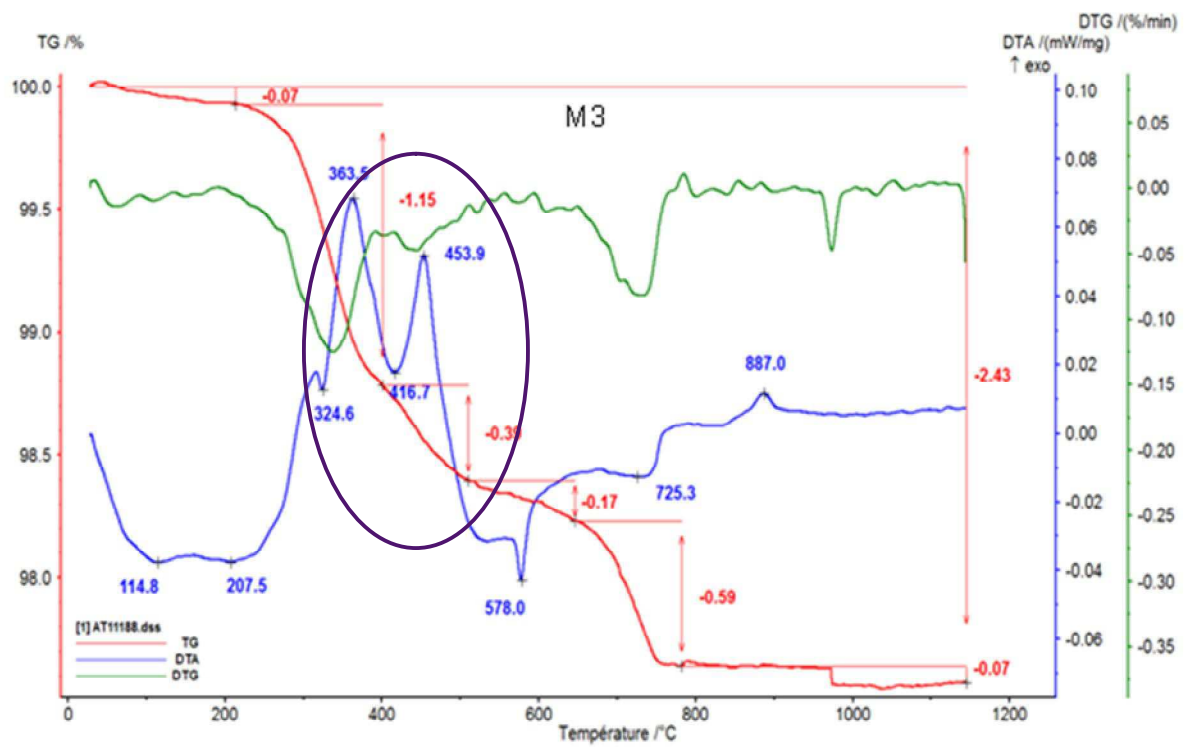


Figure III-6 : Courbes ATG et ATD du produit commercial M3 non hydraté

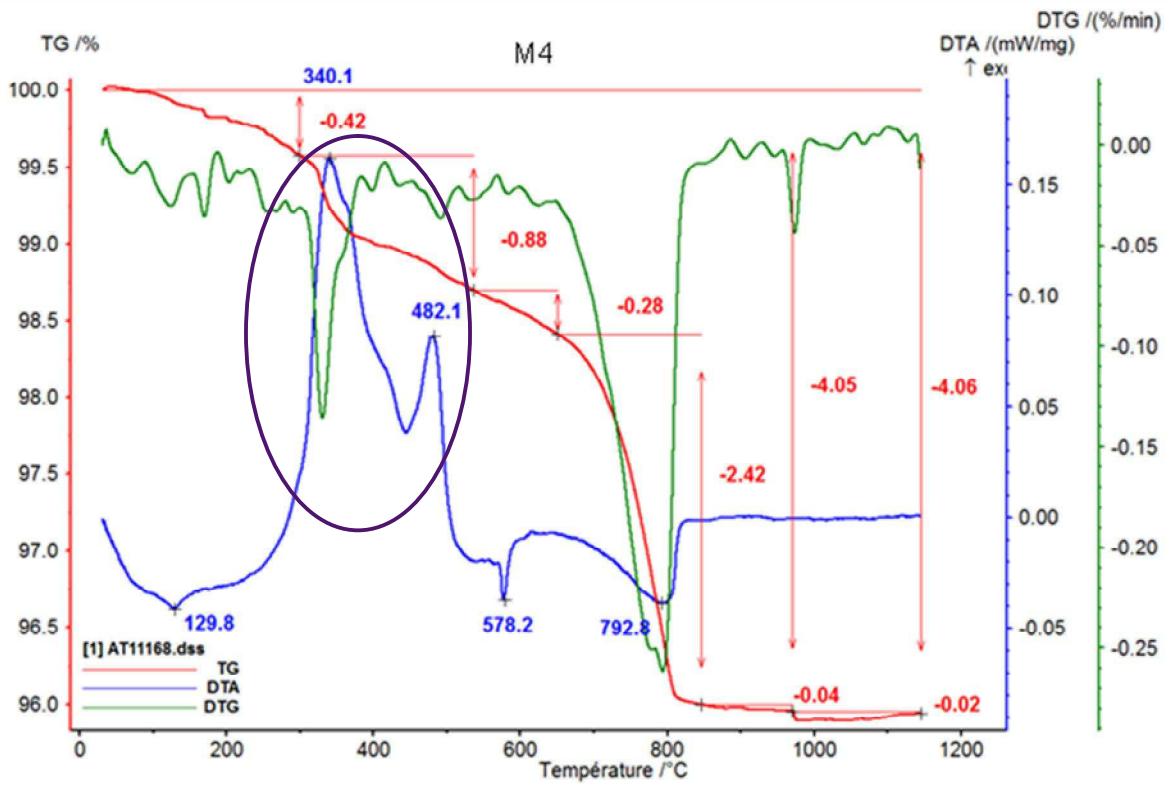


Figure III-7 : Courbes ATG et ATD du produit commercial M4 non hydraté

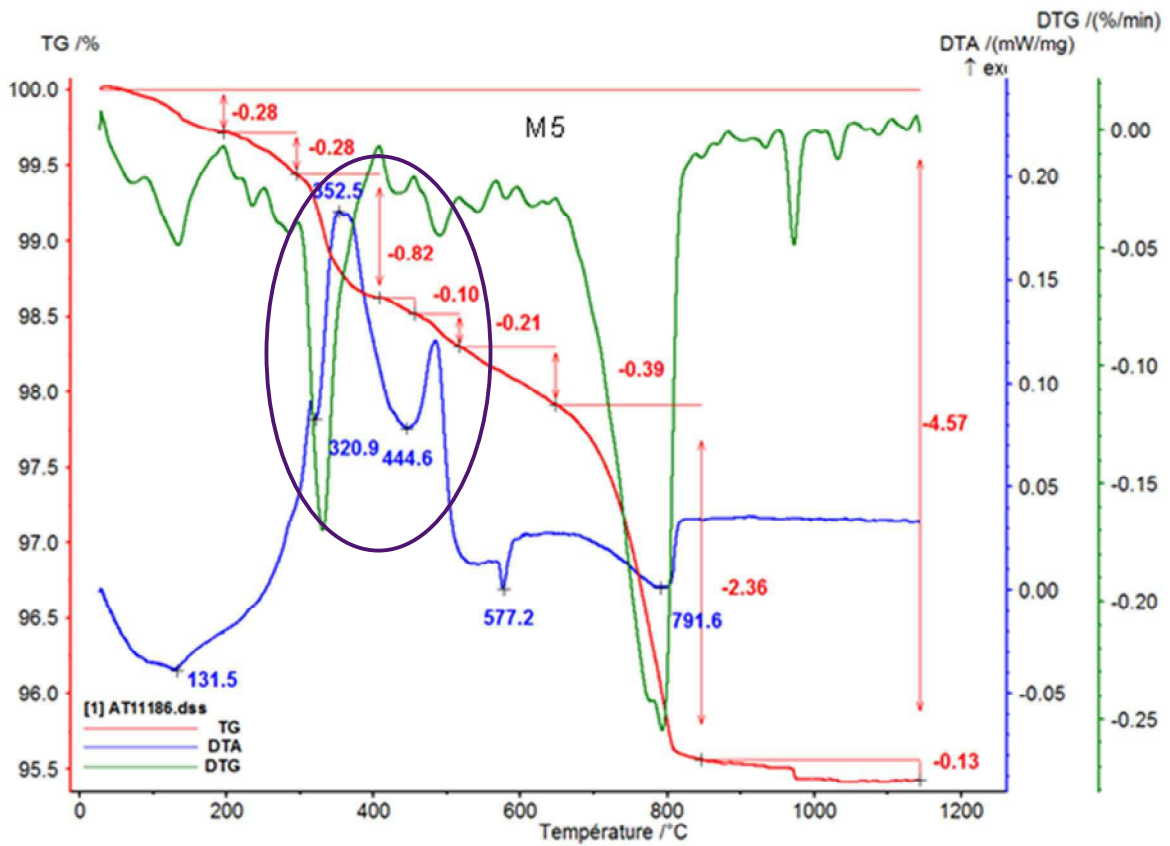


Figure III-8 : Courbes ATG et ATD du produit commercial M5 non hydraté

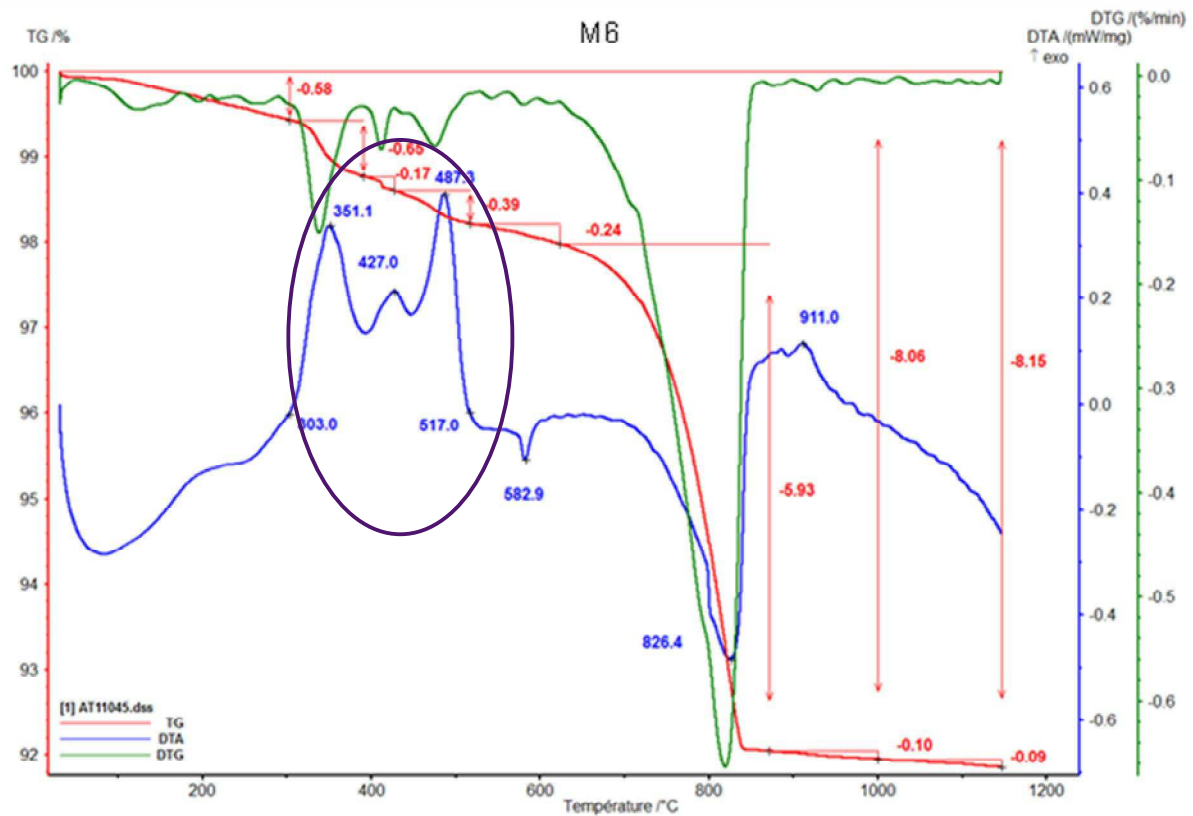


Figure III-9 : Courbes ATG et ATD du produit commercial M6 non hydraté

Pour tous les mortiers commerciaux modifiés par des polymères, les courbes ATG et ATD ont globalement la même allure et la présence de pics exothermiques par ATD montre bien la présence de polymère par des pics situés entre 350 et 500°C. Ces résultats sont aussi justifiés par le fait que ces pics exothermiques ne sont rencontrés qu'au cours de l'analyse des poudres de mortiers monocomposants. En effet, on ne relève aucune réaction exothermique dans ces zones de température pour les mortiers bicomposants commerciaux, dont le polymère est directement ajouté à la solution de gâchage (Figure III-10 (a)). Il en est de même pour les ciments non-modifiés par des polymères (Figure III-10 (b)). De plus, en analysant les mortiers non hydratés, on évite la confusion entre la dégradation des polymères et celle de la portlandite qui se situent dans la même zone de température autour de 450°C.

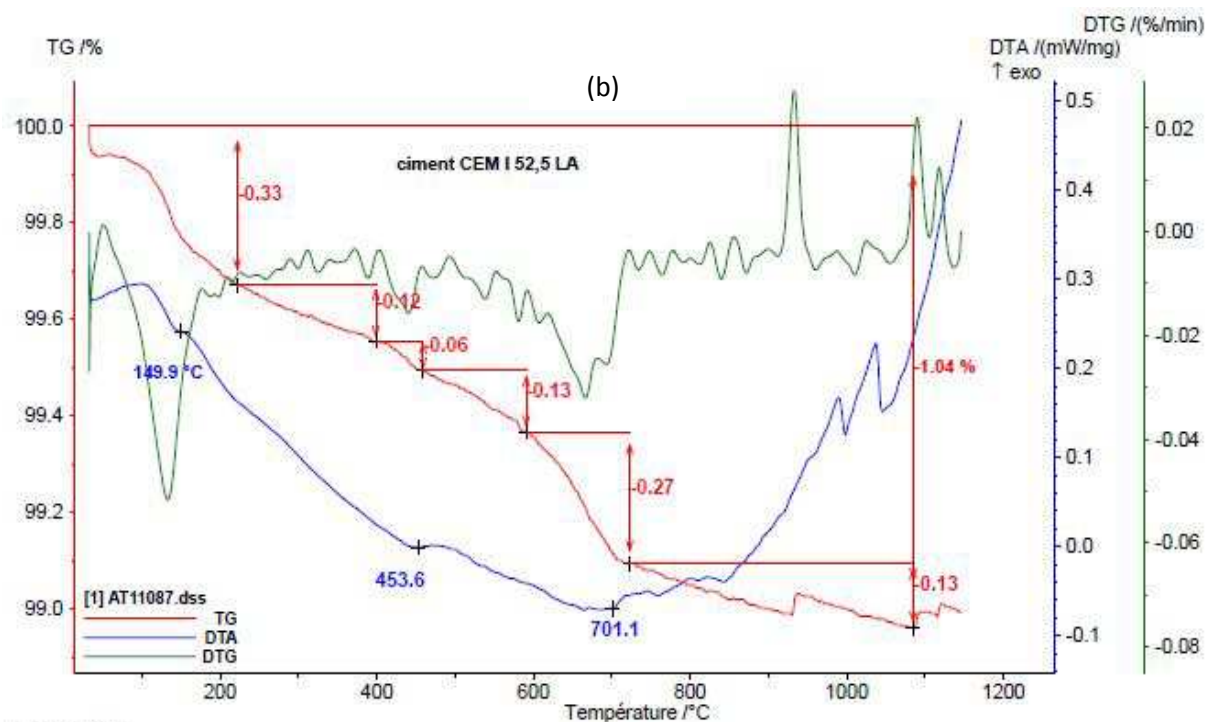
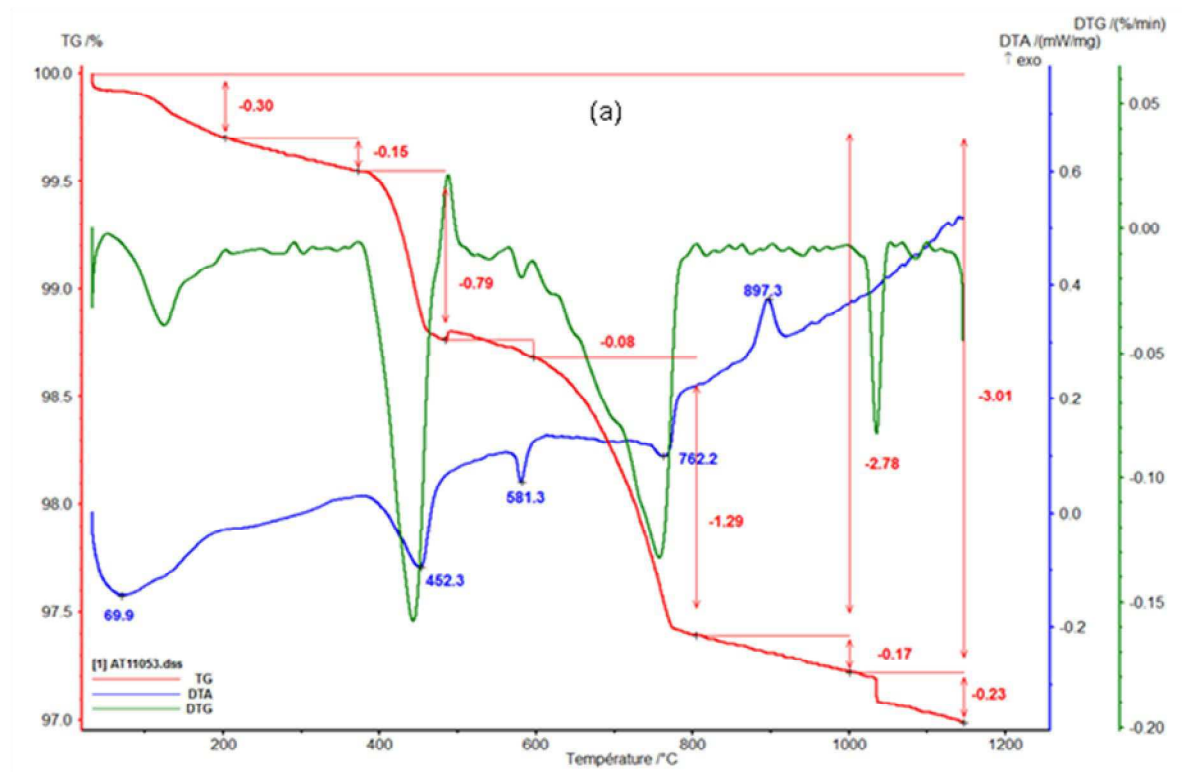


Figure III-10 : Courbes ATG et ATD de mortiers non modifiés par des polymères. (a) Mortier commercial bi-composant. (b) Ciment non-modifié

A partir de ces analyses, les quantités de polymère contenues dans les produits commerciaux ont pu être mesurées. Les résultats sont reportés dans le Tableau III-2.

Tableau III-2 : Pertes en masse des produits commerciaux correspondant à la teneur en polymère en ATG

	<i>Température de dégradation (°C)</i>	<i>Taux de dégradation correspondant (%)</i>	<i>Rapport Polymère/Mortier (P/M) (%)</i>
M1	364	1	1,32
	420	0,32	
M2	365	1,24	1,53
	418	0,29	
M3	350	1,15	1,54
	416	0,39	
M4	340	0,88	1,16
	482	0,28	
M5	352	0,82	1,13
	446	0,31	
M6	351	0,66	1,22
	427	0,17	
	485	0,39	

On voit ainsi que tous ces mortiers ont une teneur en polymère du même ordre de grandeur s'étalant entre 1,10 et 1,60%. Les produits M1 à M5 ont tous deux pics de dégradation alors qu'il en apparaît trois sur la courbe du produit M6. Mais tous les polymères présents dans ces produits se dégradent dans la même gamme de température, entre 350 et 500°C.

De ces résultats seront par la suite déduites les teneurs en polymère par rapport au ciment. Par contre, elles n'ont pas permis l'identification du polymère utilisé pour chaque mortier, puisqu'ils se dégradent dans la même zone de température. Afin de déterminer leur nature, d'autres types d'analyses sont nécessaires.

III.2.1.2 Analyse qualitative

Afin d'identifier le polymère utilisé dans chacun des mortiers commerciaux, les poudres non hydratées ont aussi fait l'objet d'analyses par spectroscopie infrarouge. Cette technique a été choisie car elle devrait faciliter l'identification du polymère dans les mortiers par la présence de bandes caractéristiques des liaisons chimiques et des groupements fonctionnels des polymères.

Les liaisons principales rencontrées dans les polymères sont les liaisons entre les atomes de carbone et d'hydrogène (C-H, C-C) et les liaisons faisant intervenir les molécules d'oxygène (C=O, C-O, O-H). La Figure III-11 montre la localisation des liaisons présentes couramment dans les polymères [Giasson 2013].

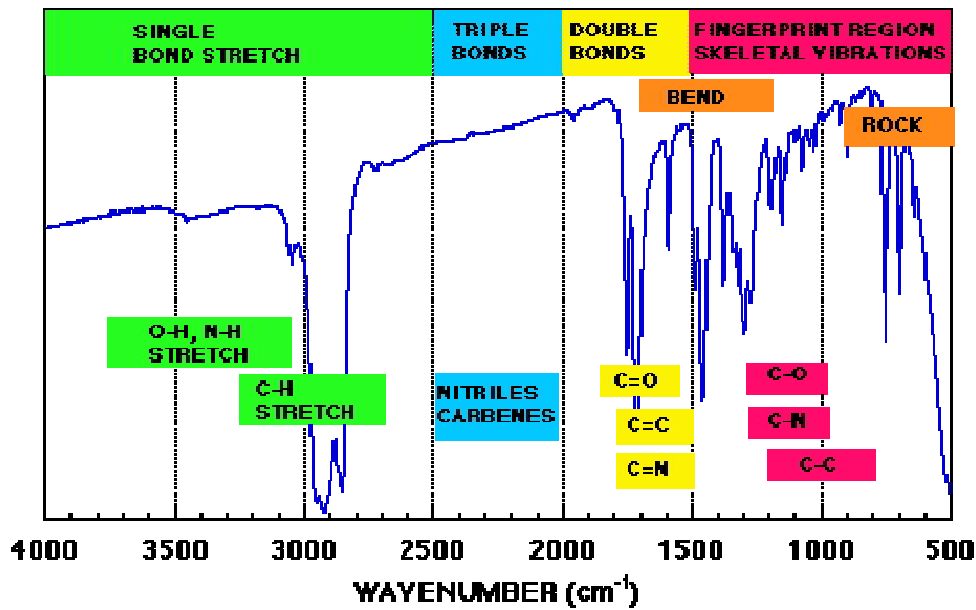


Figure III-11 : Principales régions du spectre IR et liaisons correspondantes

Trois spectres ont été réalisés sur trois échantillons de mortier M1. Ces spectres sont superposés sur la Figure III-12. Sur ces spectres, aucun pic correspondant à un produit organique n'est visible. Cette absence peut s'expliquer par le fait que la teneur de polymère du prélèvement effectué pour cette analyse est trop faible pour être détectée. En effet, d'après les résultats obtenus dans le paragraphe III.2.1, le polymère ne représente qu'environ 1,30% de la masse totale du mortier.

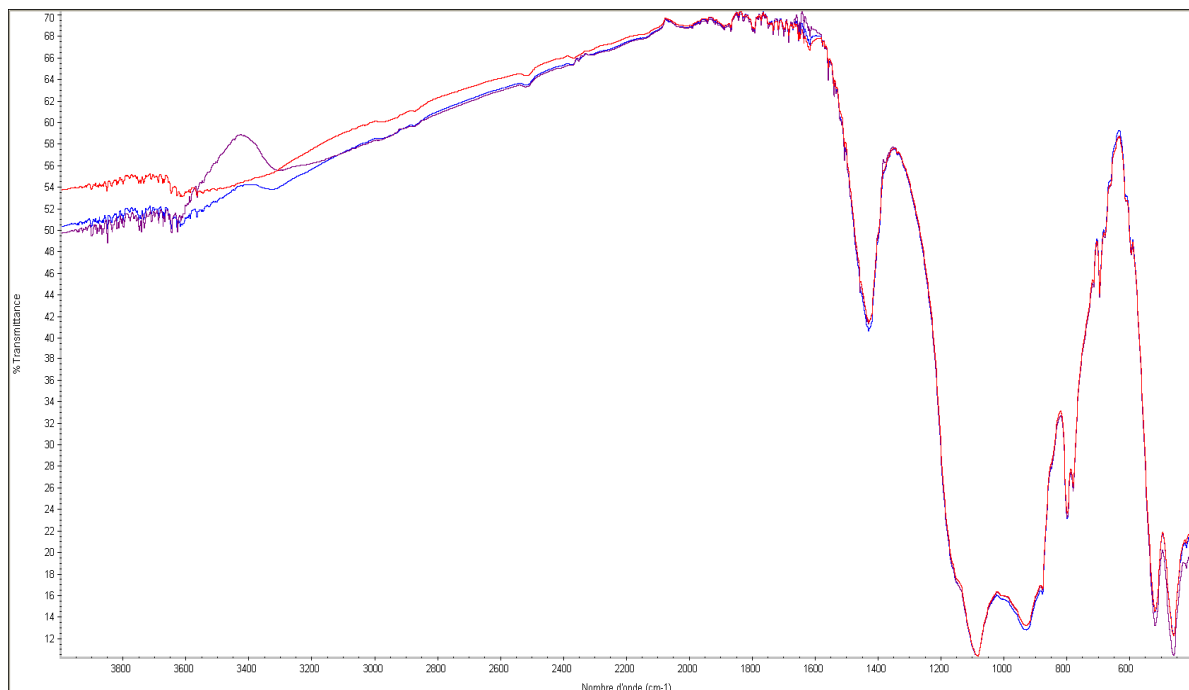


Figure III-12 : Spectre infrarouge du mortier commercial M1

Pour vérifier cette hypothèse, deux analyses ont été réalisées en parallèle :

- sur une poudre de polymère pur de styrène-acrylate (SA),
- sur un mélange de sable, ciment et de polymère SA contenant 4,8% en masse de polymère, équivalent à un rapport polymère/ciment de 20%.

Les deux spectres ont été superposés sur un même graphe (Figure III-13). On peut observer que les bandes caractéristiques du polymère, visibles sur le spectre du polymère pur, ne le sont plus sur le spectre du mortier. Là encore, le polymère est présent en trop faible quantité dans le mortier pour être détecté, raison pour laquelle il n'apparaît pas sur le spectre des produits commerciaux.

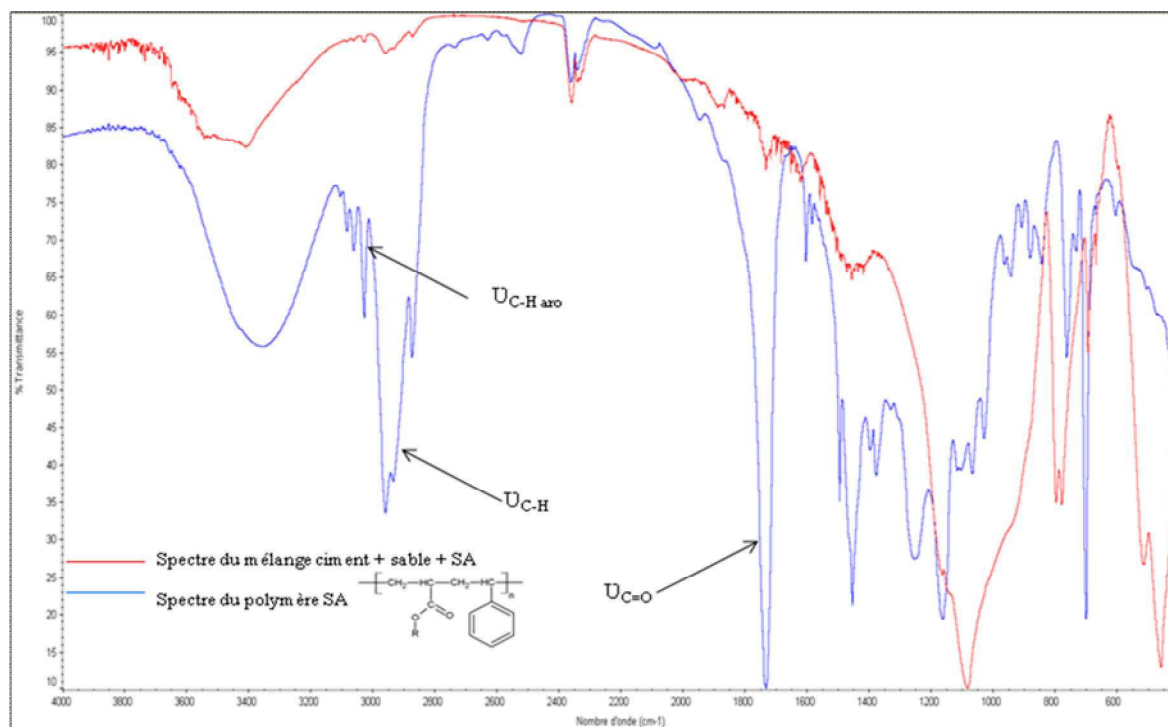


Figure III-13 : Spectres infrarouge d'un polymère pur (SA) et d'un mélange ciment + sable + polymère SA.

Les conclusions issues de l'analyse du spectre M1 sont les mêmes que celles obtenues après analyse des autres produits. Cette approche ne permet pas donc d'identifier les polymères utilisés dans les mortiers commerciaux étudiés à cause de leur teneur qui reste très faible en comparaison des principaux composants des mortiers, le ciment et le sable.

III.2.2 Composition minérale

Pour déterminer la composition minérale des produits commerciaux, les méthodes « classiques » ont été utilisées. Dans un premier temps, l'ICP a permis de doser les éléments chimiques après attaque acide des produits. Les résultats ont été regroupés en annexe 1.

Par la suite et en se basant sur les résultats de l'analyse élémentaire des analyses par DRX et des résultats d'ATG, l'analyse minéralogique a permis de déterminer la quantité de sable et de ciment utilisée dans chacun des mortiers. Ces valeurs sont reportées dans le Tableau III-3. Les résidus insolubles siliceux sont considérés comme composants majoritaires du sable. Les courbes de DRX de ces produits sont en présentés annexe 2.

Tableau III-3 : Formulation des mortiers commerciaux M1 à M6

	Sable (S)	ciment (C)	calcite	eau	Rapport S/C
M1	60,31	35,79	1,18	0,34	1,69
M2	70,75	25,48	1,11	1,79	2,78
M3	64,19	32,42	0,45	2,12	1,98
M4	61,65	31,91	3,49	1,62	1,93
M5	62,43	30,94	3,24	2,21	2,02
M6	49,29	34,55	1,13	1,84	1,42

En considérant que la calcite est une addition minérale, on peut alors retrouver le rapport sable/ciment (S/C) de chaque mortier. L'eau apparaissant dans la composition des mortiers peut être due à leurs conditions de conservation et à l'hydratation du gypse.

La composition du ciment utilisé est donnée pour chaque produit dans le Tableau III-4.

Tableau III-4 : Composition minérale du ciment utilisé dans les produits commerciaux

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃
M1	24,59	4,42	0,22	1,56	64,88	0,75	0,28	0,67	2,62
M2	23,35	4,00	0,20	1,37	66,60	0,67	0,28	0,63	2,90
M3	22,95	3,76	0,19	1,39	67,48	0,50	0,25	0,74	2,75
M4	22,75	7,21	0,28	1,19	64,45	0,80	0,80	0,12	2,38
M5	21,62	8,01	0,23	0,48	65,00	0,84	0,87	0,10	2,84
M6	22,40	4,60	0,26	2,26	65,67	1,00	0,16	0,15	2,84

Des résultats obtenus à partir des calculs d'analyse minéralogique, on peut faire l'hypothèse que tous ces produits sont formulés avec des ciments de type CEM I, ceci à cause du taux élevé d'oxyde de calcium (CaO). La teneur en silice, supérieure à celle indiquée dans la norme européenne en vigueur (NF EN 197-1), nous amène à penser que ces mortiers contiennent des additions constituées de SiO₂. On estime qu'à l'exception des produits M4 et M5, l'ensemble de ces produits commerciaux ont un ajout de fumée de silice. Par contre, du fait du taux élevé d'alumine dans les produits M4 et M5, il est probable que ceux-ci contiennent plutôt de la métakaolinite.

A partir des pertes en masse de polymère obtenues par ATG (Tableau III-2) et de la composition minérale des produits étudiés (Tableau III-3), on peut estimer la composition des mortiers commerciaux en calculant les rapports sable/ciment (S/C), eau/ciment (E/C) **(III.1)** et polymère/ciment (P/C) de tous les mortiers analysés. Pour cela, on utilise les valeurs du rapport polymère/mortier (P/M) **(III.2)** mesuré par ATG et la quantité d'eau de gâchage eau/mortier (E/M) recommandée par les fabricants.

$$M = S + C \text{ donc } \frac{E}{C} = \frac{E}{M} \left(\frac{S}{C} + 1 \right) \quad \text{(III.1)}$$

$$\frac{P}{C} = \frac{P}{M} \left(\frac{S}{C} + 1 \right) \quad (III.2)$$

Les valeurs calculées pour tous les mortiers commerciaux sont reportées dans le Tableau III-5.

Tableau III-5 : Composition des mortiers commerciaux

	M1	M2	M3	M4	M5	M6
<i>S/C</i>	1,69	2,78	1,98	1,93	2,02	1,42
<i>E/M*</i>	0,15	0,1	0,12	0,16	0,15	0,17
<i>P/M (%)</i>	1,32	1,53	1,54	1,16	1,13	1,22
E/C	0,40	0,38	0,36	0,47	0,45	0,41
P/C (%)	3,6	5,9	4,7	3,4	3,5	3,0

* Le rapport E/M correspond à la quantité d'eau recommandée par le fabricant

Nous pouvons observer que les formulations des produits analysés sont comparables. Le rapport polymère/ciment P/C est compris entre 3 et 6%, le rapport sable/ciment S/C entre 1,5 et 3, et le rapport eau/ciment E/C entre 0,35 et 0,47.

Cela équivaut aux pourcentages massiques de ciment, de sable, de polymère et d'eau présentés dans le Tableau III-6.

Tableau III-6 : Composition massique globale des mortiers commerciaux

	M1	M2	M3	M4	M5	M6
Ciment (%)	31,9	23,7	29,5	29,1	28,5	34,9
Sable (%)	54,0	65,9	58,5	56,2	57,6	49,6
Eau (%)	12,9	9,0	10,6	13,7	12,9	14,4
Polymère (%)	1,2	1,4	1,4	1,0	1,0	1,0

III.3 Caractérisation à l'état frais

Afin de compléter la caractérisation des mortiers commerciaux, leurs propriétés à l'état frais ont été analysées au mini-cône d'Abrams et au prismètre Vicat afin de caractériser leur consistance et le temps de prise.

III.3.1 Consistance

La rhéologie des mortiers a été étudiée par la mesure de leur affaissement au mini-cône d'Abrams. Deux essais ont été réalisés par composition. Pour chaque produit, la quantité d'eau utilisée est celle préconisée par les fabricants. Certains fabricants donnent un intervalle de quantité d'eau. Dans ce cas, les essais ont été réalisés avec les deux valeurs limites indiquées. Les résultats sont reportés sur la Figure III-14.

Les valeurs obtenues varient de 0 (mortier M1 gâché avec la quantité d'eau minimale recommandée par le fabricant) à 8,2 cm (mortier M2 gâché avec la quantité maximale d'eau recommandée). L'affaissement moyen pour tous les matériaux est de l'ordre de 3 cm. Cette valeur

moyenne sera utilisée comme valeur référence pour la formulation des mortiers formulés en laboratoire afin de déterminer la quantité d'eau de gâchage qui sera utilisée.

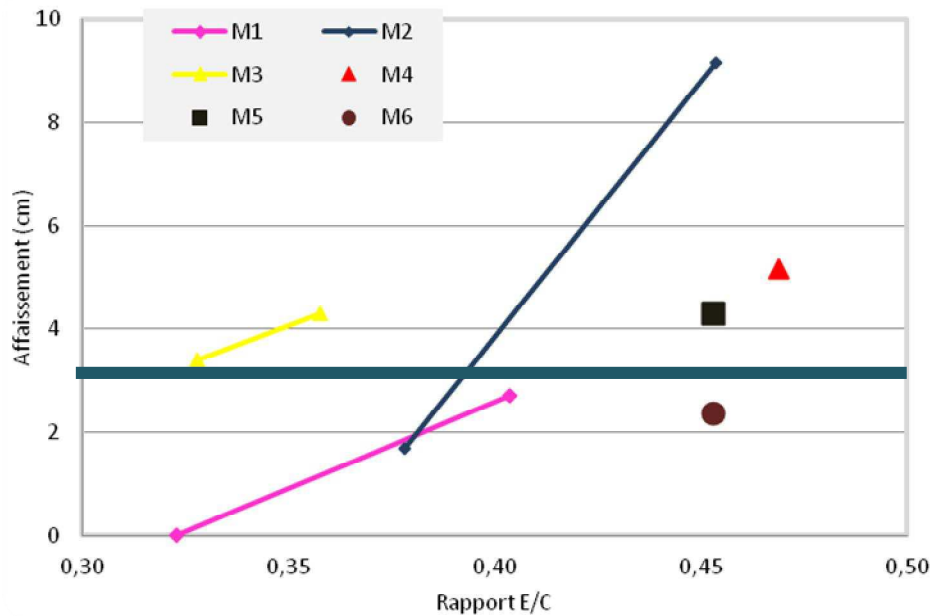


Figure III-14 : Affaissement des produits commerciaux en fonction de la teneur en eau E/C

III.3.2 Temps de prise

Les temps de début de prise ont été déterminés pour deux échantillons de chaque produit. Pour les mortiers dont les fabricants indiquent un intervalle de rapport eau/mortier, la quantité d'eau utilisée a été choisie de telle manière que la consistance du mortier gâché se rapproche le plus de la consistance moyenne. Les formules utilisées pour ces mortiers sont données dans le Tableau III-7.

Tableau III-7 : Formulation des mortiers commerciaux

	M1	M2	M3	M4	M5	M6
E/M	0,15	0,10	0,12	0,16	0,15	0,17
E/C	0,40	0,38	0,36	0,47	0,45	0,41

Les temps de prise mesurés sont présentés sur la Figure III-15. Les valeurs varient d'1 h pour le mortier M4 à près de 7 h pour le mortier M1.

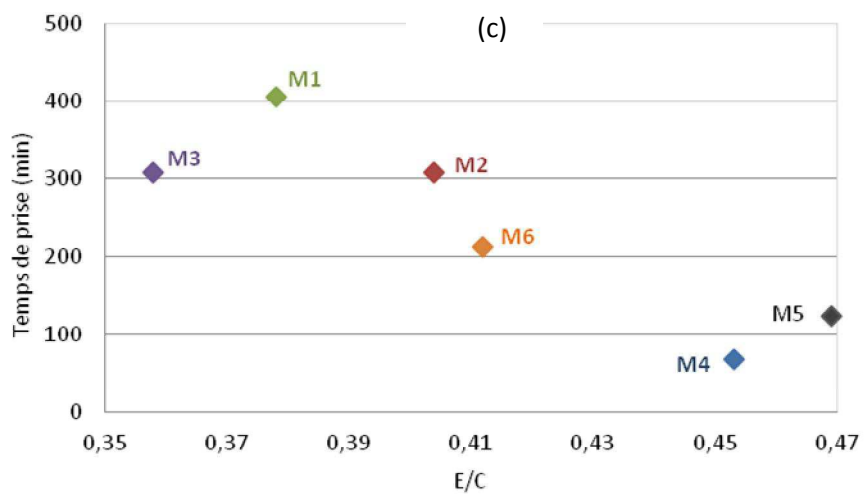
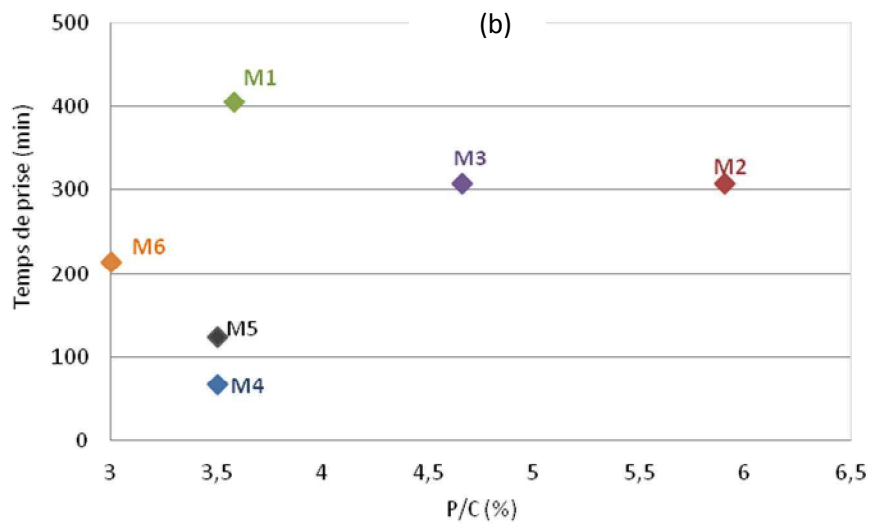
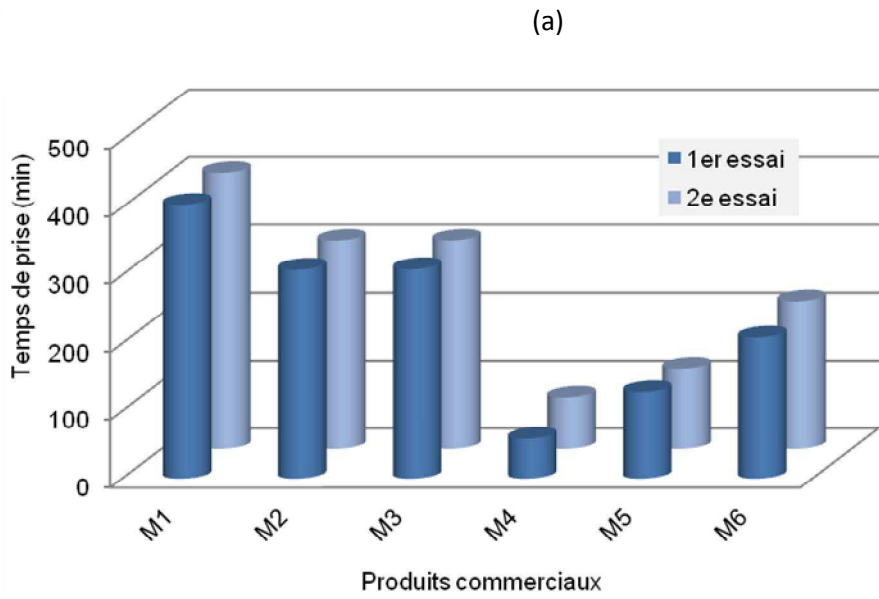


Figure III-15 : Temps de prise des mortiers commerciaux. (a) Résultats des deux essais. (b) Temps de prise en fonction du ratio P/C. (c) Temps de prise en fonction du ratio E/C

La Figure III-15 (a) montre que ces mesures sont bien répétables. La prise semble indépendante de la teneur en polymères présents dans ces produits (Figure III-15 (b)) alors qu'elle tend à être plus rapide quand le rapport E/C augmente (Figure III-15 (c)). Les autres composants des mortiers commerciaux (ajouts, additions minérales, composition des ciments) ont également un rôle sur la prise du mortier.

III.4 Propriétés à l'état durci

III.4.1 Propriétés mécaniques

III.4.1.1 Résultats

Les propriétés mécaniques des mortiers commerciaux ont été mesurées sur des éprouvettes ayant subi une cure de 28 jours en milieu ambiant contrôlé ($T = 21^{\circ}\text{C}$; $\text{HR} = 60\%$). Ces conditions sont celles préconisées dans la norme NF EN 1504-3 pour les mortiers modifiés par des polymères et seront prises comme référence pour analyser l'effet des conditions de cure sur les propriétés des matériaux. Les Figure III-16 et Figure III-17 montrent les résistances en compression et en flexion obtenues.

Les produits qui ont les plus grandes résistances à la compression ont également les résistances à la flexion les plus élevées. Les mortiers M2 et M3 ont les plus grandes résistances et les mortiers M4 et M6 les plus faibles.

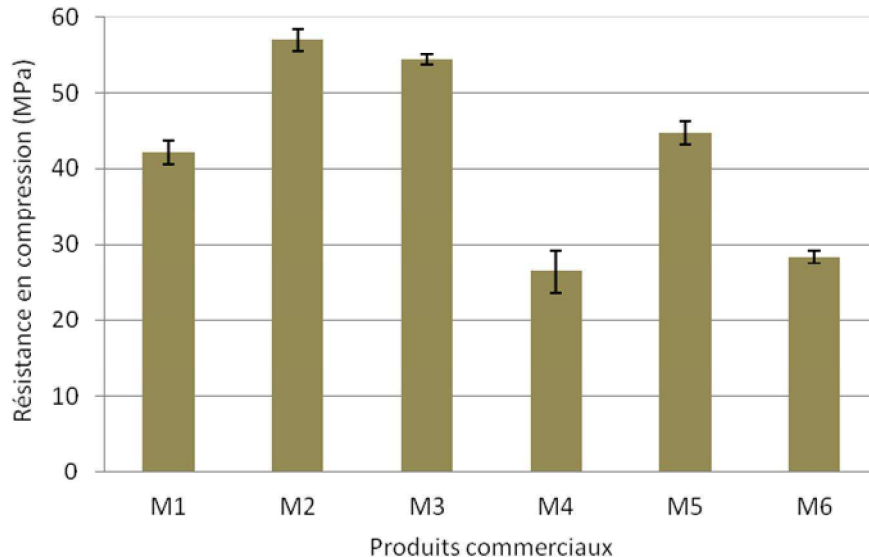


Figure III-16 : Résistance à la compression des produits commerciaux après 28 jours de cure à 21°C et 60% d'humidité relative

Il faut aussi noter que tous les produits commerciaux étudiés ne correspondent pas toujours à la classe de résistance annoncée par les fabricants (Tableau III-8).

Tableau III-8 : Classe des produits. Valeurs minimales et maximales de résistance à la compression pour chaque classe : R1 > 10 MPa ; R2 > 15 MPa; R3 > 25 MPa ; R4 > 45 MPa

	M1	M2	M3	M4	M5	M6
R_{comp} (MPa)	42,1	57,0	54,0	26,4	44,7	28,4
Classe	R3	R4	R4	R3	R3	R3

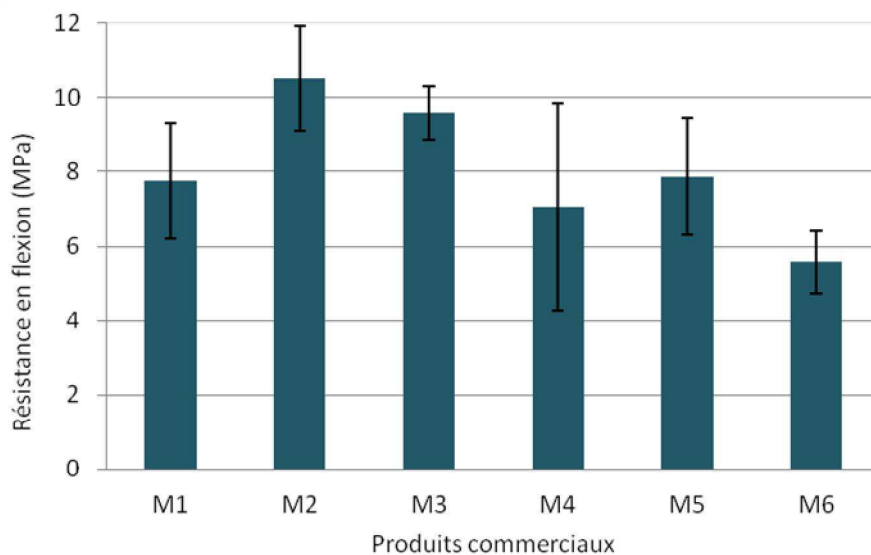


Figure III-17 : Résistance à la flexion des mortiers commerciaux après 28 jours de cure à 21°C et 60% d'humidité relative

III.4.1.2 Discussion

Si on analyse ces propriétés mécaniques en fonction des teneurs en eau, l'allure de la série de points montre une variation assez aléatoire (Figure III-18). Par contre, lorsque la masse d'eau est rapportée à la masse du mortier, on observe mieux que les résistances mécaniques diminuent avec l'augmentation des quantités d'eau (Figure III-19). Ainsi, les mortiers M1 et M5 ayant la même teneur d'eau ont des résistances aussi bien à la compression qu'à la flexion très proches.

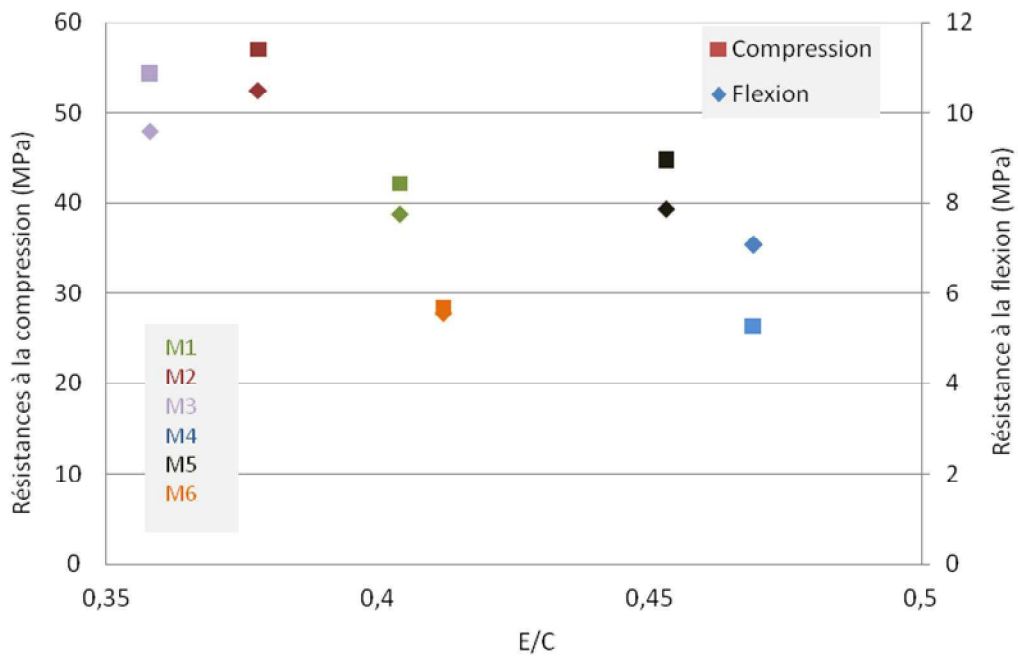


Figure III-18 : Résistances mécaniques des produits commerciaux en fonction du ratio E/C

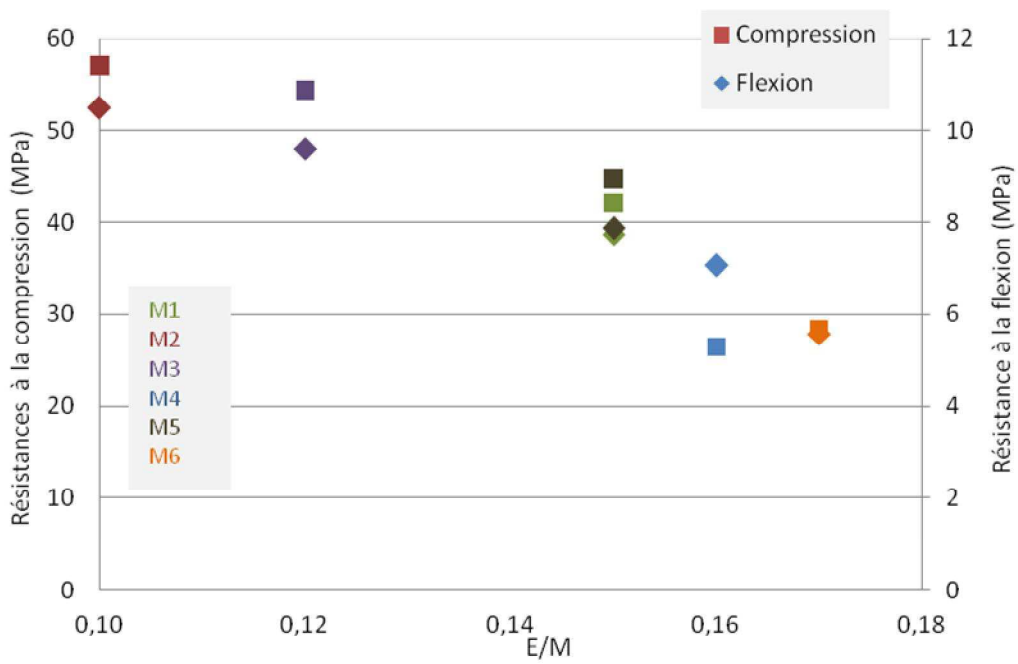


Figure III-19 : Résistances mécaniques des produits commerciaux en fonction du ratio E/M

Par ailleurs, la Figure III-20 montre qu'aussi bien la résistance à la compression que la résistance à la flexion des produits commerciaux augmentent avec le taux de polymère.

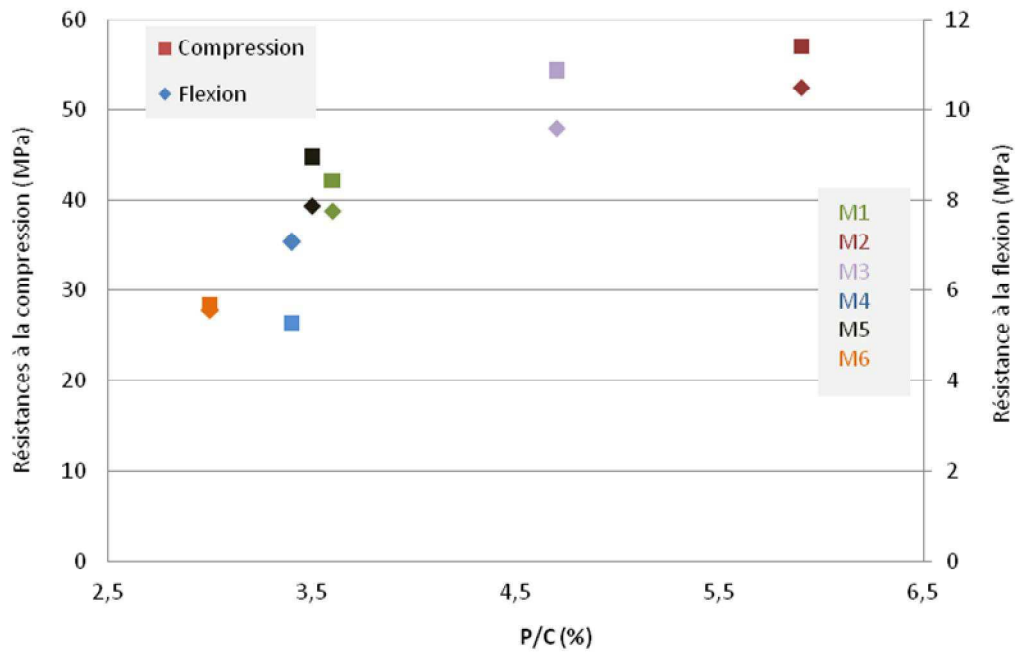


Figure III-20 : Résistances mécaniques des mortiers commerciaux en fonction de leur taux de polymère

Par contre, il ne semble pas y avoir d'influence de la teneur en sable de ces produits sur les propriétés mécaniques.

Lors de l'essai de flexion, on peut observer les fibres synthétiques dans la section de l'éprouvette où est survenue la rupture. Ces fibres limitent la progression de la fissure, ce qui pourrait entraîner une résistance à la rupture plus élevée, surtout en flexion. Elles sont les plus visibles pour le mortier M6 (Figure III-21).



Figure III-21 : Eprouvette du produit M6 après une flexion 3 points

En conclusion, les propriétés mécaniques les plus élevées sont obtenues pour les mortiers ayant les plus faibles teneurs en eau, M1 et M2. Inversement, les propriétés mécaniques les plus faibles sont obtenues avec les produits dont les teneurs en eau les plus élevées. C'est le cas du M4 et de M6. Les mortiers ayant les propriétés mécaniques les plus élevées sont également ceux qui contiennent le plus de polymère.

III.4.2 Porosité accessible à l'eau

Des mesures de porosité accessible à l'eau ont été réalisées sur les mêmes mortiers durcis pendant 28 jours à 21°C et 60% d'humidité relative. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure III-22. De manière générale et logique, on observe que les matériaux qui ont les résistances mécaniques les plus élevées ont également les porosités les plus faibles.

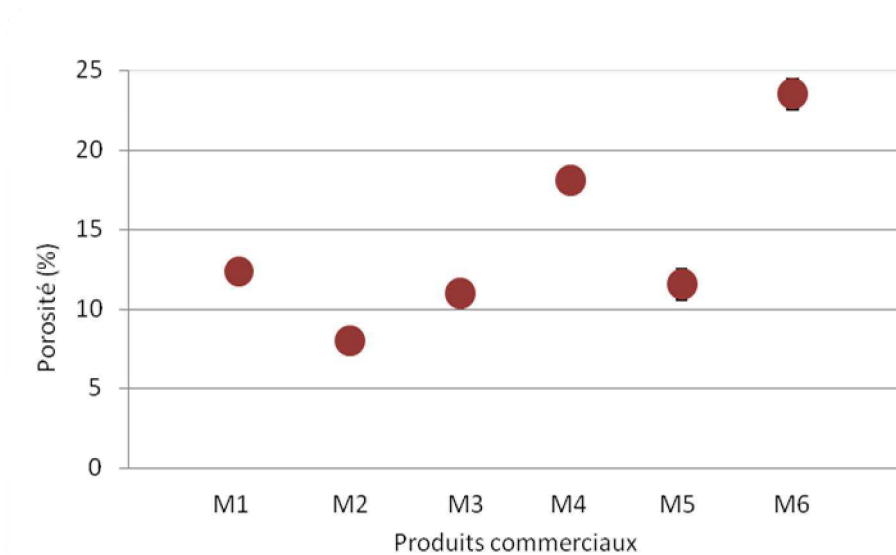


Figure III-22 : Porosité accessible à l'eau des produits commerciaux.

De la même façon que pour les performances mécaniques, les mortiers de faible porosité contiennent les plus fortes teneurs en polymère (Figure III-23).

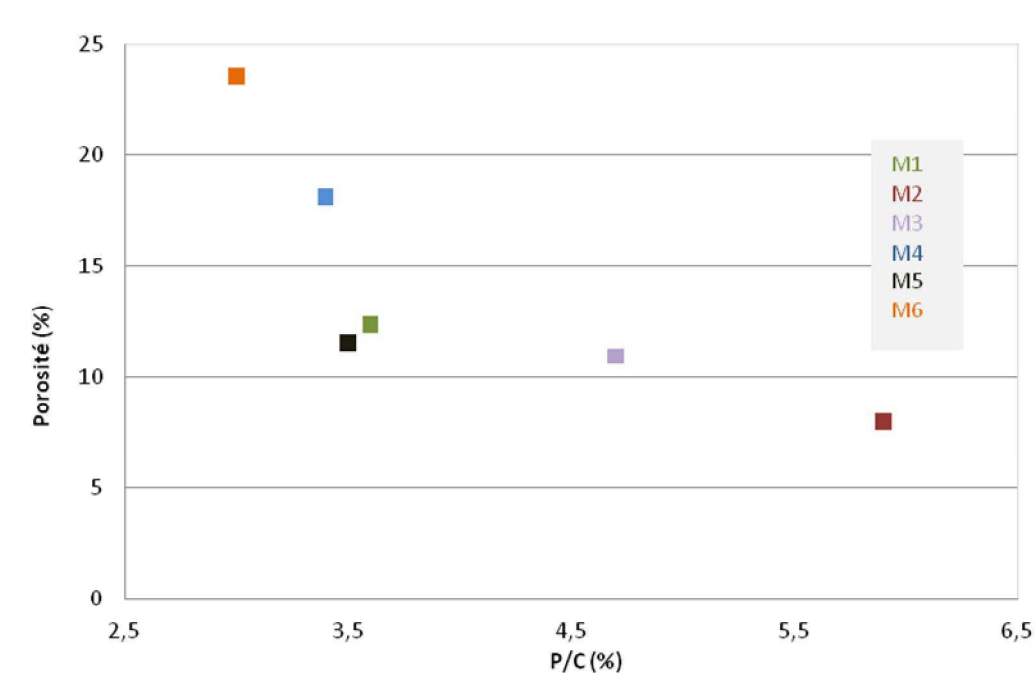


Figure III-23 : Porosité des produits commerciaux en fonction de leur teneur en polymère

Ainsi, les polymères ont tendance à entraîner l'augmentation des propriétés mécaniques et la diminution de la porosité des mortiers. Certains pourraient également contenir d'autres produits capables de modifier ces propriétés, comme des plastifiants [Ohama 1998]. Il est difficile de mettre en évidence l'impact de l'eau sur ces produits. Néanmoins, certaines études ont montré qu'un excès d'eau de gâchage augmente la porosité des matériaux cimentaires et le phénomène de ressuage (ségrégation du mortier) [Nicot 2008] et qu'une porosité élevée entraîne la diminution des propriétés mécaniques de ces matériaux [Kumar 2003]. Les résultats obtenus sont en accord avec ces études.

III.4.3 Microstructure

La microstructure de certains de ces produits (M1 et M4) a été observée au MEB sur fracture fraîche et sur surface fraîche attaquée à l'acide. Les photos prises sur fracture fraîche révèlent la présence de pores dans les mortiers, présence beaucoup plus marquée pour le produit M4, comme observé avec les mesures de porosité accessible à l'eau (Figure III-25). Sur les images prises sur fracture fraîche attaquée à l'acide, la dissolution de la partie minérale laisse apparaître le réseau de films de polymère qui ont un aspect pâteux pour le produit M1. La phase liante du produit M1 semble être plus cohésive que celle du produit M4 dont les films de polymères sont beaucoup moins visibles (Figure III-24 et Figure III-25). Cette différence de cohésion peut expliquer le fait que le produit M1 a des résistances mécaniques plus élevées que celles du produit M4.

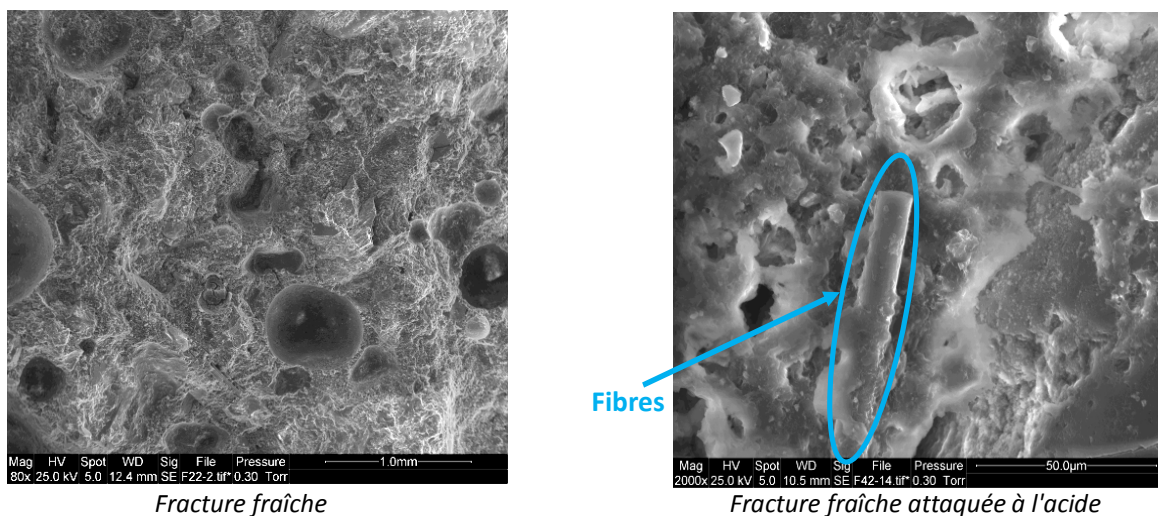
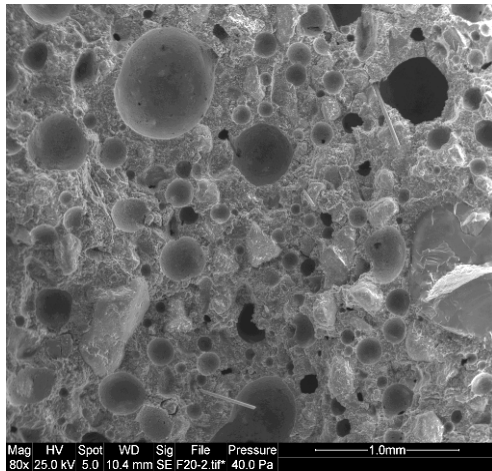
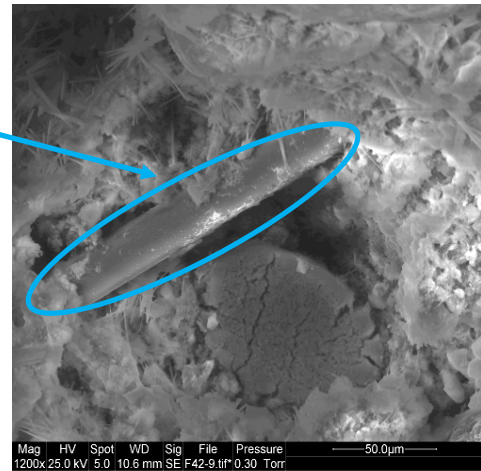


Figure III-24 : Observations MEB du produit M1 sur fractures fraîches et sur fractures fraîches attaquées à l'acide



Fracture fraîche

Fibres



Fracture fraîche attaquée à l'acide

Figure III-25 : Observations MEB du produit M4 sur fractures fraîches et sur fractures fraîches attaquées à l'acide

L'attaque acide permet aussi de voir les fibres ajoutées à ces mortiers. C'est ce qui apparaît notamment sur les photos des produits M1 et M4 (Figure III-24 et Figure III-25).

III.5 Influence de la cure

Les propriétés des mortiers dépendent des conditions de cure auxquelles ils ont été soumis. Afin d'observer l'effet de ces conditions sur les mortiers durcis, les éprouvettes ont subi 28 jours de cure dans deux autres environnements :

- Cure en immersion dans l'eau, préconisée par la norme NF EN 1504 pour les mortiers non-modifiés par des polymères (*[NF EN 1504]*),
- Cure chaude (dans une étuve à 40°C), condition environnementale susceptible d'arriver sur un chantier en été.

Ces éprouvettes ont été placées dans ces conditions de cure juste après leur démoulage, vingt-quatre heures après le gâchage.

L'impact des conditions de cure a été analysé en déterminant les propriétés mécaniques et la porosité accessible à l'eau des mortiers.

III.5.1 Propriétés mécaniques

Les résistances mécaniques en flexion et en compression mesurées après 28 jours de cure dans les trois environnements sont présentées sur les Figure III-26 et Figure III-27.

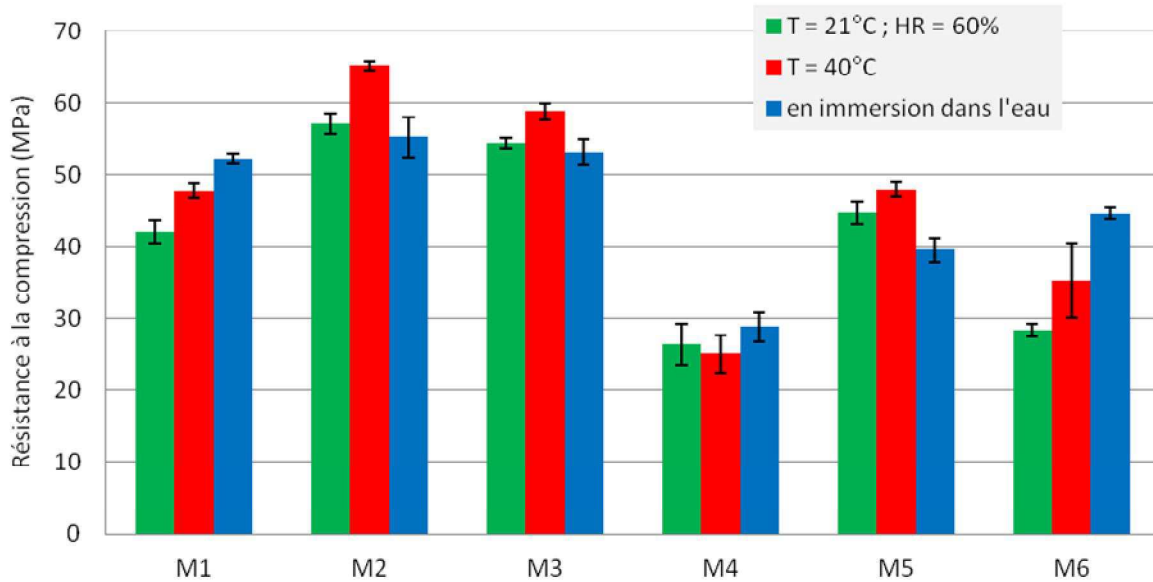


Figure III-26 : Résistance à la compression des mortiers commerciaux en fonction du type de cure

Sur la Figure III-26, nous n'observons pas d'influence claire du type de cure sur la résistance à la compression des mortiers. Leurs comportements peuvent néanmoins être repartis en deux groupes. Une partie des mortiers (M2, M3, M5) ont une résistance maximale après une cure à 40°C. Tous ces produits ont un rapport P/C supérieur à 4%. Pour les autres produits, la résistance est plus élevée pour une cure dans l'eau. Ils contiennent une faible quantité de polymère. Le type de cure qui leur est favorable correspond donc à celle recommandée pour les mortiers non-modifiés. Globalement, en tenant compte des trois types de cure, le mortier M2 a la résistance mécanique la plus élevée, et le mortier M4 la plus faible.

En ce qui concerne la résistance à la flexion (Figure III-27), les valeurs les plus élevées sont obtenues après une cure à 40°C pour tous les matériaux à l'exception du mortier M4 qui a encore la résistance à la flexion la plus faible. Ce résultat pourrait s'expliquer par le fait qu'à 40°C, la température est assez élevée pour que des films de polymères se forment plus rapidement et en quantité plus élevée et s'entremêlent au réseau d'hydrates du ciment.

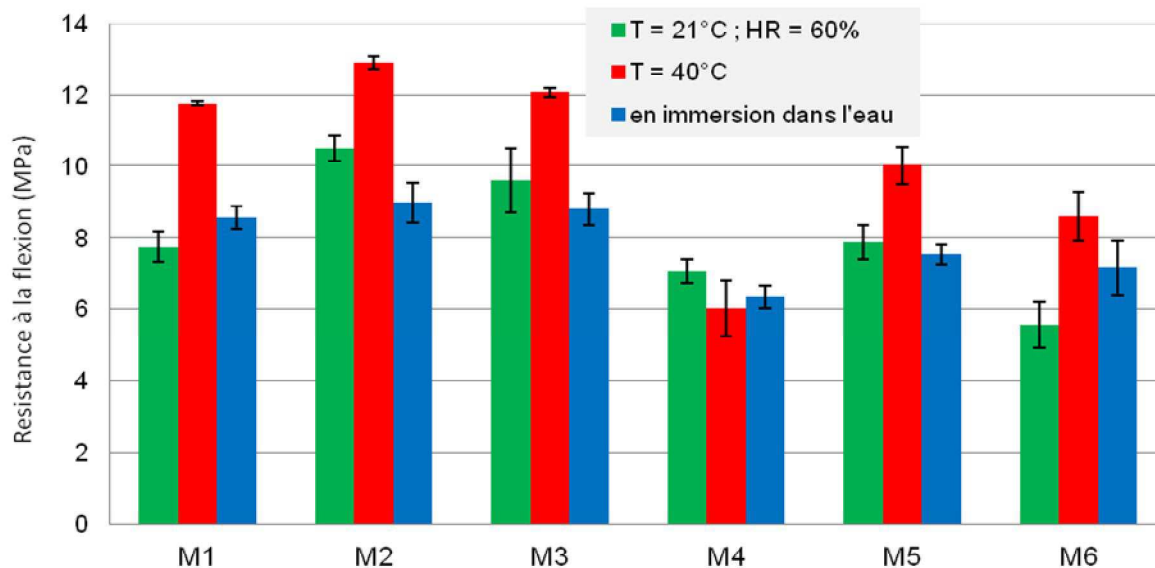


Figure III-27 : Résistances à la flexion des mortiers commerciaux suivant le type de cure

III.5.2 Porosité accessible à l'eau

Les valeurs de porosité mesurées après 28 jours sur les mortiers ayant subi les trois types de cure sont reportées sur la Figure III-28. Comme cela a été dit précédemment, en milieu ambiant, il est possible de répartir une fois de plus les mortiers en deux groupes suivant leur porosité : les mortiers fortement poreux avec un taux de porosité au dessus de 12%, c'est le cas du M4 et M6, et les mortiers faiblement poreux ayant un taux de porosité inférieur à 12%, groupe constitués des produits M1, M2, M3 et M5.

Si on observe l'influence de la cure pour chacun de ces groupes, nous constatons que :

- Les mortiers fortement poreux voient leur porosité s'accroître sous l'effet de la température. En effet, leur porosité est plus importante après une cure à 40°C. Par contre, ils sont beaucoup moins poreux lorsqu'ils sont placés en immersion dans l'eau, puisque la porosité diminue après ce type de cure.
- En revanche, les mortiers faiblement poreux ont une porosité minimale à haute température et l'immersion dans l'eau a tendance à entraîner une porosité plus élevée.

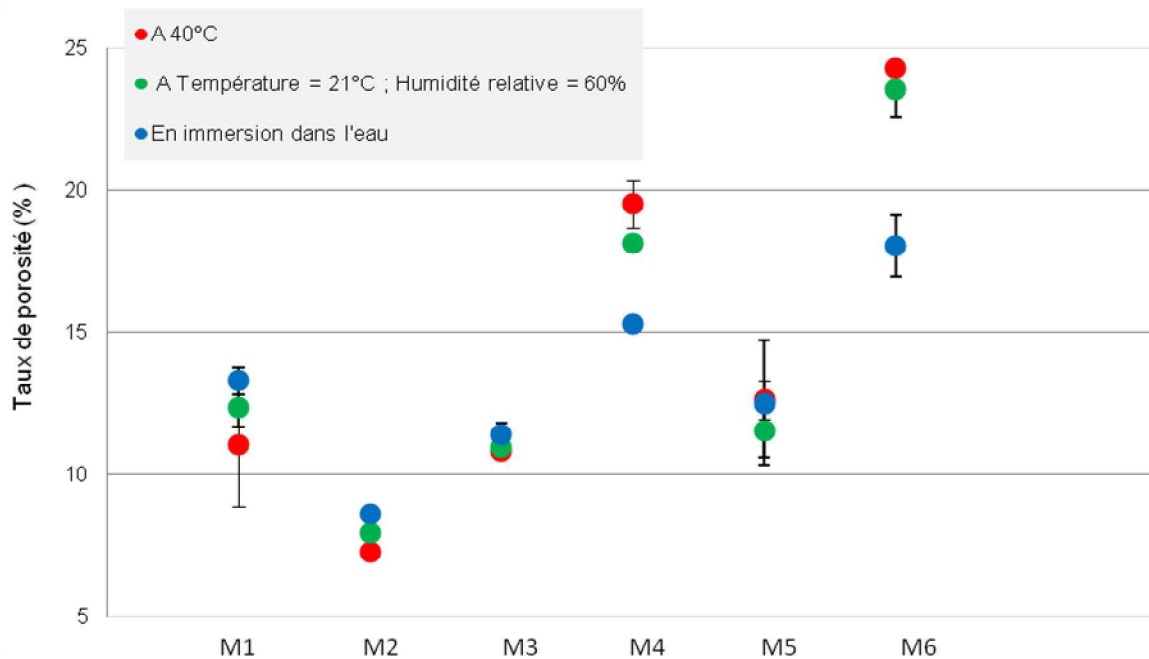


Figure III-28 : Porosité des mortiers commerciaux après différentes cures

De manière générale, il n'y a pas de tendance qui se dégage et a priori pas de relation entre les propriétés mécaniques et la macrostructure des mortiers. En effet, la variation de la porosité d'une cure à une autre varie différemment d'un mortier à un autre (Figure III-28). Néanmoins, deux points sont remarquables :

- les mortiers considérés comme faiblement poreux (M1, M2, M3 et M5) sont les produits avec les plus fortes teneurs en polymères. On peut aussi voir que leurs résistances mécaniques après une cure à 40°C sont beaucoup plus importantes (surtout en flexion) que les résistances obtenues après les autres types de cure. La majorité de ces mortiers ont une résistance plus faible après une cure en immersion dans l'eau.
- par contre, les produits fortement poreux (M4 et M6) ont des teneurs en polymère faibles. Leur résistance à la compression est plus élevée après une cure humide. La différence entre leurs résistances en flexion après une cure à 40°C et après une cure en immersion dans l'eau est beaucoup plus faible que pour les autres produits.

La cure en immersion dans l'eau semble alors donner de bonnes performances aux produits de faible teneur en polymères, alors que celle à 40°C semble être plus propice aux mortiers à forte teneur en polymère. Ces résultats sont en accord avec les préconisations de la norme sur les produits de réparation NF EN 1504 [NF EN 1504] ; celle-ci prévoit une cure humide pour les mortiers non modifiés par des polymères et une cure plus sèche pour les mortiers modifiés.

Cette étude nous permet aussi de voir comment la microstructure agit sur les propriétés mécaniques des mortiers de réparation commerciaux. En rapportant sur un même graphe les résistances mécaniques en fonction du taux de porosité de chaque produit, on constate que l'augmentation de la porosité dans ces mortiers a tendance à diminuer leurs propriétés mécaniques (Figure III-29).

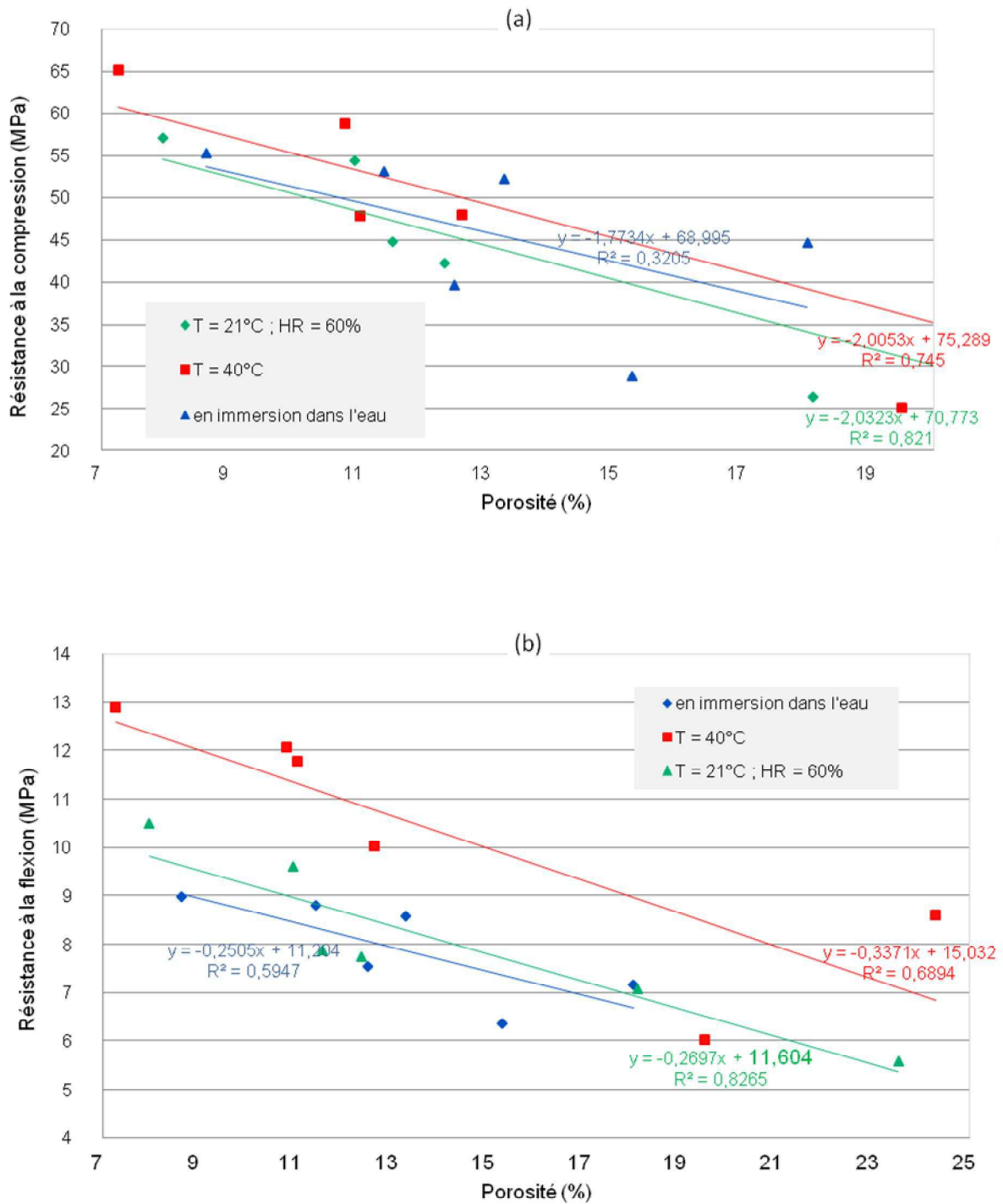


Figure III-29 : Propriétés mécaniques des mortiers commerciaux en fonction de leur porosité. (a) Résistance à la compression en fonction de la porosité. (b) Résistance à la flexion en fonction de la porosité.

III.6 Conclusion

A ce stade de l'étude, des mortiers de réparation commerciaux ont été analysés pour mieux connaître la composition et les propriétés de ces produits.

Dans un premier temps, nous avons pu déterminer la composition des mortiers. D'une part, la teneur en polymère a été obtenue par analyses thermiques (ATD et ATG) des poudres non hydratées. Les réactions exothermiques qui ont été observées dans la zone de température correspondant à celle des polymères généralement utilisés dans la formulation des mortiers modifiés ont été attribuées à la dégradation du polymère contenu dans le produit. D'autre part, la composition minérale a été déterminée après une série d'analyses (analyses chimique et minérale, ICP, DRX) qui ont permis de réaliser des calculs minéraux et d'estimer la composition des produits. Il en ressort les résultats suivants :

- Tous ces produits utilisent un ciment de type CEM I, avec probablement des ajouts siliceux dans les produits M1, M2, M3 et M6 et de la métakaolinite dans les produits M4 et M5.
- Leur rapport sable sur ciment S/C se situe entre 1,5 et 3,
- Le rapport eau sur ciment E/C est compris entre 0,37 et 0,47,
- La teneur en polymère par rapport au ciment varie entre 3 et 6%.

Ensuite, les propriétés de ces matériaux à l'état frais et durci ont été analysées. A l'état frais, l'affaissement moyen des mortiers est de l'ordre de 3 cm. Cette valeur sera prise comme référence pour déterminer la quantité d'eau de gâchage des mortiers formulés en laboratoire. Concernant le temps de prise, un écart de près de 6h a été constaté entre le produit avec la prise la plus rapide et celui avec la prise la plus lente. Aucune tendance ne s'est dégagée entre l'évolution du temps de prise et le ratio P/C mais on observe une prise de plus en plus rapide avec les produits ayant un ratio E/C plus élevé.

Enfin, des caractérisations ont été réalisées sur ces produits à l'état durci. Nous avons étudié principalement les propriétés mécaniques et la macrostructure des mortiers par des mesures de porosité accessible à l'eau, ainsi que l'influence de la cure sur ces propriétés. Il en ressort que les produits ayant obtenu les meilleures performances (résistances mécaniques élevées et porosités faibles) ont une teneur en eau faible par rapport à la masse totale du mortier et une teneur en polymère élevée.

De plus, les produits avec une teneur en polymère élevée ont de meilleurs résultats après la cure à 40°C alors que ceux avec une faible teneur en polymères obtiennent de meilleurs résultats après la cure en immersion dans l'eau. Parmi les produits commerciaux étudiés, le mortier M2 est celui qui présente les propriétés mécaniques les plus élevées et la porosité la plus faible alors que le mortier M4 est celui qui présente les propriétés mécaniques les plus faibles et l'une des porosités les plus fortes de l'ensemble. Nous avons donc choisi de focaliser la suite des essais sur ces deux produits commerciaux, en plus des mortiers formulés en laboratoire présentés dans le prochain chapitre.

Références bibliographiques

Giasson 2013 : R. Giasson, *Cours de chimie (partie 2)*, université de Montréal, <http://www.chimie.umontreal.ca/cours/giassonr/partie2.pdf>, p. 12 2013

Handbook 1989 : D. R. Lide, M. J. Astle, R. C. Weast, W. H. Beyer, *Handbook of Chemistry and Physics* n° 70, C R C Press LLC, 1989

Kumar 2003 : R. Kumar, B Bhattacharjee, *Porosity, pore size distribution and in situ strength of concrete*, Cement and Concrete Research 33, p. 155–164, 2003

NF EN 1504-3 : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Définitions, exigences, maîtrise de la qualité et évaluation de la conformité - Partie 3 : réparation structurale et réparation non structurale, Février 2006

Nicot 2008 : P. Nicot, *Interactions mortier-support : éléments déterminants des performances et de l'adhérence d'un mortier*, Thèse, Université de Toulouse, 2008

Ohama 1998 : Y. Ohama, *Polymer-based Admixtures*, Cement and Concrete Composites 20, p. 198-212, 1998

IV PROPRIETES INTRINSEQUES DES MORTIERS FORMULES EN LABORATOIRE

Les caractérisations réalisées sur les mortiers commerciaux avaient pour objectifs principaux d'identifier et de quantifier leurs composants majoritaires. Nous avons pu observer que, du fait de la formulation complexe de ces mortiers commerciaux, il est difficile de déterminer précisément leurs compositions. Pour étudier l'influence des polymères sur les propriétés des mortiers, des mortiers ont été formulés en laboratoire à partir des résultats obtenus sur les mortiers commerciaux. Leur composition est donc connue et permettra d'interpréter plus simplement les résultats obtenus.

Dans la première partie de ce chapitre, nous présenterons comment ont été formulés ces mortiers. La deuxième partie est consacrée à la présentation des propriétés intrinsèques de ces mortiers à l'état frais. Nous analyserons également l'influence des polymères sur la prise et la rhéologie de ces mortiers. Enfin, la troisième partie portera sur les propriétés de ces mortiers à l'état durci. Nous nous focaliserons notamment sur l'influence des polymères sur la microstructure et leurs impacts sur les propriétés mécaniques d'une part et d'autre part sur les effets de la cure sur l'ensemble des propriétés de ces mortiers modifiés.

IV.1 Formulation des mortiers réalisés en laboratoire

Les mortiers ont été formulés avec les composants de base d'un mortier classique c'est-à-dire du sable, du ciment et de l'eau. Des polymères sous forme de poudres ont été ajoutés à plus de 5% en masse par rapport au ciment pour que les mortiers soient considérés comme mortiers modifiés par des polymères [NF EN 1504-1 ; Ohama 1995]. Aucun adjuvant n'a été ajouté. Les teneurs de chaque composant sont exprimées par rapport à la teneur massique de ciment.

IV.1.1 Teneur en sable

Pour toutes les formulations préparées en laboratoire, une teneur unique en sable a été utilisée. En tenant compte des résultats par analyse minéralogique des produits commerciaux (Cf. chapitre III) et des compositions fréquemment utilisées dans la littérature [Medeiros 2009 ; Afridi 1995], le rapport massique entre le sable et le ciment S/C a été fixé à 3.

IV.1.2 Types et teneurs en polymères

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté une étude visant à identifier et quantifier les polymères qui étaient utilisés dans les produits commerciaux à notre disposition. Leur identification complète n'a pas pu être possible. Par contre, les analyses thermiques réalisées sur ces produits ont permis de repérer les zones de dégradation des polymères présents dans ces produits. Nous nous sommes ainsi basés sur ces indications pour valider le choix des polymères. D'autre part, l'étude bibliographique a montré qu'un certain nombre de polymère revenait régulièrement dans les compositions des mortiers composites tels que le styrène butadiène (SBR), le styrène acrylate (SA), l'éthylène vinyle acétate (EVA), le polyvinyle acétate (PVAc) ou encore le polyacrylate d'éthyle (PAE).

Nous avons choisi d'utiliser pour la formulation de nos mortiers du styrène-acrylate (SA) et de l'éthylène-vinyle-acétate (EVA). Notre choix pour ces polymères a pu être justifié en comparant les résultats d'analyse thermique de ces polymères à ceux des produits commerciaux.

La Figure IV-1 présente la dégradation thermique d'un film de styrène acrylate. Elle montre que celle-ci a lieu entre 390°C et 500°C environ. Dans cet intervalle, le film perd près de 85% de sa masse. On relève aussi que les pics de dégradation sont situés à 400 et 464°C pour ce polymère.

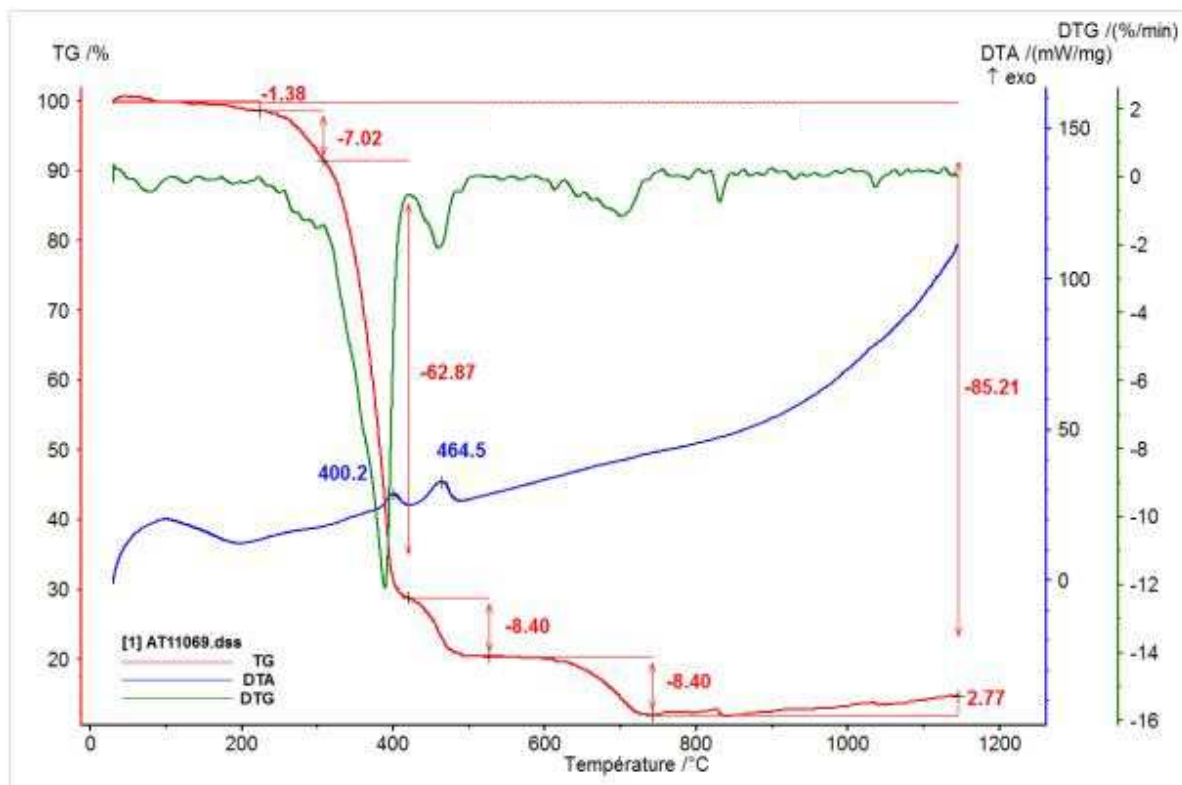


Figure IV-1 : Courbe ATG d'un film de polymère de styrène-acrylate (SA)

La dégradation d'un film d'éthylène vinyle acétate est donnée par la Figure IV-2. Nous voyons que la quasi-totalité du film (environ 85%) se dégrade entre 380°C et 580°C. les pics de dégradation de ce polymère sont à 353 et 478°C.

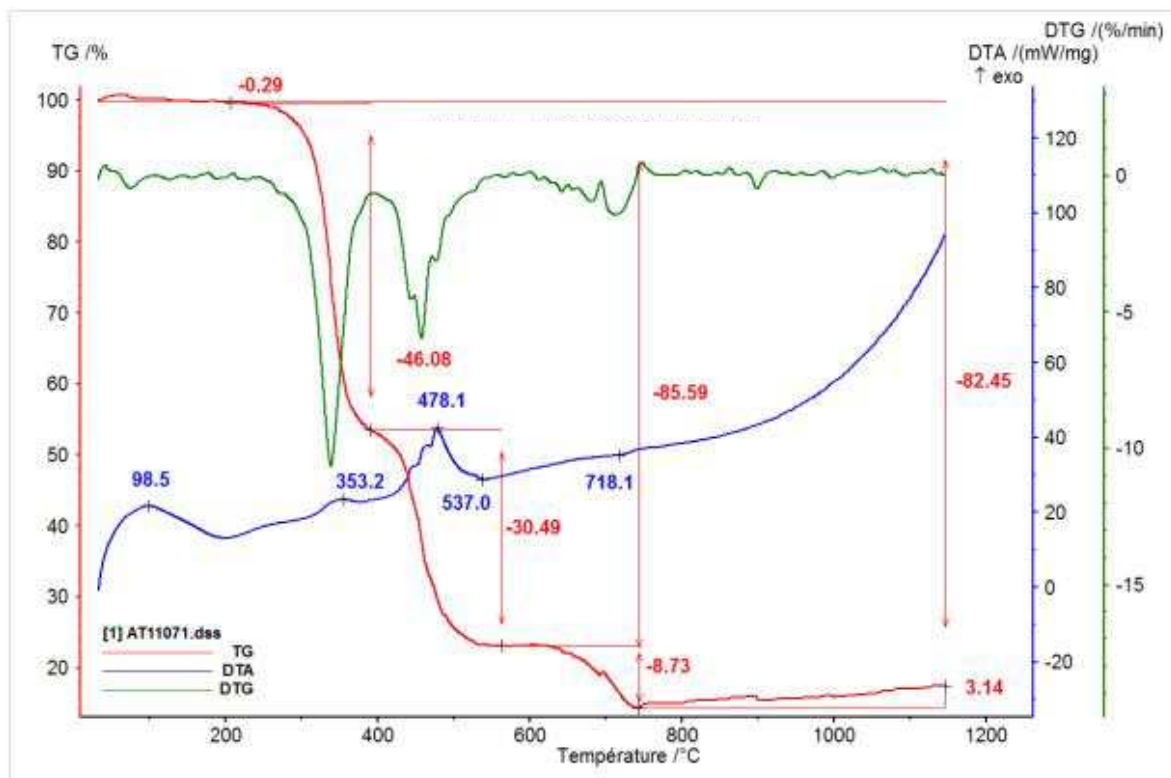


Figure IV-2 : Courbe ATG d'un film de polymère d'éthylène vinyle acétate (EVA)

Pour chacun de ces polymères, la dégradation des chaînes se fait en deux étapes, une étape de désacétylation (élimination de l'acide acétique) et une autre de formation de transvinyls (groupements vinyliques) [Blažek 2005]. C'est ce qui explique la présence des deux pics exothermiques observés sur les courbes ATG.

Pour ces deux types de polymère, il se forme un résidu au-delà de leur zone de dégradation représentant environ 15% de la masse totale. Ce résidu correspond d'une part aux produits issus de la décomposition des chaînes initiales de polymère, d'autre part aux fumées de cendres faisant partie de la composition de ces poudres commerciales.

Dans le chapitre précédent, les pics thermiques correspondant à la dégradation des polymères présents dans les produits commerciaux avaient pu être déterminés et sont reportés dans le Tableau IV-1.

Tableau IV-1 : Pics correspondant à la dégradation des polymères dans des produits commerciaux analysés par ATG

	M1	M2	M3	M4	M5	M6
Pics de dégradation thermique (°C)	365-420	365-420	350-415	340-480	320-450	350-485

Nous voyons donc que les pics que l'on trouve avec les polymères choisis pour formuler des mortiers de réparation en laboratoire sont dans la même gamme de température que celle des produits commerciaux. Nous pouvons donc considérer que notre décision de choisir les polymères SA et EVA est valable.

Nous avons également montré dans le chapitre III que les teneurs en polymères (par rapport à la masse du ciment) des produits commerciaux étaient autour de 5% (entre 3 et 6%). Afin de mieux étudier le rôle des polymères dans les mortiers modifiés formulés en laboratoire, nous avons décidé de travailler sur une gamme plus étendue de teneur en polymères. Ainsi, le choix s'est fait suivant les indications d'utilisation données par des acteurs génie civil et les recherches bibliographiques [Kishore 2010 ; Ohama 1995]. Ces auteurs définissent un mortier modifié avec des polymères comme étant un mortier dont la teneur en masse du polymère par rapport au ciment est comprise entre 5 et 20%. Chaque type de mortier a donc été formulé avec trois teneurs massiques P/C : 5 ; 10 et 20%. Les mortiers commerciaux analysés dans le chapitre précédent correspondent donc au minimum des teneurs P/C que nous avons choisi pour les mortiers de laboratoire.

IV.1.3 Détermination de la quantité d'eau de gâchage

Des travaux ont montré que l'ajout des polymères dans les mortiers augmentait leur fluidité au point de réduire considérablement le domaine d'étude de ces mortiers à teneur en eau constante [Bellanger 2010 ; Haach 2011 ; Ohama 1998]. Quand les mortiers sont formulés avec une teneur en eau constante, l'introduction des polymères modifie leur fluidité qui devient rapidement trop importante, au point de ne plus pouvoir travailler avec des rapports P/C élevés. Il est donc difficile d'étudier les mortiers avec une teneur en eau constante et des taux de polymères variables. Afin de pouvoir étudier l'influence de la quantité de polymère, il est donc nécessaire de modifier le rapport eau/ciment en fonction de la composition du mortier. Nous avons donc choisi de formuler des

mortiers à consistance fixée pour tous les mortiers formulés en laboratoire. Cette valeur a été définie en s'appuyant sur les résultats des tests d'affaissement au mini-cône d'Abrams obtenus sur des produits commerciaux (Cf. chapitre III). L'affaissement moyen des produits commerciaux est de 3 cm à 10% près. Cette valeur a été prise comme valeur de référence pour les mortiers formulés en laboratoire. La quantité d'eau pour ces mortiers a donc été ajustée par ces mêmes tests d'affaissement afin d'obtenir la consistance voulue.

Les graphes de la Figure IV-3 montrent l'évolution de l'affaissement de chaque mortier en fonction de la quantité d'eau de gâchage ajoutée.

Nous pouvons remarquer que :

- Pour rester à la même consistance, la quantité d'eau de gâchage doit diminuer quand celle du polymère augmente.
- A teneur en eau constante, l'augmentation de la quantité de polymère dans le mortier entraîne l'augmentation de son affaissement. Ceci s'explique notamment par le phénomène de « roulement à billes » dit « ball bearing » qu'apportent les molécules de polymère et leurs tensio-actifs dans le milieu hydraté [Barluenga 2004 ; Bertoli 2012 ; Ohama 1998].

La consistance des mortiers modifiés par les deux types de polymères évolue de la même façon lorsque la quantité d'eau ou la quantité de polymère augmente. Les valeurs de E/C correspondant à un affaissement de 3 cm sont reportées dans le Tableau IV-2. Nous pouvons observer que dans le cas des mortiers modifiés par du styrène-acrylate, le rapport E/C est toujours plus faible.

Tableau IV-2 : Ratio eau/ciment (E/C) des mortiers modifiés pour un affaissement de 3 cm

Rapport P/C	E/C (SA)	E/C (EVA)
0		0,49
5%	0,410	0,445
10%	0,370	0,412
20%	0,322	0,365

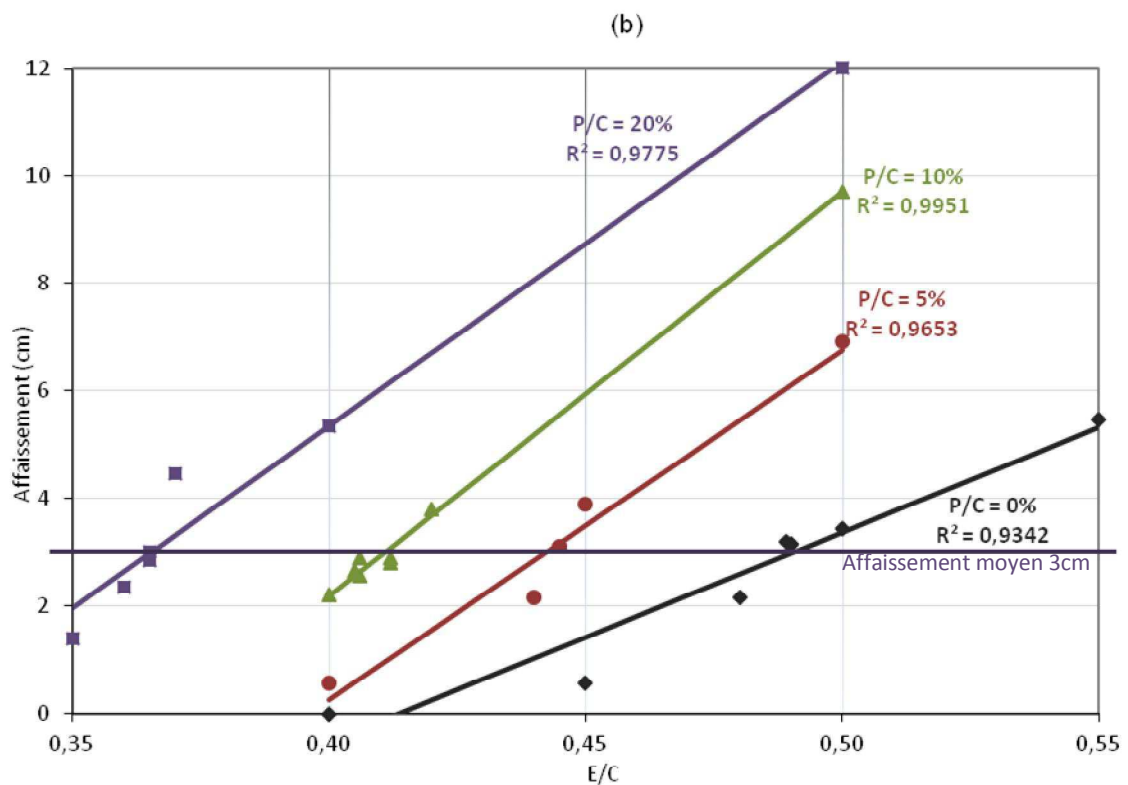
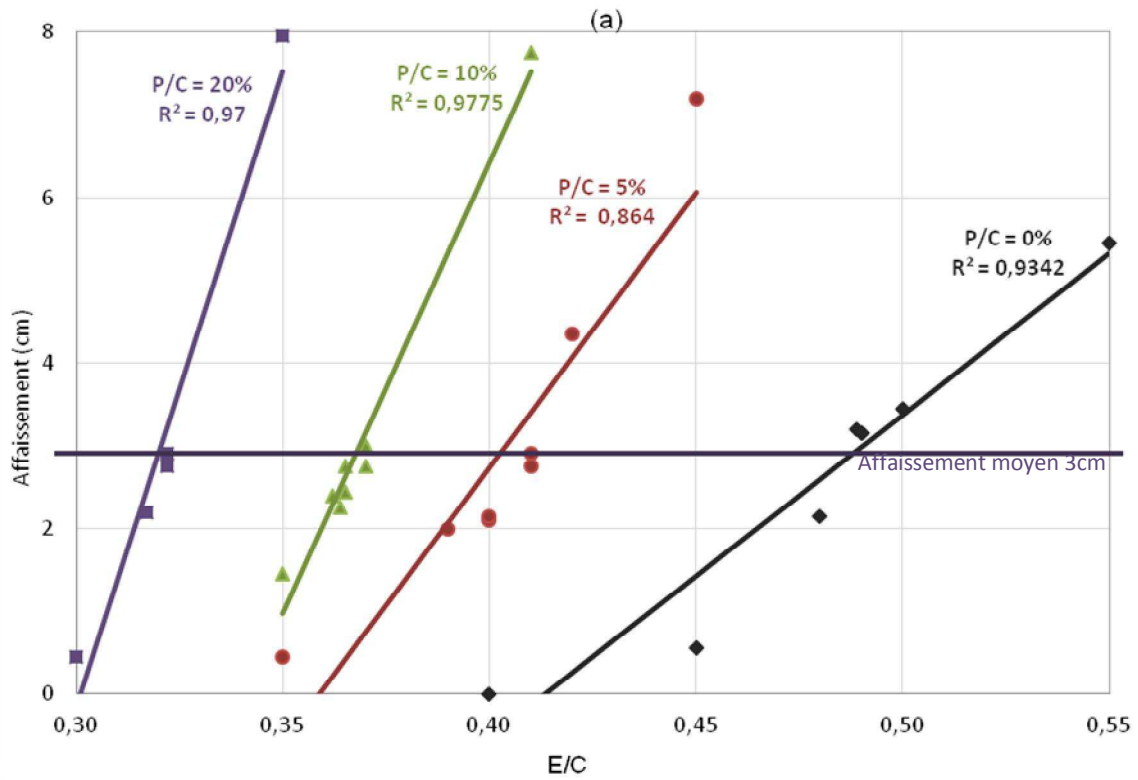


Figure IV-3 : Evolution de l'affaissement des mortiers modifiés en fonction de la quantité d'eau. (a) Mortiers modifiés par du SA. (b) Mortiers modifiés par de l'EVA

IV.1.4 Composition des mortiers formulés en laboratoire

A partir des résultats présentés dans les paragraphes précédents, les compositions des mortiers formulés en laboratoire sont présentées dans le Tableau IV-3. Les propriétés de ces mortiers à l'état frais et à l'état durci sont présentées dans les paragraphes suivants. Dans la suite de cette étude, les mortiers modifiés par des polymères seront désignés par l'acronyme du polymère (SA ou EVA) suivi du rapport P/C utilisé pour ce mortier. EVA10 correspond donc au mortier modifié par de l'EVA avec un rapport polymère sur ciment de 10%. M0 correspond au mortier classique non modifié.

Tableau IV-3 : Composition globale des mortiers formulés en laboratoire

Rapport P/C	Rapport S/C	Rapport E/C (SA)	Rapport E/C (EVA)
0	3		0,49
5%		0,410	0,445
10%		0,370	0,412
20%		0,322	0,365

Les formulations équivalentes en kg/m^3 sont présentées dans le Tableau IV-4.

Tableau IV-4 : Formulation globale des mortiers en kg/m^3

P/C	Formulation des mortiers modifiés par du SA (kg/m^3)				Formulation des mortiers modifiés par de l'EVA (kg/m^3)			
	Ciment	Eau	Sable	Polymère	Ciment	Eau	Sable	Polymère
0%	518	254	1554	0	518	254	1554	0
5%	483	198	1450	24	482	215	1447	24
10%	479	177	1437	48	473	195	1419	48
20%	482	155	1444	96	481	175	1442	96

IV.2 Propriétés des mortiers à l'état frais

IV.2.1 Aspect rhéologique

La consistance des matériaux cimentaires est généralement la caractéristique utilisée sur les chantiers pour juger de leur comportement rhéologique et notamment de leur fluidité. On parle aussi d'ouvrabilité du béton. Nous avons donc réalisé des tests d'affaissement au mini cône d'Abrams pour caractériser cette ouvrabilité.

Pour les mortiers non-modifiés, le mélange frais s'écoule et s'étale. L'affaissement est dû majoritairement à l'eau qui fluidifie le mortier. L'ajout de polymère en faible teneur (jusqu'à 10%) favorise aussi cette fluidité notamment par le phénomène de « ball bearing », comme cela a été vu précédemment [Barluenga 2004 ; Bertoli 2012 ; Ohama 1998]. L'effet combiné des polymères (« ball bearing ») et de l'eau permet donc la grande fluidité du mortier [Hu 1995].

Par contre, entre 10 et 20% de polymère, le mortier s'affaisse sous l'effet de son poids et s'étale beaucoup moins. La quantité d'eau réduite ne permet pas de fluidifier autant le milieu que dans le

cas précédent et la pâte a un comportement viscoélastique. De plus, la formation des films de polymère limite encore plus l'action fluidifiante des grains de polymère.

L'ouvrabilité des mortiers modifiés est ainsi gouvernée à la fois par les quantités d'eau et de polymère qu'ils contiennent. Elle dépend de ces deux facteurs mais reste indépendante de la consistance. A consistance constante, l'ouvrabilité diminue avec l'augmentation de la quantité de polymère. Son évolution est schématisée sur la Figure IV-4. Des recherches décrivent le même phénomène en étudiant la modification de la viscosité de ces mortiers [Afridi 1995 ; Ohama 1995 ; Wagner 1973]. D'après ces auteurs, le mélange entre l'eau et les polymères augmentent la viscosité de la phase aqueuse et de tout le mortier, et ce phénomène s'accroît au fur et à mesure que la teneur en polymères augmente, ce qui conduit à un matériau de plus en plus rigide.

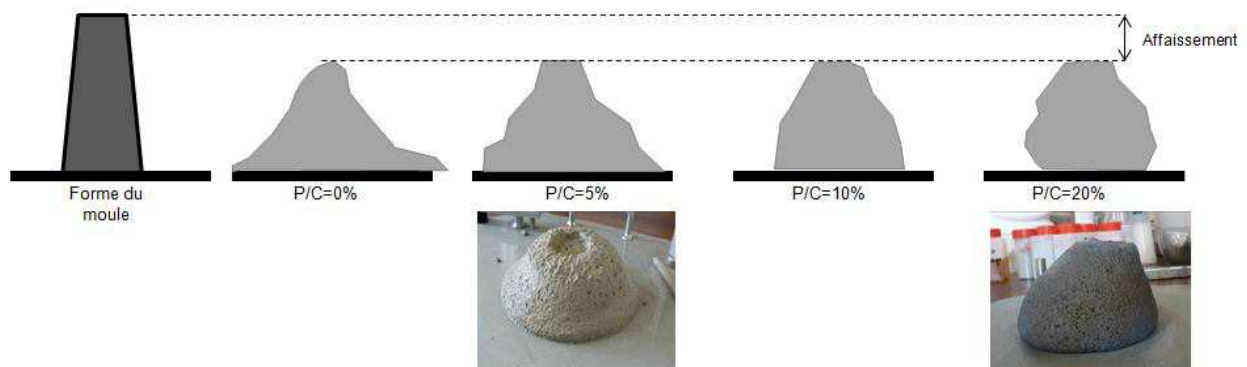


Figure IV-4 : Evolution du mode d'affaissement des mortiers modifiés par des polymères à consistance constante

Il est aussi à noter que cette modification de l'ouvrabilité est plus accentuée pour les mortiers modifiés par du SA puisque qu'ils contiennent moins d'eau. Leur ouvrabilité diminue donc plus rapidement que celle des mortiers contenant de l'EVA.

Bien que cette technique soit l'une des plus récurrentes pour la mesure de la consistance des bétons et des mortiers sur chantier, le test d'affaissement au cône d'Abrams ne traduit pas toujours son ouvrabilité [Hu 1995]. Visuellement, le changement de l'ouvrabilité des mortiers que nous avons étudiés est notable avec la modification de la teneur en polymère. La fluidité du milieu diminue avec l'augmentation de la quantité de polymère, ceci pour les deux types de mortier.

IV.2.2 Temps de début de prise

Le temps de début de prise des mortiers a été mesuré avec un prisomètre Vicat. Comme pour les produits commerciaux, deux essais ont été réalisés pour chaque formulation. La Figure IV-5 montre l'évolution du temps de prise en fonction du type et de la quantité de polymère ajouté. A titre de comparaison, les temps de prise des mortiers commerciaux ont également été reportés sur la figure. On peut observer que les temps de prise de l'ensemble des mortiers sont du même ordre de grandeur.

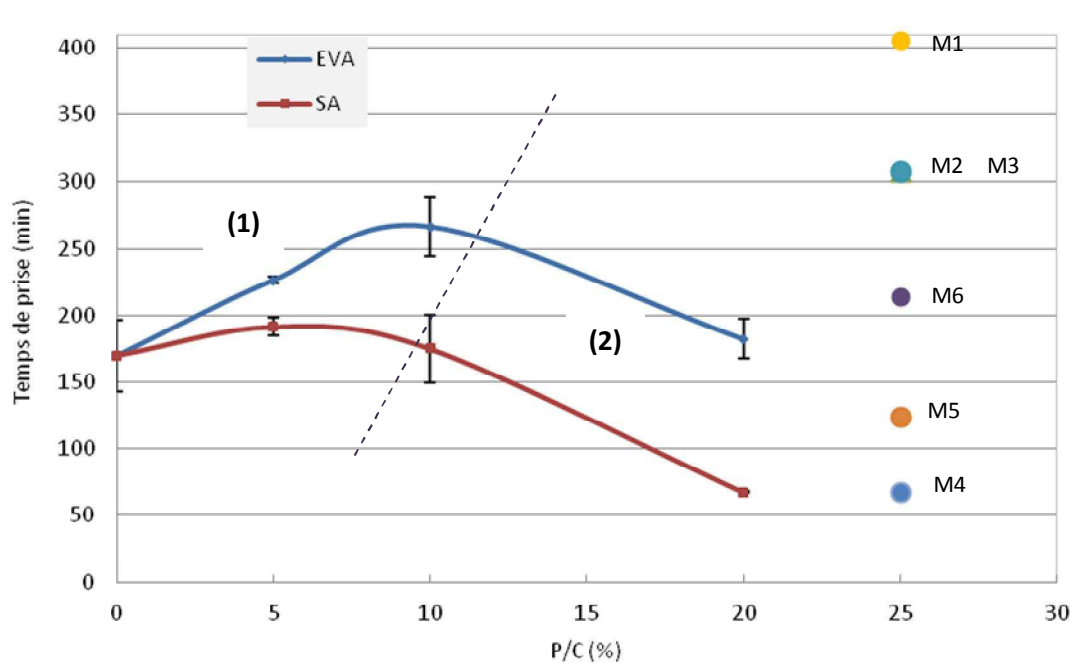


Figure IV-5 : Temps de début de prise des mortiers formulés en laboratoire et temps de prise des produits commerciaux

Par ailleurs, pour les deux types de polymères, le temps de prise en fonction du rapport P/C varie de la même manière : il augmente jusqu'à une valeur maximale correspondant à des teneurs en polymères comprises entre 5 et 10 %, puis diminue. Les mécanismes de durcissement du matériau peuvent expliquer ces résultats :

- Aux faibles pourcentages en polymère dans les mortiers, les particules de polymères viennent s'adsorber à la surface des grains de ciment. Le polymère ralentit donc la diffusion de l'eau vers les grains de ciment anhydres, et entraîne le ralentissement de la prise (partie 1 de la Figure IV-5) De plus, des réactions de complexation ont lieu entre les groupes fonctionnels des polymères et les ions calcium du ciment [Beeldens 2004 ; Ohama 1998]. En conséquence, les ions Ca^{2+} ne sont pas disponibles pour former les hydrates de ciment.

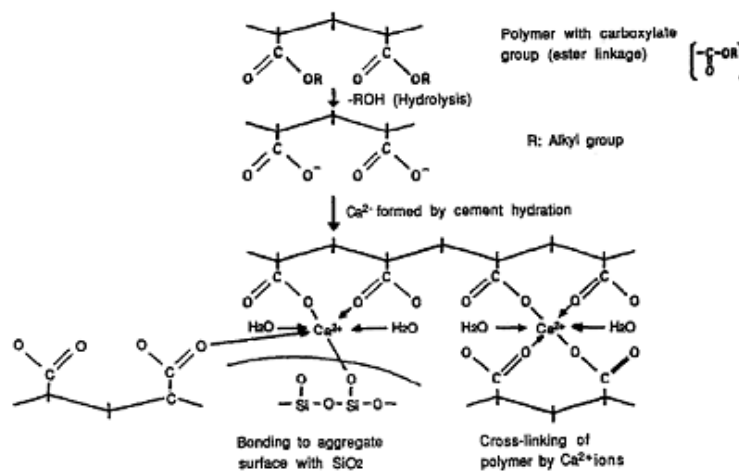


Figure IV-6 : Réaction entre le polymère et les ions calcium du ciment [Ohama 1998]

- Dans le cas des mortiers ayant de forts pourcentages de polymère, l'eau et le polymère interagissent toujours avec le ciment comme dans le premier cas. Le rapport E/C est plus faible, il y a donc moins d'eau disponible pour l'hydratation du ciment. Cependant, cette faible teneur en eau favorise la formation des films de polymères et la création d'un réseau entremêlé de polymères et d'hydrates de ciment. Le début de prise mesuré s'assimile dans ce cas au début de la filmification du polymère (partie 2 de la Figure IV-5).

Des études similaires, effectuées sur des mortiers contenant des latex de SBR, ont mis en évidence la diminution du temps de prise quand le taux de polymère augmente [Barluenga 2004]. Cette diminution, d'abord lente pour de faibles valeurs de P/C, devient plus importante à partir de 6% de polymère. Pour ces auteurs, la prise est d'abord gouvernée par l'hydratation du ciment, puis par la filmification du polymère.

Nous pouvons également observer que les mortiers contenant du SA ont une prise plus rapide que ceux contenant de l'EVA. La différence s'accroît avec l'augmentation de la quantité de polymère dans le mortier ; le mortier ayant 20% d'EVA a un temps de prise trois fois plus élevé que le mortier contenant 20% de SA. Cette différence peut s'expliquer par les réactions ayant lieu entre les chaînes de polymère et les ions calcium du ciment illustré sur la Figure IV-6. Les ions calcium sont complexés par les polymères SA et EVA pour donner des composés dont la formation est schématisée sur les Figure IV-7 et Figure IV-8.

Pour le SA, la basicité du milieu conduit à l'hydrolyse des chaînes qui interagissent ensuite avec les ions calcium (Figure IV-7).

Pour l'EVA, la basicité du milieu conduit également à l'hydrolyse des ramifications des chaînes du polymère pour former de l'alcool polyvinylique et des ions acétate CH_3COO^- . Ces anions se combinent avec les ions Ca^{2+} et forment de l'acétate de calcium $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (Figure IV-8). Cette réaction supplémentaire peut être mise en évidence par des essais de thermogravimétrie [Betioli 2009].

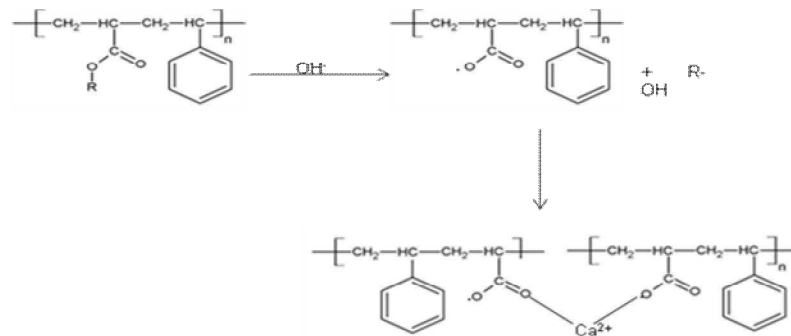


Figure IV-7 : Schéma réactionnel entre les chaînes de SA et les ions calcium

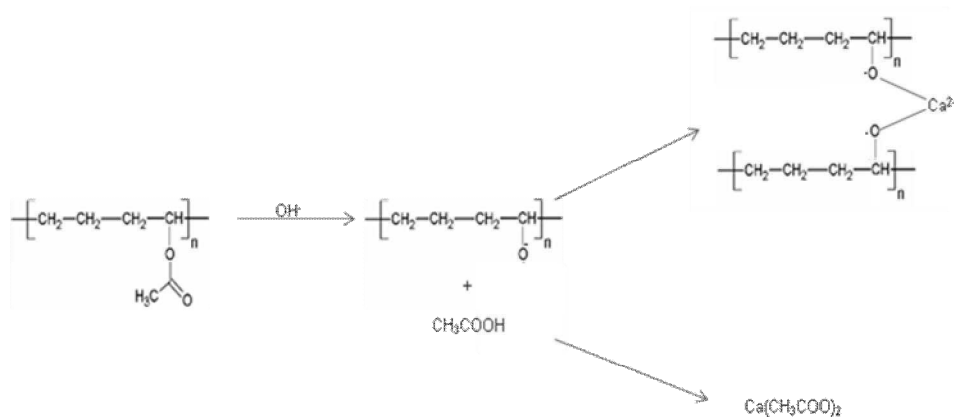


Figure IV-8: Schéma réactionnel entre les chaînes d'EVA et les ions calcium

Ainsi, pour des mortiers de même teneur en polymère, une quantité plus importante d'ions calcium réagit dans les mortiers contenant de l'EVA que dans ceux contenant du SA. Cela peut expliquer leur temps de prise plus long.

IV.3 Propriétés à l'état durci

Cette partie a pour objectif de décrire les propriétés des matériaux après 28 jours de durcissement en milieu ambiant (21°C et 60% d'humidité relative). Dans un premier temps, l'influence du type et de la quantité de polymère sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques a été évaluée après une cure dans des conditions ambiantes. Dans la deuxième partie, l'influence du type de cure sur les mêmes propriétés est analysée.

IV.3.1 Influence de la quantité de polymère

IV.3.1.1 Microstructure

La microstructure des mortiers a été analysée par des mesures de porosité accessible à l'eau et par des observations au microscope électronique à balayage.

La Figure IV-9 présente les valeurs de porosité obtenues. Pour les deux types de polymère, l'augmentation du rapport P/C entraîne une diminution de la porosité. On peut observer que les mortiers modifiés par de SA ont une porosité plus faible que ceux contenant de l'EVA. Cela peut-être dû à leur rapport E/C plus faible à taux de polymère identique.

Si on compare ces valeurs à celles mesurées pour les produits commerciaux, la porosité reste dans le même ordre de grandeur, celle des produits commerciaux étant comprise entre 8 et 23%.

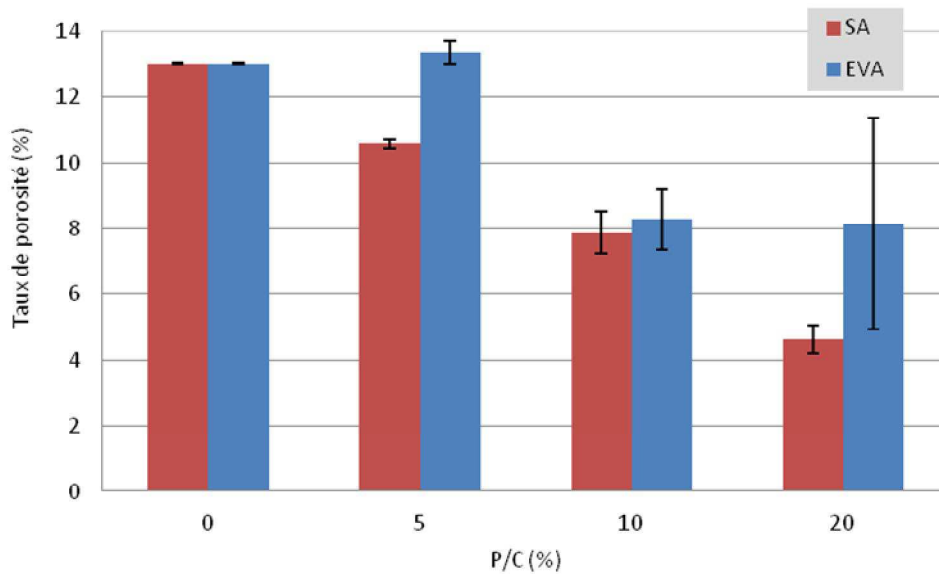


Figure IV-9 : Porosité accessible à l'eau des mortiers formulés en laboratoire après une cure en milieu ambiant

Afin d'observer plus finement la microstructure des mortiers, des observations ont été réalisées par microscopie électronique à balayage sur des fractures fraîches. Sur ces images, on ne peut pas observer la présence de polymère, celui-ci formant un réseau entremêlé avec les hydrates de ciment (Figure IV-10 (a)).

Pour mettre en évidence la présence de polymère et pouvoir observer sa localisation dans les mortiers, des attaques à l'acide chlorhydrique ont été réalisées sur les fractures fraîches. Ces attaques permettent de dissoudre la partie minérale du ciment en conservant la phase polymère. Sur les images obtenues, des filaments de polymères sont visibles entre les granulats de sable et la phase liante (Figure IV-10 (b)). On peut donc confirmer que la présence de polymère permet de renforcer l'interface entre les granulats et la pâte de ciment.

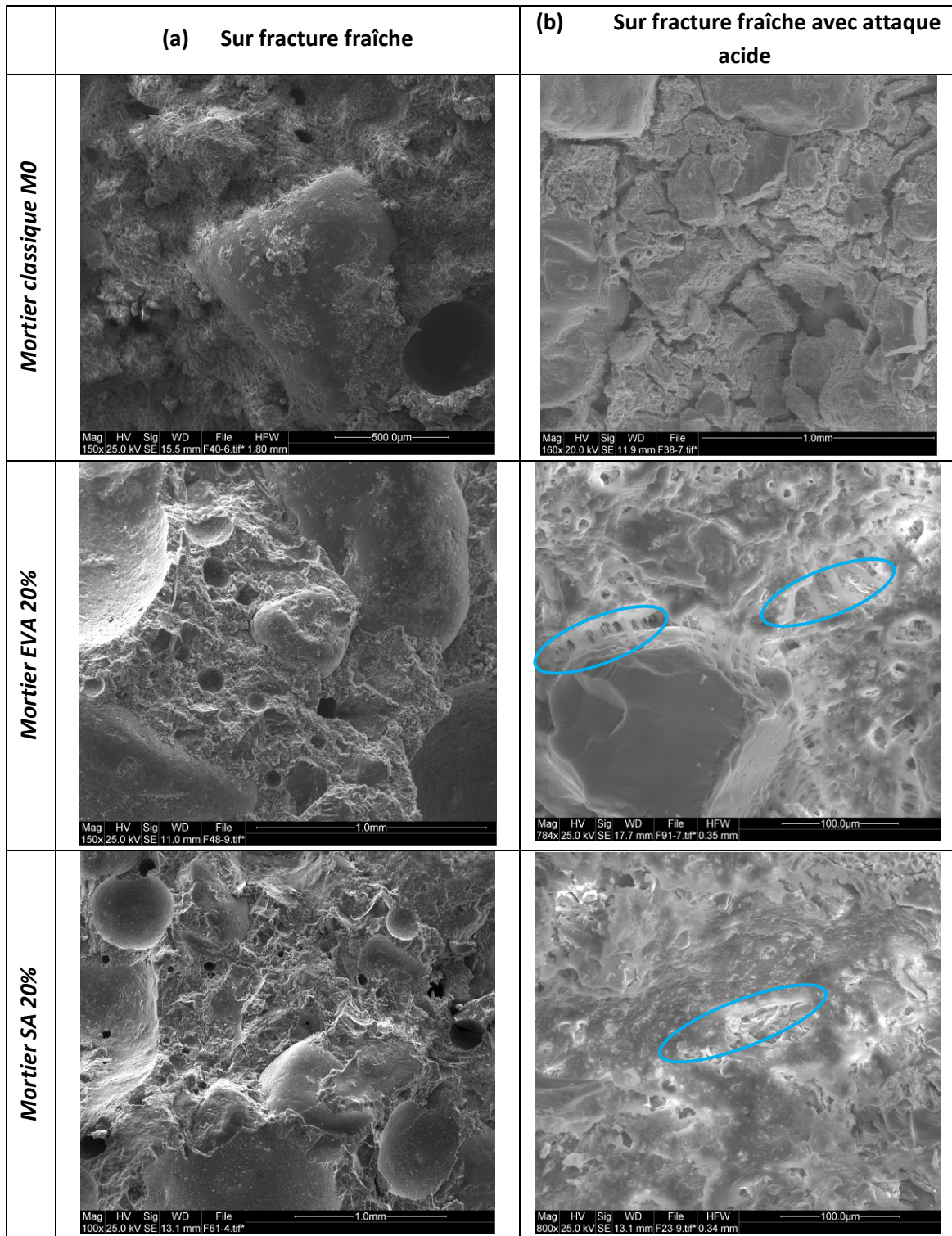


Figure IV-10 : observations MEB des mortiers sur fractures fraîches (a) et sur fractures fraîches attaquées à l'acide (b)

IV.3.1.2 Propriétés mécaniques

Les résistances en compression et en flexion obtenues sont respectivement présentées sur les Figure IV-11 et Figure IV-12.

Les résistances à la compression des mortiers modifiés sont inférieures à celles du mortier classique qui est de 47 MPa. Seule la résistance du mortier avec 20% de styrène acrylate atteint celle du mortier classique en compression. En dessous de cette teneur, les résistances sont identiques pour les deux mortiers modifiés par un même taux de polymère.

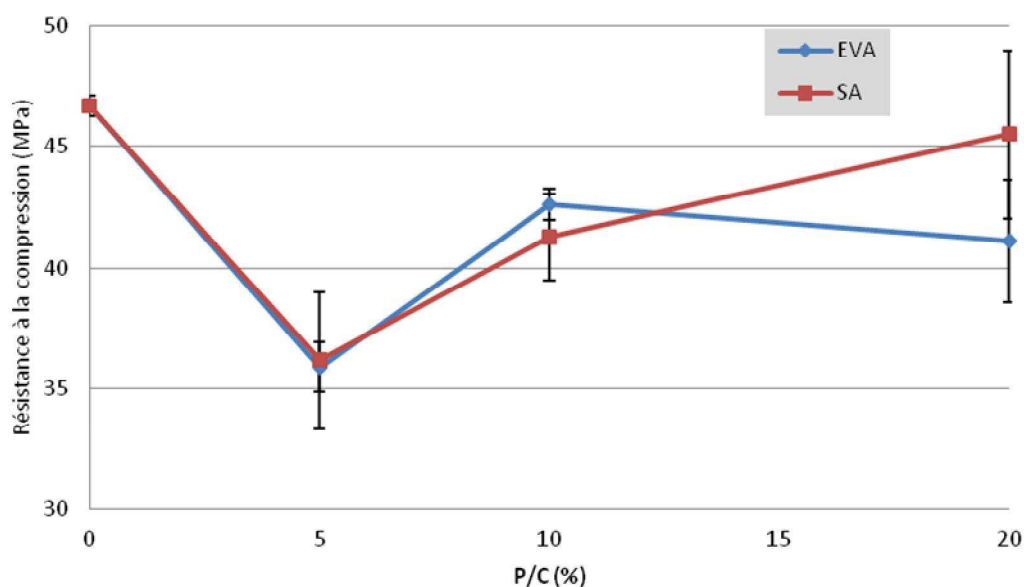


Figure IV-11 : Résistance à la compression des mortiers formulés en laboratoire après une cure en milieu ambiant

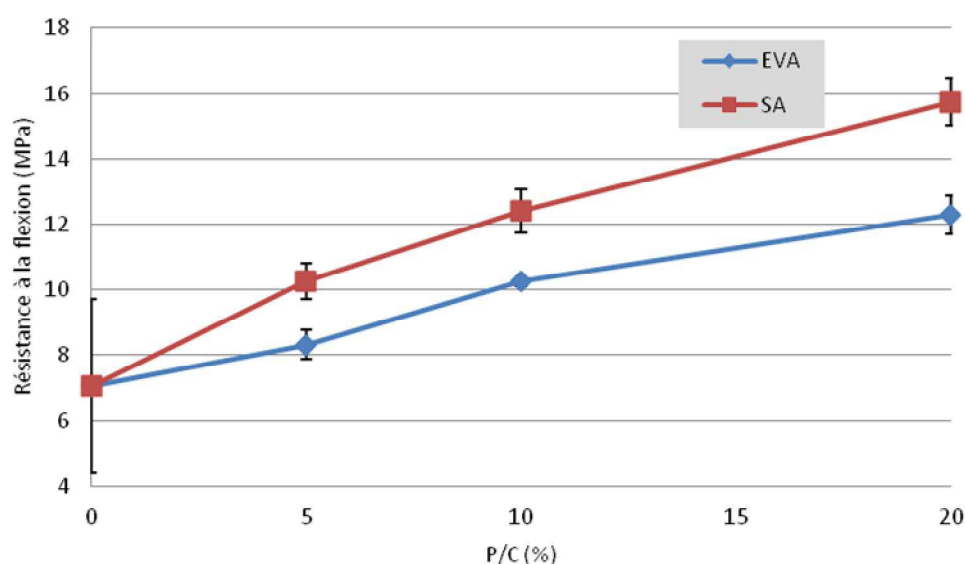


Figure IV-12: Résistance à la flexion des mortiers formulés en laboratoire après une cure en milieu ambiant

La présence des polymères a donc peu d'impact sur la résistance en compression, voire un impact négatif, alors que la résistance en flexion croit fortement avec le taux de polymère. Cette augmentation est encore plus marquée pour les mortiers contenant du styrène acrylate. Cela peut s'expliquer par l'amélioration de la cohésion entre les granulats et la pâte de ciment due à la présence de films de polymère à l'interface. Ces films viennent ponter les fissures entre la pâte et les granulats et ralentissent leur propagation [Sakai 1995 ; Van Gemert 2004]. Il faut aussi ajouter que les polymères SA et EVA sont des élastomères, ce sont donc des matériaux souples à température ambiante. De ce fait, le réseau co-matriciel que forment les films de polymère et le ciment hydraté bénéficie de ces propriétés de souplesse.

Ainsi, plus on ajoute du polymère dans le mortier, plus ses propriétés intrinsèques augmentent. Et cette amélioration est plus notable en flexion qu'en compression [Beeldens 2001]. De plus, à pourcentage de polymère égal, les performances les plus élevées sont obtenues avec les mortiers modifiés par du SA.

Cette différence peut être attribuée aux interactions entre le polymère et les granulats représentées sur les Figure IV-6, Figure IV-7 et Figure IV-8. On peut voir que le styrène-acrylate forme deux fois plus d'interactions avec les Ca^{2+} que l'EVA. Cela peut renforcer de manière plus importante la résistance de l'interface liant-granat qui est particulièrement sollicitée lors de l'essai en flexion.

IV.3.2 Influence de la cure

Les résultats obtenus sur les mortiers commerciaux et présentés dans le chapitre III montrent que les propriétés des matériaux durcis dépendent du type de cure appliquée pendant l'hydratation du matériau. L'objectif de cette partie est d'évaluer l'influence des conditions de cure sur les propriétés des mortiers modifiés par les polymères. Pour cela, les mortiers ont été soumis aux mêmes cures que celles appliquées aux mortiers commerciaux : la première en milieu ambiant contrôlé (21°C et 60% d'humidité relative), la deuxième en milieu chaud à 40°C et la troisième en immersion dans l'eau. Les propriétés mécaniques et la microstructure de ces mortiers ont été observées après ces différentes cures.

IV.3.2.1 Microstructure

L'évolution de la porosité accessible à l'eau en fonction du taux de polymère est donnée par la Figure IV-13 pour les mortiers contenant du SA et la Figure IV-14 pour les mortiers contenant de l'EVA.

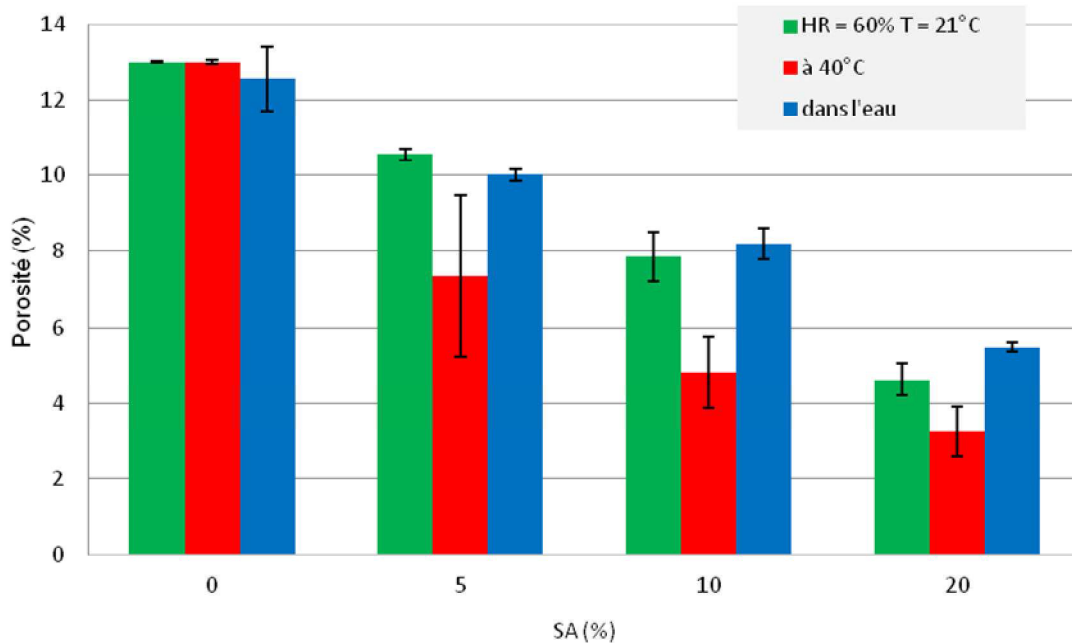


Figure IV-13 : Porosité accessible à l'eau des mortiers modifiés par du SA après les trois types de cure

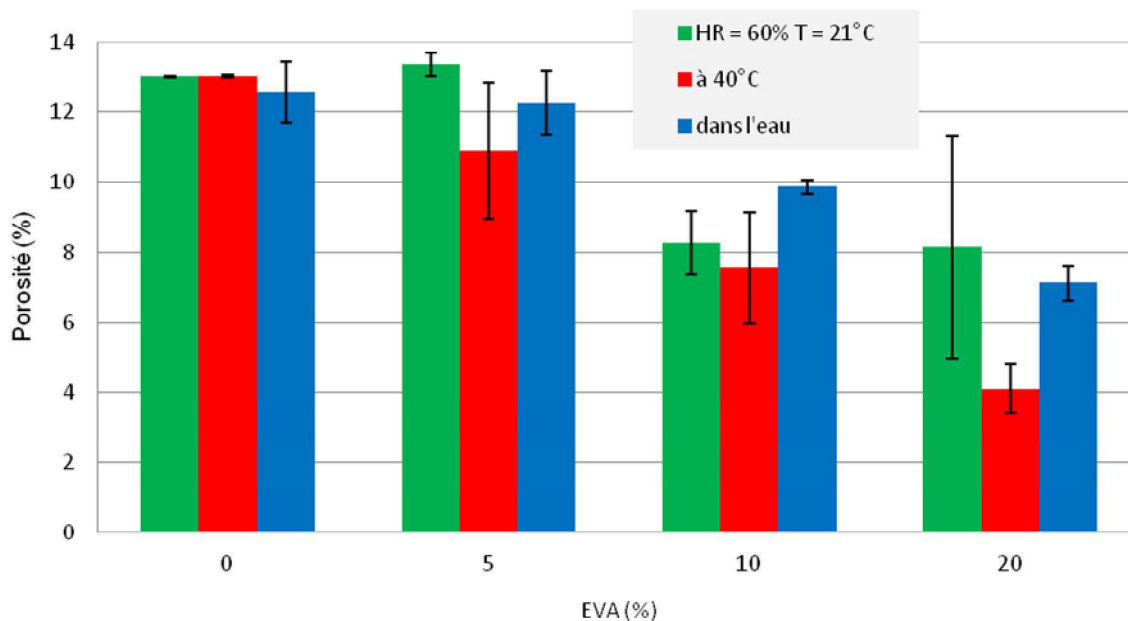


Figure IV-14 : Porosité accessible à l'eau des mortiers modifiés par de l'EVA après les trois types cures

Les résultats obtenus pour le mortier classique montrent que la porosité de ce dernier n'est pas influencée par le type de cure appliquée. Les résultats sont différents avec les mortiers modifiés par des polymères formulés en laboratoire. Pour ces mortiers, le taux porosité le plus faible est obtenu après la cure à 40°C. De plus, ces mortiers modifiés ont une porosité plus faible que celle du mortier classique et leur taux de porosité diminue avec l'ajout de polymères. Par ailleurs, les mortiers contenant du SA ont une porosité plus faible que celle des mortiers avec de l'EVA pour une même teneur en polymères.

IV.3.2.2 Propriétés mécaniques

En ce qui concerne les propriétés mécaniques, nous pouvons observer un comportement assez similaire pour les deux mortiers en fonction du type de cure appliqué.

Les résistances en compression (Figure IV-15 et Figure IV-16) augmentent globalement avec l'ajout de polymères. La cure à 40°C est celle qui favorise les résistances les plus élevées pour les deux types de polymères ; la résistance après cette cure atteint près de 65 MPa pour le mortier avec 20% de SA et près de 55 MPa pour le mortier avec 20% d'EVA. Pour les autres types de cures, les résistances à la compression sont du même ordre de grandeur à teneur en polymère identique. Elles se situent autour de 45 MPa pour les mortiers ayant 20% de polymère. Notons que les mortiers par du SA ont toujours des résistances en compression plus élevées que celles des mortiers contenant de l'EVA. Un autre point est à noter pour le mortier contenant 5% d'EVA qui semble ne pas être impacté par la cure puisqu'il garde la même résistance en compression.

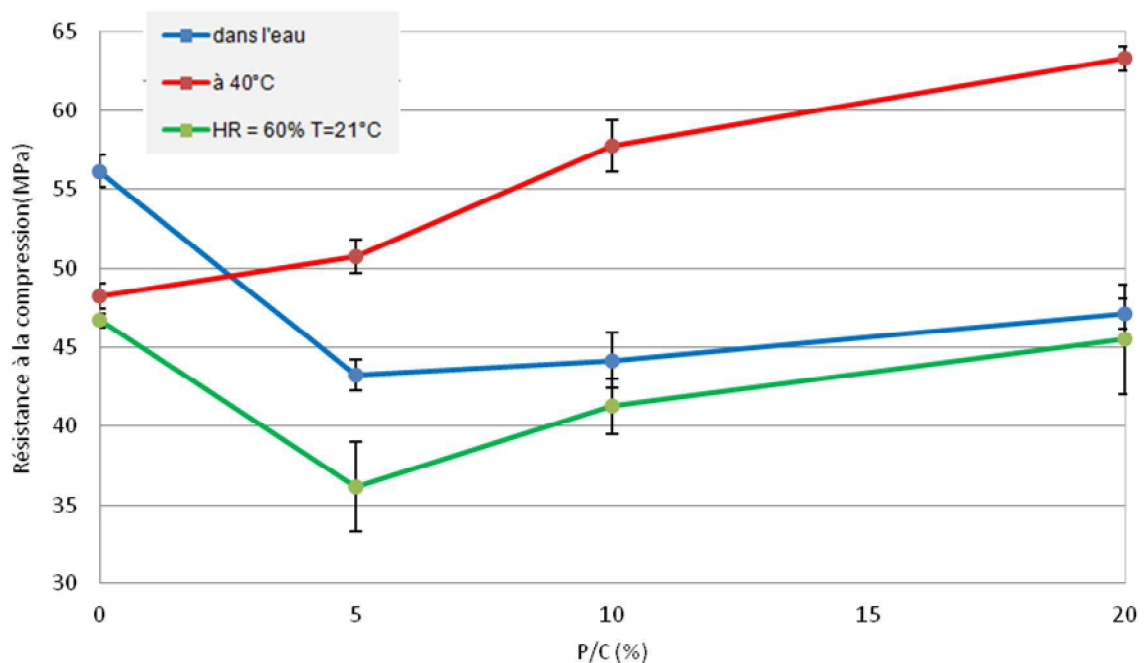


Figure IV-15 : Résistances à la compression des mortiers modifiés avec du SA sous différentes cures

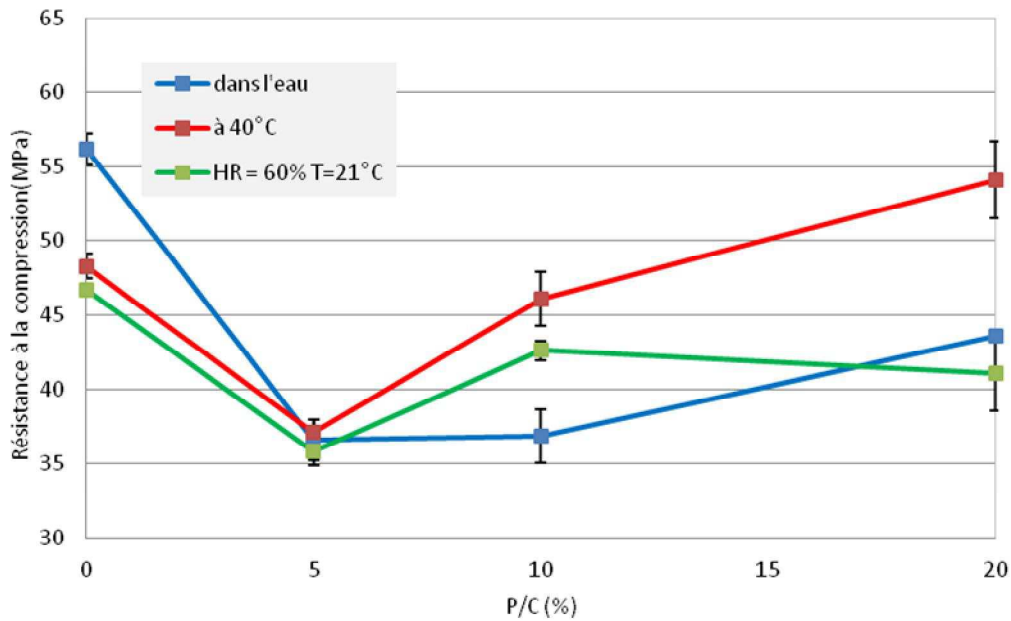


Figure IV-16 : Résistances à la compression des mortiers modifiés avec de l'EVA sous différentes cures

Les observations faites sur les résistances en flexion sont légèrement différentes de celles observées en compression (Figure IV-17 et Figure IV-18). En effet, tout comme pour les résistances en compression, les résistances en flexion les plus élevées sont obtenues en appliquant la cure chaude pour les deux types de mortiers. Des différences sont observées au niveau des autres cures. Aussi bien avec les mortiers contenant de l'EVA qu'avec ceux contenant du SA, la cure procurant les moins bonnes résistances en flexion est clairement celle en immersion dans l'eau. Ainsi en cures ambiante et chaude, les résistances à la flexion des mortiers modifiés sont supérieures à celle du mortier classique dès l'ajout de 5% de polymère. Par contre, après une cure humide, seuls les mortiers avec 20% de polymère réussissent à obtenir une résistance égale (pour l'EVA) et même supérieure à celle du mortier classique (pour le SA).

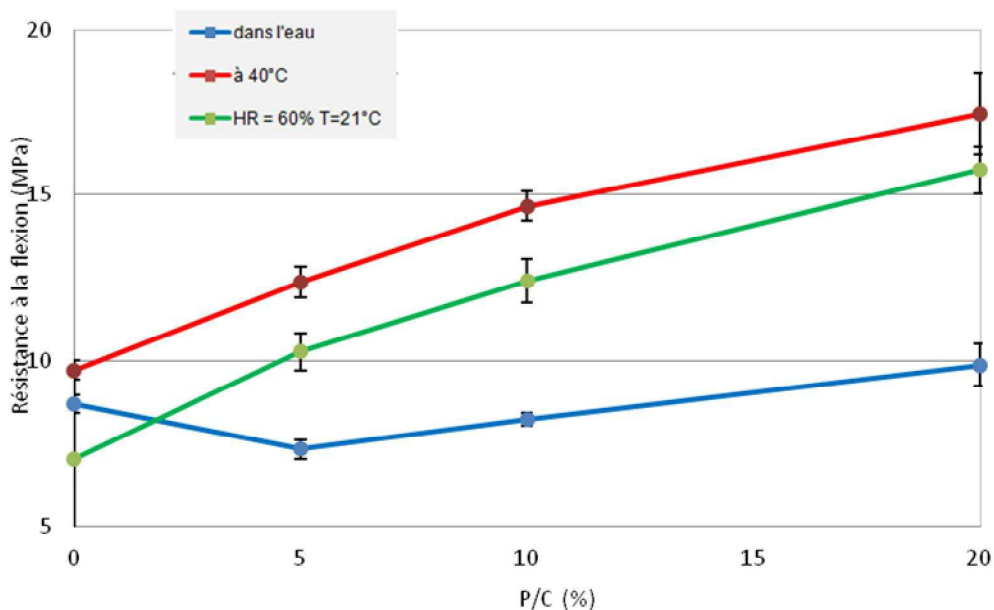


Figure IV-17 : Résistances à la flexion des mortiers modifiés avec du SA sous différentes cures

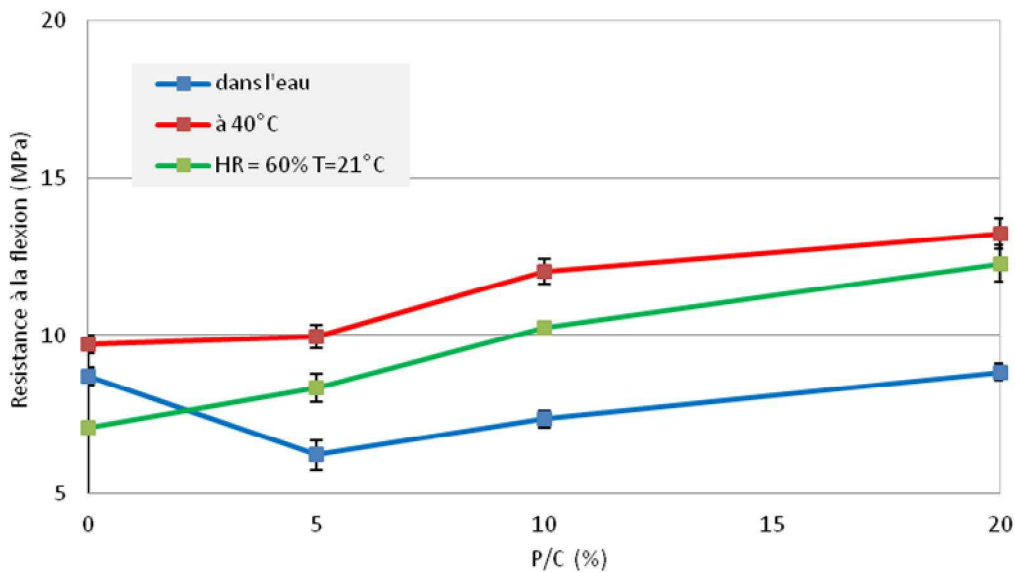


Figure IV-18 : Résistances à la flexion des mortiers modifiés avec de l'EVA sous différentes cures

Dans les deux cas de mesure (compression et flexion) et à taux de polymère identique, le mortier contenant du SA a une résistance plus élevée que celle du mortier contenant de l'EVA. Ces résultats sont en accord avec les mesures de porosité accessible à l'eau présentées dans la partie précédente ; les propriétés mécaniques les plus élevées et les porosités les plus faibles sont obtenues après la cure à 40°C et à taux de polymères identiques.

L'influence de la cure sur les propriétés mécaniques des mortiers modifiés par des polymères a été étudiée dans plusieurs travaux. Certains [Aggarwal 2007] montrent une augmentation des propriétés mécaniques, à la fois en flexion et en compression, après une cure sèche à 40°C. Pour d'autres auteurs [Medeiros 2009], les propriétés en compression des mortiers sont plus élevées avec une cure humide pendant 28 jours, puis sèche pendant 14 jours par rapport à une cure sèche pendant la même durée.

IV.3.3 Bilan sur les propriétés des mortiers modifiés à l'état durci

Dans ce chapitre, l'influence du type et de la teneur en polymères, ainsi que celle du type de cure sur les propriétés des mortiers modifiés a été analysée.

Les polymères ont un impact plus important sur la résistance à la flexion du mortier que sur sa résistance à compression. Ceci est dû principalement à la nature des polymères utilisés. En effet, l'éthylène vinyle acétate et le styrène acrylate font partie des élastomères. La structure chimique de ce type de polymère leur confère une bonne flexibilité. L'emploi de ces polymères améliore donc la résistance en flexion de ces mortiers.

La cure chaude favorise l'obtention de performances mécaniques élevées et d'une faible porosité par rapport aux cures en immersion dans l'eau ou la cure ambiante. Ceci peut s'expliquer par processus de formation des films de polymères (Figure IV-19). Ce processus dépend essentiellement de deux facteurs : la température du milieu, puisqu'il faut une température minimale pour que la

filmification ait lieu (température appelée TMMF, température minimale de formation de film) et le taux d'humidité du milieu.

En cure chaude, la température du milieu est beaucoup plus élevée que la TMMF du SA et de l'EVA qui sont égales à 0°C. De plus, la consommation d'eau dans le milieu est plus rapide grâce à l'hydratation du ciment et à la température élevée du milieu qui entraîne son évaporation. Ces conditions rendent donc plus favorables la filmification des polymères.

Pour les deux autres types de cure, malgré la température au-dessus des TMMF, la quantité d'eau disponible, provenant à la fois de l'environnement de cure et du gâchage est plus importante que l'eau disponible en cure sèche, ce qui freine la formation de films de polymère [Gretz 2011, Winnik 1997]. De plus, la présence de cette eau combinée à celle du polymère entraîne la création de cavités dans le mortier, raison pour laquelle la porosité est plus importante pour les éprouvettes de mortier ayant subi ce type de cure que pour les éprouvettes des mortiers conservés à 40°C.

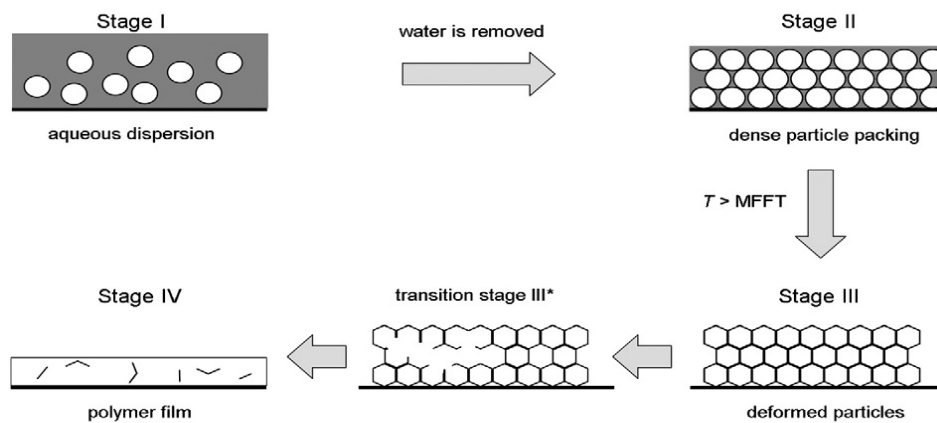


Figure IV-19 : Processus de formation des films de polymère [Gretz 2011]

Les mortiers modifiés par du SA présentent des propriétés mécaniques plus élevées et une porosité plus faible que celles des mortiers contenant de l'EVA. Ces observations sont les mêmes quel que soit le type de cure (Tableau IV-5).

Tableau IV-5 : Performances des mortiers en fonction des différentes cures

	P/C (%)	Cure humide			Cure chaude			Cure sèche		
		R.Comp (MPa)	R. Flex (MPa)	Porosité (%)	R.Comp (MPa)	R. Flex (MPa)	Porosité (%)	R.Comp (MPa)	R. Flex (MPa)	Porosité (%)
M0	0	56,1	8,7	12,6	48,3	9,7	13,0	46,7	7,1	13,0
	5	36,6	6,2	12,3	37,1	9,9	10,9	35,9	8,3	13,3
EVA	10	36,9	7,3	9,9	46,1	12,0	7,6	42,6	10,2	8,3
	20	43,6	8,8	7,1	54,1	13,3	4,1	41,1	12,3	8,1
SA	5	43,2	7,3	10,0	50,8	12,4	7,4	36,2	10,3	10,6
	10	44,1	8,2	8,2	57,7	14,7	4,8	41,2	12,4	7,9
	20	47,1	9,9	5,5	63,3	17,5	3,2	45,5	15,7	4,6

IV.4 Conclusion

Au terme de ce chapitre, nous avons pu comparer les propriétés mécaniques et structurelles des mortiers modifiés par des polymères formulés en laboratoire et l'influence de la cure. Plusieurs conclusions en ressortent :

- Nous avons pu valider la formulation de ces mortiers, notamment le choix des polymères utilisés (SA et EVA) par des analyses thermiques qui ont révélé que ces polymères se dégradent dans la même zone de température que ceux utilisés dans les produits commerciaux étudiés dans le chapitre précédent.

- Toujours en se basant sur les résultats du chapitre précédent, nous avons déterminé la teneur en eau de gâchage nécessaire en choisissant de travailler à consistance constante avec un affaissement correspondant à l'affaissement moyen des produits commerciaux. On constate au terme de ces essais que l'ajout de polymère conduit à une diminution de la quantité d'eau pour obtenir la même consistance. Ceci est dû aux effets fluidifiants des grains de polymères. On remarque aussi que ces modifications de teneur en polymère entraînent des changements au niveau de l'ouvrabilité de ces mortiers ; plus la quantité de polymère augmente, plus l'ouvrabilité diminue. Ainsi, avec 20% de polymère, le mortier hydraté est très compact et peu fluide et s'affaisse sous l'effet de son poids alors qu'avec 5% l'affaissement est dû à sa fluidité du mortier générée principalement par la présence d'eau. Cet effet est beaucoup plus visible sur des mortiers contenant du SA que sur ceux modifiés par de l'EVA.

- L'ajout de polymère influe aussi sur le déroulement de la prise des mortiers. Aux faibles teneurs en polymère ($P/C < 10\%$ environ), la prise est retardée par les interactions chimiques entre les grains de ciment et le polymère ; les molécules de polymère interagissent avec les ions calcium du ciment, ce qui limite son hydratation. Aux fortes teneurs en polymère ($P/C > 10\%$ environ), la faible quantité d'eau accélère la formation de films de polymère. Avec une partie du ciment encapsulée par les polymères et leur forte teneur dans le mortier, le temps de début de prise est alors modifié par la formation des films de polymère qui densifient le milieu. Cette densification est alors à l'origine du durcissement du mortier. Cet effet est plus importants quand on utilise de l'EVA car ce polymère interagit plus avec les ions calcium que le SA.

Les propriétés des mortiers à l'état durci ont été étudiées après qu'ils aient subi trois types de cure : ambiante (à 21°C avec une humidité relative de 60%), en immersion dans l'eau et chaude (à 40°C) :

- En milieu ambiant, la présence des polymères renforce la structure des mortiers. Les pontages créés par les films de polymère entre les granulats sont bien observés au MEB mais il est impossible de différencier les polymères SA et EVA. Cette modification de la structure entraîne une diminution de la porosité et une augmentation des propriétés mécaniques et cela pour les deux types de mortiers étudiés. De plus, ces performances étudiées augmentent avec l'augmentation du taux de polymère. On note également qu'elles sont meilleures avec les mortiers modifiés avec du SA. Cette différence est due à leur structure qui permet au SA de moins réagir avec le ciment que l'EVA et donc moins d'hydrates formés pour les mortiers avec l'EVA. On remarque aussi que les polymères

influent plus sur la résistance à la flexion de ces mortiers que leur résistance à la compression. En effet, les mortiers SA et EVA ont la caractéristique d'être très flexible alors que le mortier seul est totalement rigide. La co-matrice mortier/polymère a alors une meilleure flexibilité que celle du mortier seul.

- En ce qui concerne le type de cure appliquée, les meilleures performances mécaniques et la porosité minimale des mortiers sont obtenues avec une cure chaude alors qu'il faut une cure humide pour le mortier non-modifié. Par contre, les propriétés mécaniques de l'ensemble des mortiers modifiés diminuent en cure humide par rapport celles obtenues après la cure ambiante. La porosité n'est quant à elle pas influencée par la cure humide (en comparaison avec la cure ambiante). Notons enfin que quel que soit le type de cure appliqué, les mortiers contenant du SA ont de meilleures performances intrinsèques que celles des mortiers formulés avec l'EVA.

Références bibliographiques

- Afridi 1995** : M. U. K. Afridi, Y. Ohama, M. Z. Iqbal, K. Demura, *Water Retention and Adhesion of Powdered and Aqueous Polymer-Modified Mortars*, Cement and Concrete Composites 17, p. 113-118, 1995
- Aggarwal 2005** : L. K. Aggarwal, P.C. Thapliyal, S.R. Karade, *Properties of polymer-modified mortars using epoxy and acrylic emulsions*, Construction and building, p. 379-383, 2007
- Barluenga 2004** : G. Barluenga,,F. Hernandez-Olivares, *SBR latex modified mortar rheology and mechanical behavior*, Cement and Concrete Research 34, p. 527-535, 2004
- Beeldens 2005** : A. Beeldens, D. Van Gemert, H. Schorn, Y. Ohama and L. Czarnecki, *From microstructure: an integrated model of structure formation in polymer-modified concrete*, Materials and structures 38, p. 601-607, 2005
- Bellanger 2010** : J. Bellanger, S. Marceau, *Propriétés physico-chimiques, microscopiques et mécaniques de mortiers composites utilisés pour la réparation d'ouvrages d'art, Rapport de stage de master*, 2010
- Betioli 2009** : A.M. Betioli, J. H. Filho, M. A. Cincotto, P. J. P. Gleize, R. G. Pileggi, *chemical interaction between EVA and Portland cement hydration at early-age*, Construction and buildings materials 23, p. 3332-3336, 2009
- Bertioli 2012** : A.M. Betioli, P.J.P. Gleize, V.M. John, R.G.Pileggi, *Effect of EVA on the fresh properties of cement paste*, Cement and Concrete Composites 34, p. 255-260, 2012
- Blažek 2005** : J. Blažek, *Etude des schémas réactionnels de dégradation thermiques des polymères*, Thèse, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2005
- Gretz 2011** : M. Gretz, J. Plank, *An ESEM investigation of latex film formation in cement pore solution*, Cement and Concrete Research 41, p. 184-190, 2011
- Haach 2011** : V. G. Haach, G. Vasconcelos, P. B. Lourenço, *Influence of aggregates grading and water/cement ratio in workability and hardened properties of mortars*, Construction and Building Materials 25, p. 2980–2987, 2011
- Handbook 1989** : D. R. Lide, M. J. Astle, R. C. Weast, W. H. Beyer, *Handbook of Chemistry and Physics n° 70*, C R C Press LLC, 1989
- Hu 1995** : Hu C., *Rhéologie des bétons fluides, thèse*, Ecole nationale des ponts et chaussées, 1995
- Kishore 2010** : K. Kishore, *Polymer-modified mortars and concrete mix design*, <http://www.engineeringcivil.com>, 2010
- Kumar 2003** : R. Kumar, *Porosity, pore size distribution and in situ strength of concrete*, Cement and Concrete Research 33, p. 155–164, 2003
- Maranhão 2009** : F. L. Maranhão, V. M. John, *Bond strength and transversal deformation aging on cement-polymer adhesive mortar*, Construction and building materials 23, p. 1022-1027, 2009

- Medeiros 2009** : M. H. F. Medeiros, P. Helene, S. Selmo, *Influence of EVA and acrylate polymers on some mechanical properties of cementitious repair mortars*, *Construction and Building Materials* 23, p. 2527–2533, 2009
- Nicot 2008** : P. Nicot, *Interactions mortier-support : éléments déterminants des performances et de l'adhérence d'un mortier*, Thèse, Université de Toulouse, 2008
- NF EN 1504-1** : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Définitions, prescriptions, maîtrise de la qualité et évaluation de la conformité, Dec. 2005
- Ohama 1995**: Y. Ohama, *Handbook of polymer-modified concrete and mortars*, Noyes Publications, 1995
- Ohama 1998**: Y. Ohama, *Polymer-based Admixtures*, *Cement and Concrete Composites* 20, p. 198-212, 1998
- Sakai 1995**: E. Sakai & J. Sugita, *Composite mechanism of polymer modified cement*, *Cement and Concrete Research* 25, p. 127-135, 1995
- Van Gemert 2004** : D. Van Gemert, L. Czarneck, M. Maulzsch, *Cement concrete and concrete polymer composites: two merging worlds. A report from 11th ICPIC Congress in Berlin*, *Cement and Concrete Composites* 27, 2005, p. 926-933
- Wagner 1973** : Wagner, H. B., *Polymer-modification of Portland cement systems*, *Chemical Technology* 3, 1973
- Winnik 1997** : M. A Winnik, *Latex film formation*, *Current opinion in colloid & interface science*, p. 192-199, 1997

V ETUDE DES PROPRIETES D'ADHERENCE DES MORTIERS

Comme nous l'avons vu dans les chapitres précédents, les réparations des ouvrages d'art en béton armé se soldent très souvent par des échecs prématurés qui se manifestent principalement par le décollement de la couche de réparation et l'apparition de corrosion au niveau des armatures métalliques [ConR 2004].

Ce chapitre s'intéresse à la première manifestation, illustrée par la Figure V-1.

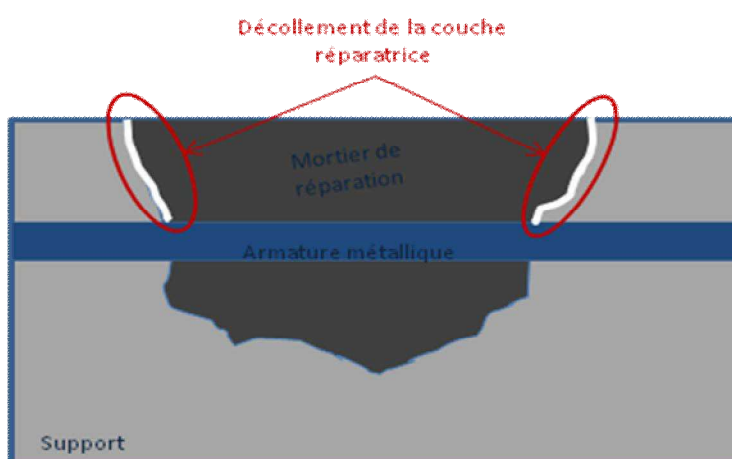


Figure V-1 : Illustration du décollement de la couche de mortier sur une réparation

Etudier cette défaillance – le décollement de la couche réparatrice de mortier – revient à étudier l'adhérence entre le mortier appliqué et la surface du support à réparer. Cette étude nécessite de prendre en compte tous les facteurs pouvant influencer le système mortier/support. Il est aussi nécessaire dès le départ de mettre en place une technique de mesure de l'adhérence. Le test d'adhérence par flexion trois points est celui que nous avons retenu, pour sa facilité de réalisation et la possibilité d'exploiter les résultats obtenus en se basant sur les propriétés mécaniques intrinsèques des mortiers présentées dans les chapitres précédents.

Par ailleurs, une des particularités des matériaux cimentaires est leur susceptibilité à subir des variations dimensionnelles au cours des premiers jours, et quelquefois jusqu'à plusieurs mois après leur fabrication. Cette particularité peut influencer l'adhérence d'un mortier de réparation sur un support plus ancien. Il est donc important d'évaluer au préalable ce phénomène. Ainsi, l'étude des variations dimensionnelles des différents matériaux sera présentée en amont de l'étude principale de ce chapitre.

Ensuite, nous présenterons les conditions expérimentales utilisées pour cette étude. Cette partie portera notamment sur la méthode d'essai utilisée, sur les paramètres ayant été pris en compte au

cours de cette étude, d'une part, pendant la fabrication et le stockage des éprouvettes et, d'autre part, lors des mesures de l'adhérence.

Enfin, la troisième partie du chapitre portera sur l'analyse des résultats concernant l'impact des polymères sur l'adhérence du mortier et l'influence de l'état de la surface du support sur lequel est appliqué le mortier au cours de la réparation.

V.1 Influence de la formulation sur le retrait des mortiers

Un des facteurs pris en compte dans les conditions de compatibilité entre le produit de réparation et le support à réparer est le retrait dimensionnel. Une variation dimensionnelle importante due au retrait ayant lieu au cours de l'hydratation de la couche de mortier de réparation serait la cause du décollement de cette dernière [Saucier 1997 ; Emmons 1994 ; Normand 2005]. La différence entre l'évolution du retrait des deux parties du système de réparation impacterait la durabilité de la réparation, notamment l'adhérence dans le système. Ainsi, les auteurs cités ici recommandent comme conditions de compatibilité que le mortier de réparation utilisé ait un retrait ayant lieu au cours de l'hydratation moins important ou égal à celui du support et surtout que ce retrait soit le plus faible possible [Emmons 1994 ; Normand 2005]. Cette recommandation peut être contestable puisque la réparation a généralement lieu sur un support âgé qui ne subit donc plus de variation dimensionnelle liée à l'hydratation, seul le mortier de réparation est alors concerné par ce phénomène de retrait. Il convient toutefois de connaître et d'analyser le rôle du retrait des mortiers de réparation sur les éventuels défauts d'adhérence qui limiteront la durabilité de la réparation.

Compte-tenu du fait que les propriétés des mortiers sont influencées par l'environnement dans lequel est effectuée la réparation [Pagel 2007], il nous a paru intéressant d'étudier le phénomène de retrait dans des conditions se rapprochant le plus de celles sur chantier. De ce fait, les mesures de retrait libre ont été effectuées sur des éprouvettes n'ayant subi aucune cure dans les conditions environnementales correspondant à une de celles recommandées par la norme NF P 15-433 [NF P 15-433], c'est-à-dire à (20 ± 2) °C et à (50 ± 5) % d'humidité relative. Deux paramètres ont été suivis, la déformation longitudinale et la variation de masse de l'éprouvette. Ces essais ont été réalisés sur l'ensemble des mortiers.

La Figure V-2 présente l'évolution du retrait des mortiers au cours des 250 jours qui ont suivi leur gâchage.

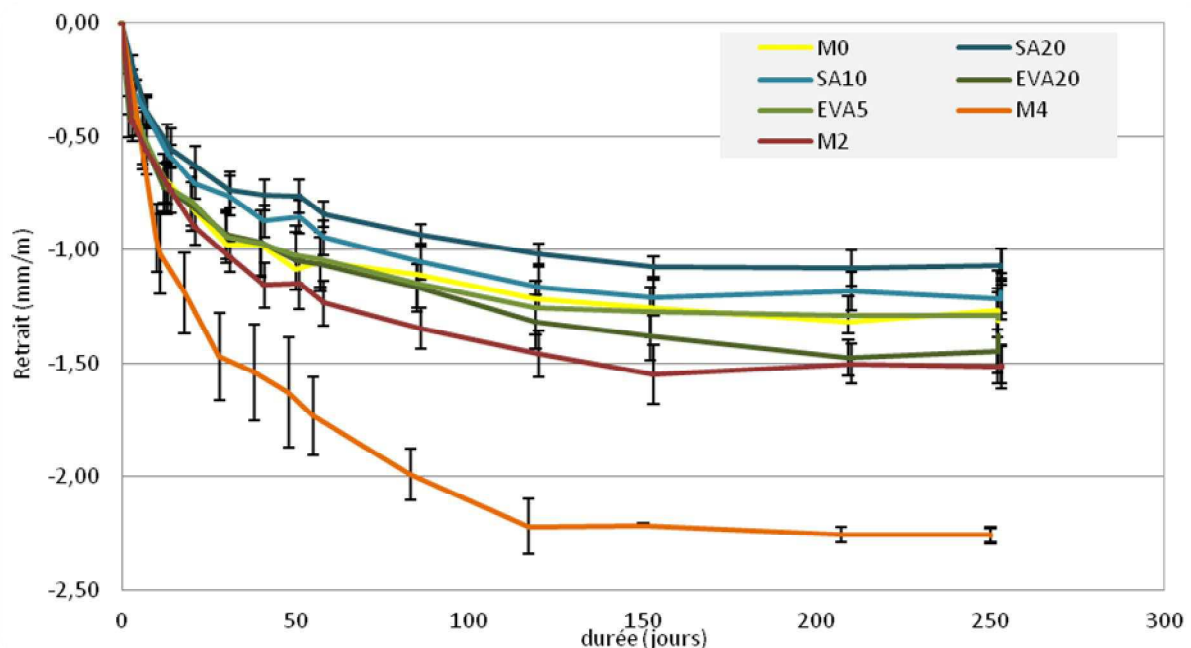


Figure V-2 : Retrait dimensionnel des mortiers en milieu ambiant ($20 \pm 2^\circ\text{C}$ et $50 \pm 5\%$ d'HR)

La première observation que nous pouvons faire est que les produits commerciaux M2 et M4 ont les retraits les plus importants parmi l'ensemble des échantillons. Les mortiers contenant de l'EVA sont ceux qui présentent le plus grand retrait parmi les mortiers formulés en laboratoire. Ensuite vient le mortier classique M0 dont le retrait se stabilise au bout de 120 jours à 1,25 mm/m. Les mortiers contenant du SA ont le moins de retrait avec, pour le mortier SA20, un retrait final de 1,08 mm/m.

On observe aussi un écart important entre le produit commercial M4 et le reste des mortiers. Ce mortier présente un retrait deux fois plus important que pour les autres mortiers dix jours après le gâchage. Il se stabilise autour de 2,20 mm/m après 115 jours environ.

Concernant les mortiers modifiés avec de l'EVA, on peut noter que leur retrait augmente avec l'ajout de polymère ; le mortier contenant 5 % de ce polymère a un retrait pratiquement identique à celui du mortier classique M0 alors que si celui du mortier contenant 20% de polymère a un retrait identique à celui du mortier classique jusqu'à environ 55 jours, ce retrait augmente ensuite de manière plus importante. Par contre, les mortiers contenant du SA ont plutôt tendance à avoir un retrait plus faible que le mortier classique et cela dès les premiers jours qui suivent le gâchage.

Les normes européennes [NF 1504-3] concernant les produits de réparation ne donnent pas d'indication vis-à-vis de la valeur maximale de retrait. Decter [Decter 1997] a réalisé des mesures de retrait suivant des spécifications de différents pays et des spécifications européennes données dans le Tableau V-1.

Tableau V-1 : Spécifications sur les conditions de mesure et les limite de retrait des mortiers [Decter 1997]

Specification or standard	Conditions	Prism dimensions (mm)	Limits
Proposed Eurostandard	20°C, 65 % RH	40 x 40 x 160	Not yet established
Hong Kong Housing Authority (HKHA)	27°C, 55% RH	25 x 25 x 285	300 microstrain -7
Australia AS1012 Pt. 13-1970	23°C, 50% RH	75 x 75 x 285	
USA ASTM C157-1989	23°C, 50% RH	25 x 25 x 285	500 micronstrain - 28 days
Germany DIN 52450 - 1985	Various 20°C, 65 % RH 23°C, 50% RH 20°C, 45% RH 20°C > 95% RH 20°C, 5wet	40 x 40 x 160	
UK BS 1881 Pt. 5 - 1970	this standard does not relate to drying shrinkage therefore test conditions are not included	75 x 75 x 150	
Netherlands CUR 21	7 days 20°C > 95% HR	40 x 40 x 160	12 x 10 ⁻⁴
	21 days 20°C, 65% RH		

Aucun de ces essais n'est réalisé sur le même type d'éprouvette que les nôtres au niveau dimensionnel mais certaines sont stockées dans des conditions semblables (20°C et 65% de HR), mis à part les Eurostandard et les normes allemandes mais dont les résultats ne sont pas présents. Il a travaillé sur des mortiers commerciaux non modifiés nommés dans sa publication sand:cement, mortar A et mortar B et sur des mortiers modifiés nommés HBPM 25 et HBPM 40 (Figure V-3 (a)). Le retrait des mortiers que nous avons étudiés (Figure V-3 (b)) est après 28 jours du même ordre de grandeur que celui des mortiers non modifiés et près de deux fois plus élevés que celui des mortiers modifiés que Decter a étudiés. Cette comparaison ne préjuge en rien des qualités des différents mortiers vis-à-vis de leur adhérence et de leur durabilité notamment mais montre la diversité de leur comportement compte tenu de l'absence de préconisations concernant le retrait.

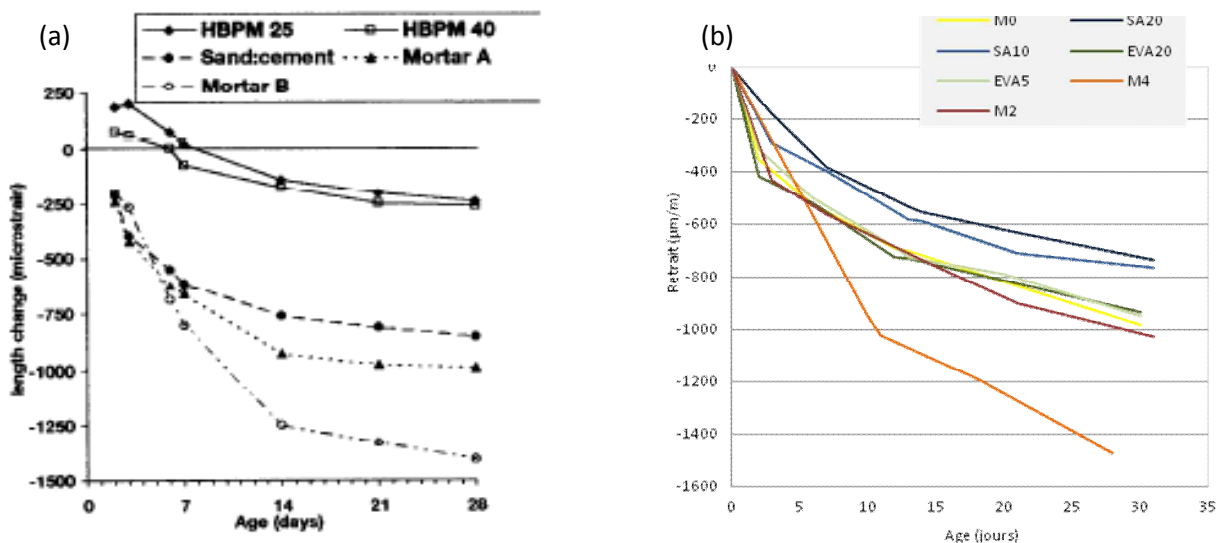


Figure V-3 : Retrait des mortiers à 28 jours. (a) Résultats obtenus par Decter [Decter 1997]. (b) Résultats de cette étude

La variation de masse au cours de ces mesures est reportée sur la Figure V-4. On peut observer que le mortier perdant le moins de masse est le produit commercial M4 (4,5% environ après 150 jours), mortier qui présente le plus fort retrait. Celui qui en perd le plus est le mortier classique M0 (plus de 8% après 150 jours). Nous remarquons aussi qu'avec les mêmes teneurs en polymères (EVA ou SA), les mortiers formulés en laboratoire présentent pratiquement la même perte en masse tout au long du suivi. De plus, cette perte en masse diminue avec l'ajout des polymères dans les mortiers. Cette réduction de la perte en masse peut s'expliquer par la teneur en eau initiale qui est plus faible pour les mortiers contenant les plus forts taux de polymère (cf. Tableau IV.1). La perte en masse de ces mortiers peut être due à l'évaporation de l'eau résiduelle. Les deux polymères SA et EVA semblent donc avoir des propriétés de rétention d'eau similaires.

Les pertes de masse mesurées sur les deux produits commerciaux analysés donnent des résultats contraires à ceux des mortiers formulés en laboratoire. En effet, le produit M2, qui a plus de polymère et moins d'eau que le produit M4 (M2 : P/C = 5,9 et E/C = 0,378; M4 : P/C = 3,4 et E/C = 0,469), a une perte de masse plus importante que ce dernier.

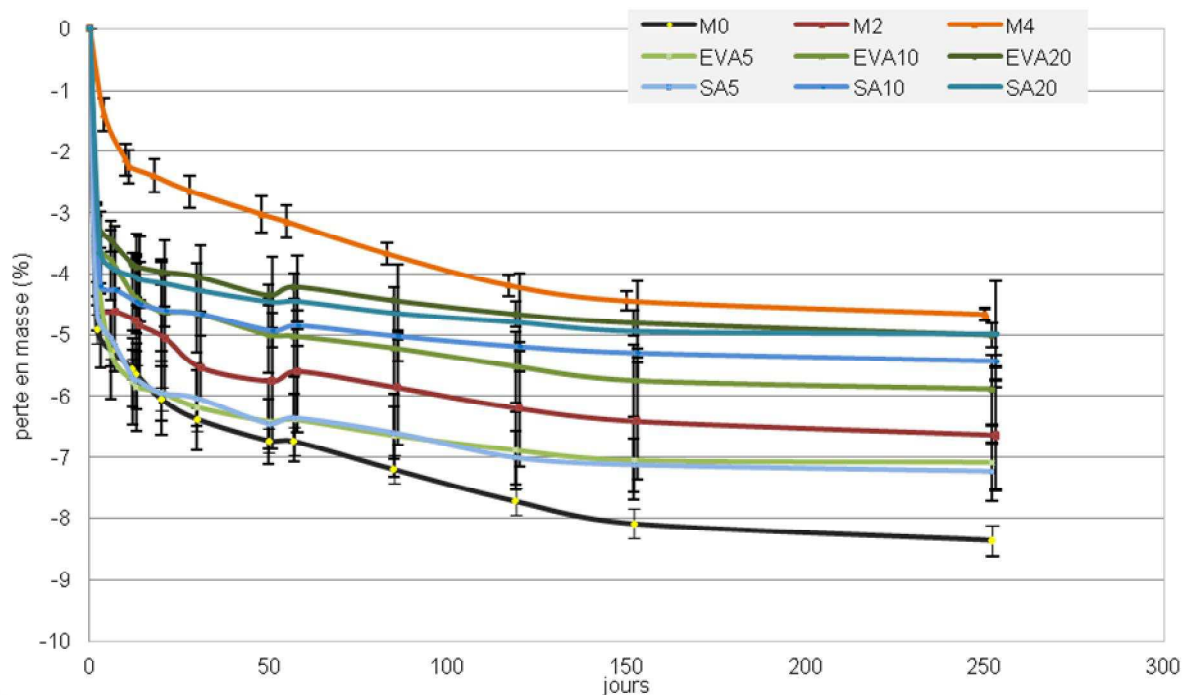


Figure V-4 : Perte de masse des mortiers en milieu ambiant

L'évolution des propriétés des mortiers au cours de l'hydratation dans des conditions environnementales proches d'une application in situ montrent donc que le retrait dimensionnel n'est pas lié à la perte de la masse. Ces deux facteurs sont plutôt liés à la teneur et au type de polymère utilisé dans la formulation des mortiers. Les différences entre le retrait du mortier classique M0 et ceux des mortiers modifiés (à l'exception du produit M4) apparaissent relativement limitées. Les résultats d'adhérence que nous présentons dans la suite de ce chapitre permettront notamment d'analyser l'éventuelle influence du retrait sur la qualité de la réparation.

V.2 Conditions expérimentales du test d'adhérence

Plusieurs tests d'adhérence sont utilisés dans le domaine du génie civil. Parmi eux, l'essai d'arrachement par traction directe (Figure V-5 (a)) est celui que préconise la norme des produits de réparation [NF EN 1504-3]. Cet essai fait l'objet d'une norme NF EN 1542 [NF EN 1542]. La méthode préconisée est celle qui permet le mieux de solliciter l'interface du système support/mortier. De plus, la sollicitation est homogène puisque l'ensemble des points du système est soumis à la même contrainte de traction (Figure V-5 (a)). De ce fait, la détection du point le plus fragile du système (point de rupture) est précise. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle nécessite une longue préparation (préparation du support, coulage du mortier, carottage des éprouvettes, mesure de l'adhérence) et un important dispositif en termes d'espace et de matériel. De plus, la fabrication des éprouvettes (dimension du support : 30x30x10 cm³) nécessite beaucoup de matière. Un autre point

non négligeable et plus technique est le risque d'endommagement dû à la vibration de l'appareillage de l'éprouvette au cours du carottage préalable autour de la zone qui subit l'essai d'adhérence.

Une autre méthode de mesure d'adhérence très régulièrement utilisée est le fendage (Figure V-5 (b)). Cette technique est décrite dans la norme NF EN 12390 [NF EN 12390]. Au cours de ce type d'essai, la quasi-totalité de l'éprouvette est soumise à la même contrainte en traction, ce qui explique que les valeurs d'adhérence obtenues par le test de fendage se rapprochent beaucoup de celles obtenues avec les tests d'arrachement. Ce test est concluant mais, tout comme pour les essais d'arrachement, il nécessite beaucoup de matière ; le test est destiné à l'analyse du béton donc les éprouvettes utilisées sont de taille 16X32 cm.

Au-delà des raisons invoquées jusqu'à présent en utilisant l'une ou l'autre de ces techniques, un problème majeur est l'homogénéité de l'ensemble de l'éprouvette lorsqu'elle est soumise à un environnement particulier, toujours compte tenu de leur taille.

Une troisième technique qui est fréquemment utilisée est la mesure par cisaillement (Figure V-5 (c)). Elle s'inspire de la norme de la méthode de détermination de la résistance au cisaillement des bétons [NF EN 12615]. Les essais peuvent être réalisés sur de grandes éprouvettes (10x10x40 cm³) ou sur les éprouvettes plus petites (4x4x16cm³). La difficulté réside dans la confection des supports pour obtenir l'angle d'inclinaison voulu.

Pour palier tous ces inconvénients, nous avons choisi d'utiliser un test de flexion trois points pour qualifier et quantifier l'adhérence (Figure V-5 (d)). Deux raisons majeures ont guidé ce choix, la première est la facilité d'utilisation de cette technique avec un appareillage maîtrisé, la deuxième est la possibilité d'exploiter les résultats en les mettant en parallèle avec les propriétés intrinsèques du support (le mortier classique M0).

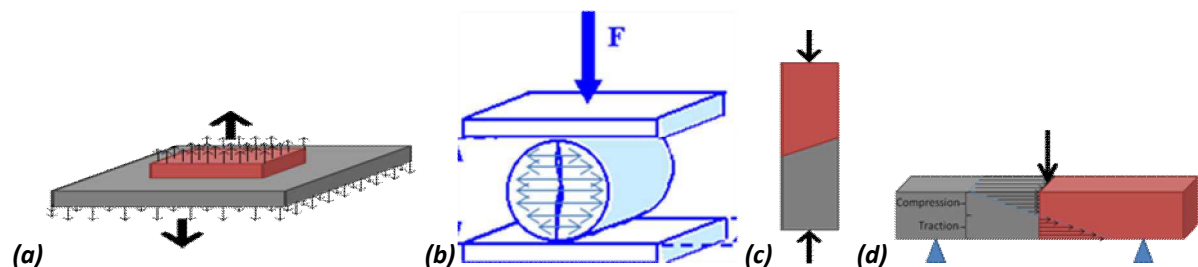


Figure V-5 : Tests d'adhérence. (a) Arrachement par traction directe. (b) Fendage. (c) Cisaillement. (d) Flexion trois points

V.2.1 Description de la méthode d'essai

V.2.1.1 Test d'adhérence par flexion trois points

Le déroulement de la mesure est identique à celui de la mesure de la résistance à la flexion d'une éprouvette 4x4x16 cm³. L'éprouvette est centrée sur les deux appuis inférieurs en s'assurant que l'appui supérieur sollicite l'interface support/mortier de réparation (Figure V-6).

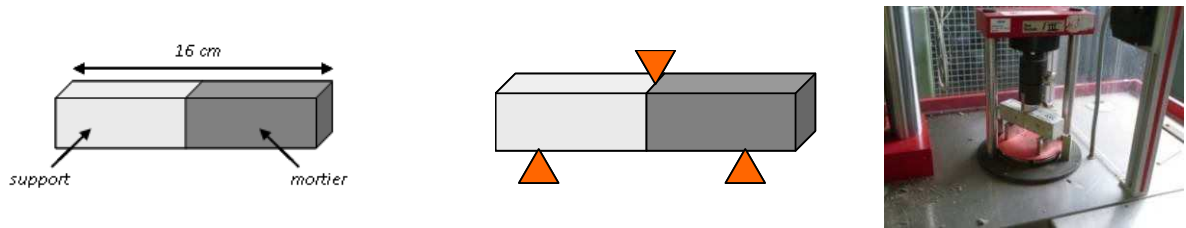


Figure V-6 : Tests d'adhérence par flexion 3 points

V.2.1.2 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes utilisées pour les essais d'adhérence sont dites bicomposées. Leurs dimensions restent les mêmes que celles utilisées pour les essais mécaniques ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$) mais elles se composent de deux parties différentes pour simuler un système de réparation :

- Une partie support qui représente la partie du système à réparer. C'est une demi-éprouvette $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ obtenue soit par sciage ou par fracture par flexion de l'éprouvette initiale réalisée avec le mortier M0, suivant l'état de surface recherché. Elle doit avoir été fabriquée au moins 28 jours avant son utilisation et ne pas avoir subi de traitement pendant cette période. Elle est ainsi conservée en environnement de laboratoire (à 21°C et 60% d'HR) avant son utilisation.
- L'autre moitié représente la partie produit de réparation réalisée avec le mortier à étudier. Elle est coulée directement dans le moule $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ après que la partie support y ait été positionnée.

Les étapes du coulage du mortier restent les mêmes que celles utilisées pour la fabrication d'éprouvettes « classiques ». La Figure V-7 résume les étapes de fabrication des éprouvettes bicomposées.

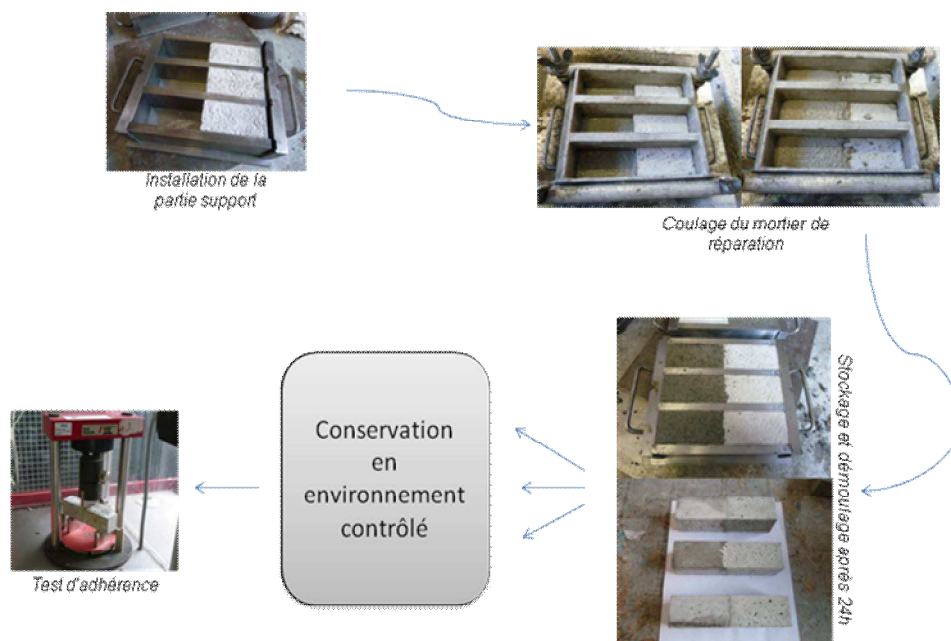


Figure V-7 : Etapes de fabrication des éprouvettes bicomposées

V.2.1.3 Validation de la mesure d'adhérence par flexion trois points

Nous avons tout d'abord étudié la répétabilité de la méthode de mesure employée. Pour cela, des essais préliminaires ont été réalisés sur des collages de mortiers classique M0/M0 en milieu ambiant (trois éprouvettes) et sur des collages avec des mortiers contenant 10% de SA sur supports de mortier classique M0 conditionnés 28 jours en milieu ambiant + 28 jours à 40°C (6 éprouvettes). L'incertitude sur les résultats obtenus a été calculée avec la loi statistique normale de Fisher et Student. Les résultats des mesures d'adhérence sont donnés dans le Tableau V-2.

Tableau V-2 : Résultats des mesures d'adhérence préliminaires sur M0/SA10 et M0/M0

N° éprouvette	Force d'adhérence (N)	Résistance à l'adhérence (MPa)	Moyenne résistance (MPa)	Ecart-type (MPa)	Mode de rupture*
M0/SA10 ; Cure de 28 jours en conditions ambiantes + 28 jours à 40°C					
1	2,077	4,868	5,3	0,3	S
2	2,355	5,520			
3	2,324	5,447			
4	2,363	5,538			S/A
5	2,213	5,187			
6	2,419	5,670			
M0/M0 ; cure de 28 jours en conditions ambiantes					
1	1,196	2,803	2,8	0,1	A
2	1,154	2,705			
3	1,261	2,955			A/S

*Mode de rupture : A = Adhésive à l'interface support/mortier ; S = cohésive dans le support

Nous avons calculé l'incertitude i sur les valeurs obtenues pour un intervalle de confiance 95% en se fixant sur la moyenne de la résistance obtenue pour chaque formulation. La formule correspondante dans nos conditions est la suivante :

$$i = \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}} \quad (V.1)$$

Avec i l'incertitude, t le coefficient de Fisher et Student obtenu dans la table de la loi de Student (Annexe 1) et dépendant du nombre de mesure n et de l'intervalle de confiance (95% ici) et s l'écart-type sur l'ensemble des valeurs. Les valeurs calculées sont reportées dans le Tableau V-3.

Tableau V-3 : Résultats des incertitudes sur les valeurs d'adhérence obtenues pour les essais préliminaires

	nombre mesures n	intervalle de confiance	coef de Fisher et Student t	écart-type s (MPa)	incertitude (MPa) i
M0/SA10	6	95%	1,943	0,294	0,23
M0/M0	3		2,353	0,126	0,17

Les calculs montrent que l'incertitude est faible pour les deux séries de mesures ; elle représente entre 4 et 6% de l'adhérence moyenne obtenue. Nous considérons donc que cette méthode est répétable.

V.2.2 Paramètres étudiés

Plusieurs facteurs entrent en jeu au cours du collage de deux matériaux [Courard 1998]. Nos travaux se sont focalisés sur trois facteurs qui sont décrits ci-après.

V.2.2.1 Nature et quantité de polymère utilisé dans les mortiers modifiés

L'objectif de l'étude de l'influence de la nature et de la quantité de polymère est de connaître comment influe la présence de ce composant sur l'adhérence des mortiers. Les essais ont été réalisés sur l'ensemble des mortiers formulés en laboratoire et sur deux des produits commerciaux qui s'étaient démarqués lors des caractérisations, le mortier M2 avec lequel nous avons obtenu les performances intrinsèques les plus élevées et le mortier M4 dont les propriétés intrinsèques étaient les plus faibles.

Les éprouvettes bicomposées utilisées ont été stockées en cure ambiante (21°C et 60% d'HR) après leur démoulage. Les mesures d'adhérence ont été réalisées après 28 et 84 jours. Les nomenclatures des différentes éprouvettes bicomposées sont données dans le Tableau V-4.

Tableau V-4 : Nomenclature des éprouvettes bicomposantes

Mortiers	P/C (%)	Nomenclature	Support	Bi-composants
Non modifié		M0	M0	M0/M0
Commercial M2		M2		M0/M2
Commercial M4		M4		M0/M4
SA	5	SA5		M0/SA5
	10	SA10		M0/SA10
	20	SA20		M0/SA20
EVA	5	EVA5		M0/EVA5
	10	EVA10		M0/EVA10
	20	EVA20		M0/EVA20

V.2.2.2 Etat de surface du support

L'une des premières étapes de la réparation d'un ouvrage est le nettoyage du support cimentaire sur lequel sera appliqué le produit de réparation. Les guides techniques du LCPC [LCPC 1996, 2002] et les fabricants des produits qui ont été utilisés au cours de cette thèse préconisent de le faire avec une brosse métallique pour s'assurer notamment d'éliminer tous résidus de rouille sur les armatures ainsi que tout autre débris. La rugosité de cette surface peut alors être modifiée et nous avons trouvé intéressant d'étudier l'impact de cette rugosité sur l'adhérence.

Par ailleurs, dans pratiquement toutes les fiches-produits des mortiers commerciaux, il est recommandé de mouiller la surface support avant d'appliquer le produit de réparation. Nous avons donc également étudié les effets de l'humidification de la surface des supports sur l'adhérence.

A partir de ce constat, trois états de surface pour les supports cimentaires ont été définis :

- Surface sèche et plane (**SP**) obtenue par simple sciage d'éprouvettes 4x4x16 cm³. cette surface est considérée comme non-traitée (Figure V-8).



Figure V-8 : Demi-échantillons avec surface sèche et plane

- Surface sèche et rugueuse (**SR**). Les demi-échantillons avec surface rugueuse ont été obtenus en fracturant des échantillons $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ par flexion trois points (Figure V-9).



Figure V-9 : Demi-échantillons avec surface sèche et rugueuse

- Surface plane et saturée en eau (**SS**). Les demi-échantillons avec surface saturée en eau ont été obtenus après le sciage d'échantillons $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ et l'immersion des demi-échantillons pendant les 24h précédant la fabrication des échantillons bicomposés. Lorsqu'elles sont retirées de l'eau pour utilisation, seules les faces latérales sont passées sur un tissu afin d'éliminer l'eau en excès. La surface d'étude (celle issue du sciage) n'est pas nettoyée (Figure V-10).



Figure V-10 : Demi-échantillons avec surface plane et saturée en eau

V.2.2.3 Environnement du système support/réparation

Ayant observé que le type de cure a un impact direct sur les propriétés intrinsèques des mortiers, il est intéressant de savoir si des conditions environnementales bien spécifiques peuvent être bénéfiques ou néfastes pour l'adhérence du mortier de réparation.

Les conditions environnementales utilisées pour cette étude ont été les mêmes que celles définies précédemment pour étudier l'influence de la cure :

- En immersion dans l'eau : stockage dans un bac d'eau dans les conditions ambiantes de laboratoire ($T = 21 \pm 2^\circ\text{C}$) (Figure V-11 (a)).
- Environnement ambiant contrôlé : les échantillons bicomposés sont stockés dans un environnement à $21 \pm 2^\circ\text{C}$ avec une humidité relative maintenue à $60 \pm 10\%$ (Figure V-11 (b)).
- Environnement chaud : les échantillons bicomposés sont stockés dans une étuve consignée à $40 \pm 2^\circ\text{C}$ (Figure V-11 (c)).

Les deux premiers environnements sont ceux que préconisent la norme des produits de réparation, la NF EN 1504-3 [NF EN 1504-3]. En plein été, les ouvrages d'art peuvent très facilement et rapidement être soumis à des températures bien supérieures. Pour cette raison, il nous a paru intéressant d'ajouter une troisième condition, l'environnement chaud.

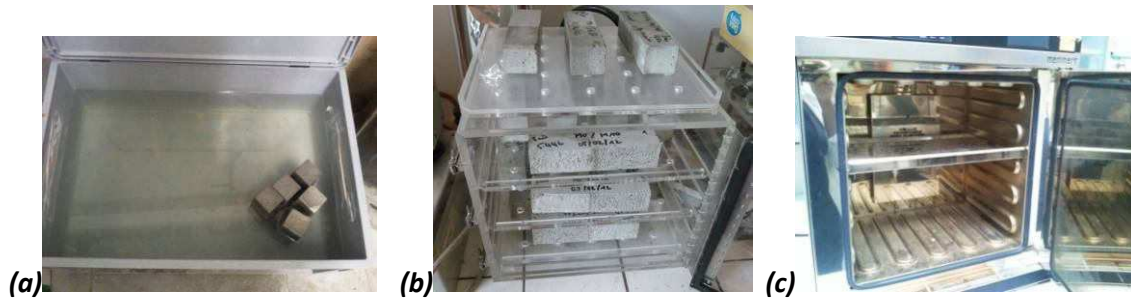


Figure V-11 : Environnements de stockage. (a) En immersion dans l'eau. (b) En environnement ambiant contrôlé. (c) En environnement chaud en étuve

V.2.3 Paramètres caractérisant une bonne adhérence

V.2.3.1 Contrainte d'adhérence

L'essai de flexion trois points permet de mesurer la contrainte à la rupture des éprouvettes. Plus cette contrainte est élevée, plus l'interaction entre le mortier et le support est forte. Nous considérons que la valeur minimale significative de cette contrainte correspond à la résistance à la flexion du mortier support M0 seul obtenue après qu'il ait été stocké dans les mêmes conditions que celles de l'éprouvette bicomposée.

Le Tableau V-5 donne les valeurs en flexion trois points du mortier non modifié obtenues avec les différents programmes environnementaux qui ont été étudiés (programmes présentés dans le paragraphe V.2.4 après).

Tableau V-5 : Valeurs des résistances à la flexion du mortier classique sous différents environnements.

	Phases	Résistances à la flexion (MPa)
Programme 1	<i>ambient contrôlé</i>	7,1
	<i>ambient contrôlé + ambient contrôlé</i>	6,2
Programme 2	<i>ambient contrôlé + immersion dans l'eau</i>	8,4
	<i>ambient contrôlé + chaud</i>	7,8
Programme 3	<i>ambient contrôlé + ambient contrôlé + ambient contrôlé</i>	5,7
	<i>ambient contrôlé + immersion dans l'eau + ambient contrôlé</i>	7,5
	<i>ambient contrôlé + chaud + ambient contrôlé</i>	5,7

V.2.3.2 Modes de rupture

Suivant la zone de rupture dans l'éprouvette bicomposée, trois types de rupture sont possibles :

- Les ruptures adhésives (A) : ce type de rupture a lieu à l'interface entre le mortier et le support. Il dénote une absence d'adhérence entre le mortier de réparation et le mortier support (Figure V-12 (a)).
- Les ruptures cohésives : les ruptures sont de ce type quand elles n'ont pas lieu à l'interface entre les deux parties. Elles peuvent avoir lieu soit dans le mortier support (S) (Figure V-12 (c)) soit dans le mortier de réparation (M) (Figure V-12 (b)).

L'obtention d'une rupture cohésive par rapport à une rupture adhésive caractérise une bonne adhésion entre les deux parties du système bicomposé et montre que le point faible du système ne se situe pas à l'interface.



Figure V-12 : Différents modes de rupture. (a) Adhésive. (b) Cohésive dans le support. (c) Cohésive dans le support.

V.2.4 Plan expérimental

Les paragraphes précédents ont présenté les paramètres pris en compte dans le cadre des essais de flexion trois points : l'état de la surface du mortier support MO (sec, saturé en eau ou rugueux sec) et l'environnement (ambiant contrôlé, en immersion dans l'eau ou chaud).

A partir de ces différents paramètres, trois programmes de fabrication et d'essais ont été planifiés. Chaque programme est constitué d'une à trois phases de 28 jours chacune. Chaque phase représente l'environnement dans lequel ont été stockées les éprouvettes bicomposées analysées.

Le programme 1 ne compte qu'une seule phase (28 jours). Les éprouvettes bicomposées sont stockées uniquement en milieu ambiant contrôlé. Pour chaque analyse de mortier, trois moules (de trois éprouvettes chacun) contenant chacun des supports les trois états de surface différents ont été réalisés.

Le programme 2 se déroule en deux phases. La première phase est identique au programme 1. Dans la seconde phase, on soumet les éprouvettes bicomposées à un nouvel environnement (uniquement les éprouvettes préparées avec un support ayant une surface saturée en eau ou rugueuse) ; soit le milieu ambiant contrôlé, soit une immersion dans l'eau, soit le milieu chaud. De même que dans le programme 1, les mortiers bicomposés ont été fabriqués avec les trois états de surface possibles du support.

Le programme 3 qui est le programme le plus long est constitué de trois phases de 28 jours. Il est dans la continuité du programme 2 avec une troisième phase en milieu ambiant contrôlé.

Les détails concernant les phases de chaque programme sont rassemblés dans la Figure V-13.

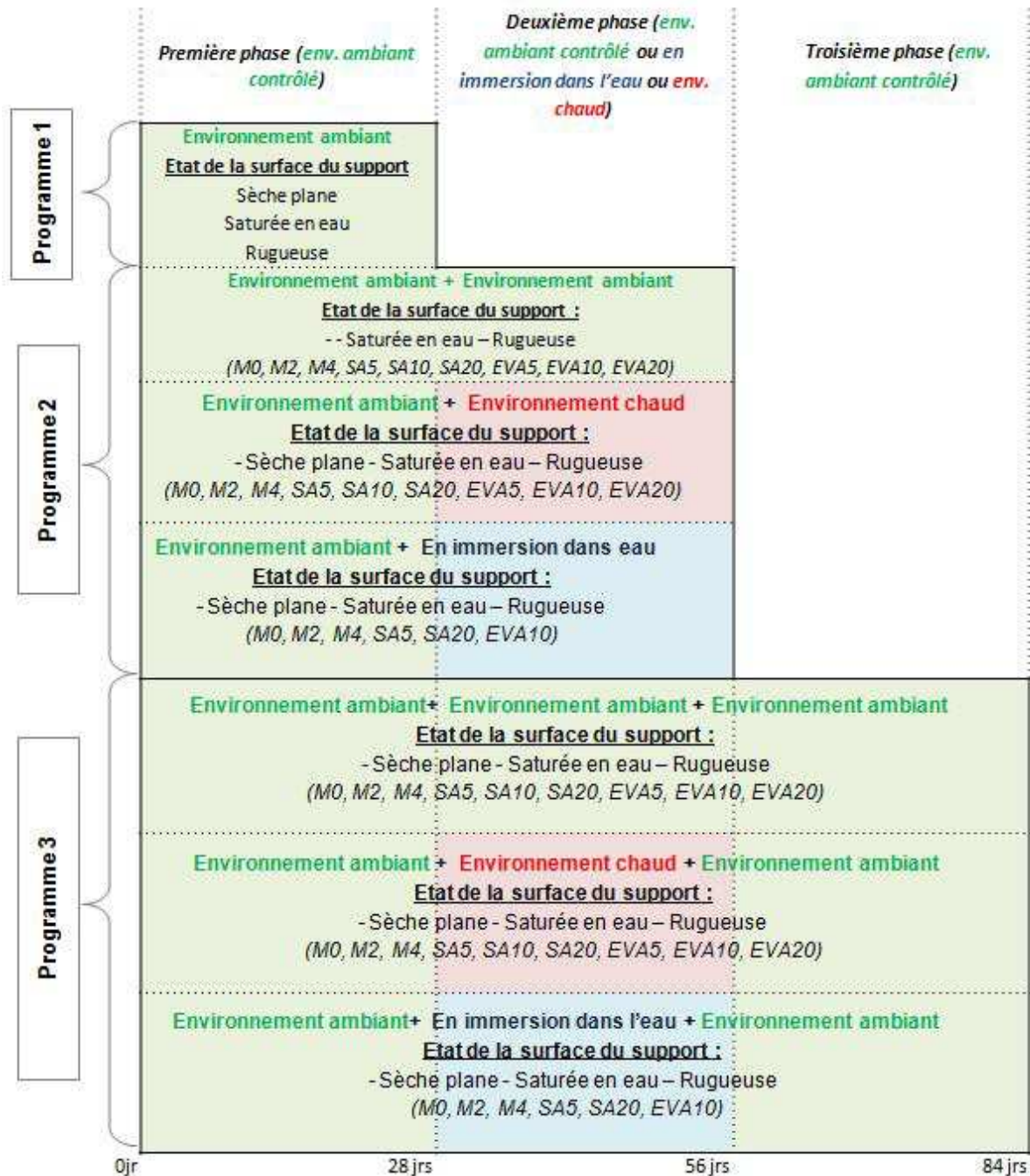


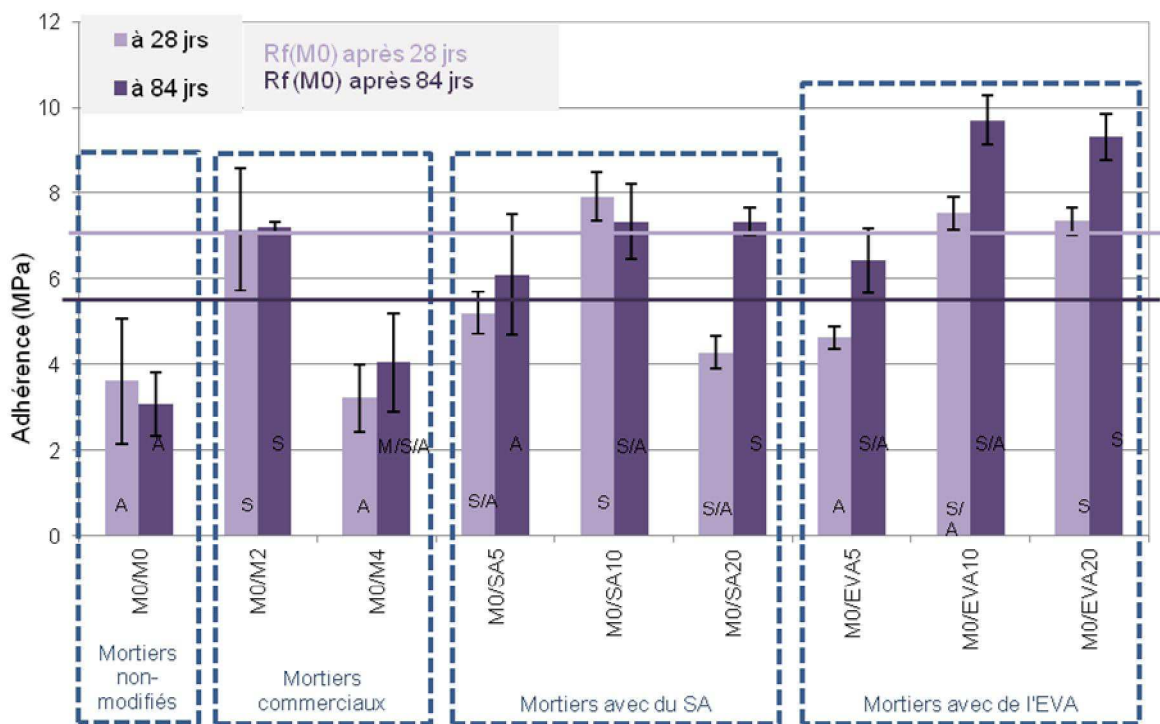
Figure V-13 : Programmes expérimentaux pour l'étude de l'adhérence d'un mortier de réparation sur un mortier support

A l'exception des études nécessitant un passage en immersion dans l'eau, toutes les autres études ont été faites sur l'ensemble des formulations réalisées en laboratoire et sur les deux produits commerciaux ayant été sélectionnés (ceux qui présentent les propriétés intrinsèques les plus élevées (M2) et les plus faibles (M4)). Pour les tests en immersion dans l'eau, le nombre de formulations a été réduit. Ainsi, étant donné que les mortiers contenant du SA présentent des performances intrinsèques plus élevées que ceux contenant de l'EVA, l'étude a été faite sur quatre formulations de laboratoire, les mortiers avec du SA à 5 et 20%, le mortier contenant 10% d'EVA et le mortier non modifié, et sur les deux produits commerciaux.

V.3 Influence des polymères et de l'état de surface sur l'adhérence

V.3.1 Influence des polymères sur l'adhérence

L'analyse de l'influence des polymères a été réalisée sur des éprouvettes bicomposées ayant été fabriquées sur des supports M0 avec une surface non traitée. Les éprouvettes utilisées pour cette étude ont fait l'objet du programme 1 (28 jours sous environnement ambiant contrôlé) et du programme 3 (3 x 28 jours sous environnement ambiant contrôlé). Les valeurs de l'adhérence et le mode de rupture pour chaque composition sont reportés sur la Figure V-14. Sur cette même figure est indiquée la valeur de la résistance à la flexion du mortier non-modifié (support) après une cure dans les mêmes conditions que celles des éprouvettes bicomposées.



Rf(M0) : Résistance à la flexion du mortier classique M0

Figure V-14 : Adhérence des mortiers après 28 et 84 jours en milieu ambiant contrôlé. Mode de rupture pour chaque formulation à chaque échéance

Les plus faibles valeurs d'adhérence (3 à 4 MPa) sont obtenues avec les mortiers non-modifiés. Ces valeurs restent constantes, en tenant compte de l'écart-type de chaque mesure, entre 28 et 84

jours et le mode de rupture reste le même, à l'interface du mortier et du support. Il n'y pratiquement pas d'adhérence entre le mortier classique M0 et le support.

En ce qui concerne les mortiers commerciaux, les résultats d'adhérence obtenus avec le produit M2 sont près de deux fois plus élevés que ceux obtenus avec le produit M4. Le mode de rupture est également différent pour les deux mortiers. Elle a lieu exclusivement dans le substrat pour les éprouvettes M0/M2. Dans le cas des éprouvettes M0/M4, elle a lieu à l'interface à 28 jours et aussi bien dans le mortier de réparation que dans le support M0 à 84 jours. Par ailleurs, nous pouvons observer que la valeur d'adhérence du produit M2 sur le support M0 n'évolue pas entre la première échéance et la deuxième et qu'elle est légèrement au dessus de la valeur de la résistance à la flexion du mortier classique obtenue après 28 jours. Compte tenu du mode de rupture et des valeurs d'adhérence obtenues nous pouvons en déduire que le produit M2 présente de bonnes propriétés d'adhérence, avec l'avantage d'atteindre rapidement sa valeur optimale. L'adhérence des éprouvettes réalisées avec le produit M4 croît légèrement entre 28 et 84 jours. Mais la valeur obtenue à 84 jours reste toujours faible en comparaison avec la résistance à la flexion du mortier classique. Bien que le mode rupture évolue favorablement entre les deux échéances (de purement adhésive à cohésive), le produit M4 ne conduit pas à une bonne adhérence à 84 jours.

Intéressons nous à présent aux mortiers contenant du polymère SA. Si on ne regarde que les résultats après 28 jours, on constate une adhérence maximale obtenue avec 10% de polymère qui avoisine 8 MPa. Dans ce cas, la rupture est purement adhésive alors qu'elle a lieu à la fois à l'interface et dans le support à 5% et à 20% de polymère. Par contre, les adhérences des éprouvettes M0/SA5 et M0/SA20, toujours après 28 jours sont beaucoup plus faibles que la valeur de la résistance à la flexion du mortier classique. Ainsi, à cette échéance, seul le mortier contenant 10% de SA présente une bonne adhérence. Après 84 jours, l'adhérence du mortier SA5 augmente légèrement et celle du mortier SA20 croît suffisamment pour atteindre celle du SA10 qui ne varie pas beaucoup. La rupture a lieu dans substrat à partir de 10% de polymère mais reste purement adhésive avec 5% de SA. On note donc qu'après 84 jours de réparation, les propriétés adhésives des mortiers contenant 5% de SA s'améliorent mais restent relativement faibles puisqu'on ne retrouve pas la valeur minimale correspondant à la résistance à la flexion du mortier classique. Par contre, les propriétés adhésives sont à leur maximum à partir de 10% de SA et peuvent être considérées comme satisfaisantes, puisqu'on retrouve la valeur de la résistance à la flexion du mortier classique et que la rupture a lieu dans le substrat. On observe donc pour les mortiers contenant du SA une amélioration des propriétés d'adhérence au fil du temps.

Pour les mortiers contenant de l'EVA, l'évolution de l'adhérence sur le mortier M0 en fonction de la teneur en polymère après 28 jours est identique à celle obtenue après 84 jours de réparation ; l'adhérence augmente d'environ 30% entre la première échéance et la dernière pour les trois mortiers. Notons aussi qu'elle atteint son maximum à partir de 10% d'EVA et reste constante au-delà de ce pourcentage. Nous remarquons aussi que le mode rupture des éprouvettes évolue avec la teneur en polymère des mortiers et non avec la durée de la réparation. Ainsi pour 5% d'EVA, la rupture tend à être totalement adhésive, à 10%, elle a lieu à la fois au niveau de l'interface et dans une partie du support et enfin à 20%, la rupture est purement cohésive dans le substrat. Cette évolution dénote bien une amélioration de l'adhérence avec la teneur en polymère. La valeur de la résistance à la flexion du mortier classique est atteinte après 28 jours par les mortiers EVA10 et EVA20 et le mortier EVA5 atteint pratiquement cette valeur après 84 jours. En conclusion, les

mortiers contenant de l'EVA présentent très tôt de très bonnes propriétés d'adhérence et cela à partir de 10% de polymère.

De manière générale on remarque que l'adhérence dans le système est influencée par trois paramètres :

- La présence de polymère : indépendamment du type de polymère ajouté, l'adhérence des mortiers modifiés est meilleure par rapport à celle obtenue avec le mortier non-modifié. La formation des films de polymère renforce l'interface mortier/support. L'ensemble des études réalisées sur ce sujet arrive à cette même conclusion [Afridi 1995 ; Anagnostopoulos 2007 ; Medeiros 2009 ; Do 2003]. Certains expliquent cette augmentation de l'adhérence par la création de liaisons hydrogènes entre les hydrogènes des groupements hydroxydes du polymère et les ions et molécules à la surface du support [Mansur 2009], mais la majorité s'accorde à dire que cet effet est l'une des conséquences de la réaction de complexation entre les groupements acides du polymère et les ions calcium présents à la surface de du matériau cimentaire support, réaction qui est également responsable de la hausse des résistances mécaniques (Cf. chapitre IV). Malgré des explications quelquefois différentes, tous les auteurs s'accordent à dire qu'il se crée une d'une couche de polymère à l'interface mortier de réparation / support (Figure V-15).

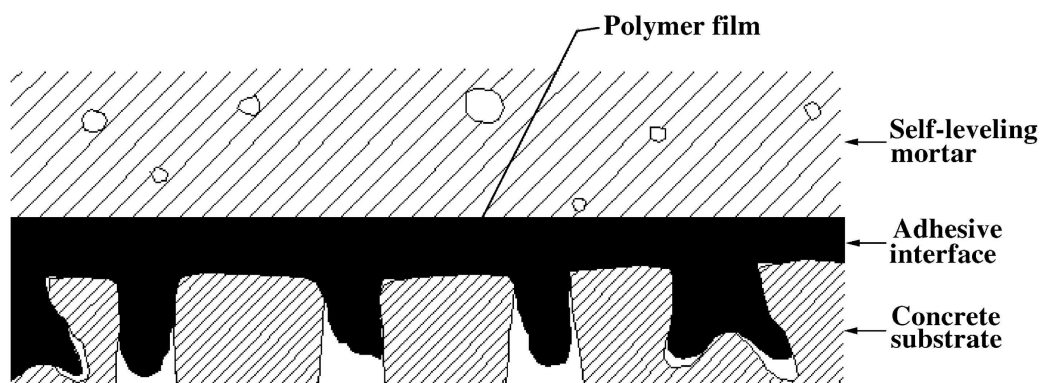


Figure V-15 : Illustration de l'interface mortier / support [Do 2003]

De même que les résultats obtenus dans nos travaux, les ruptures sont majoritairement observées dans le support pour les études que nous venons de citer.

- Le temps de durcissement des mortiers : à l'exception du mortier classique et du produit M2, on observe une augmentation de l'adhérence des mortiers avec le temps, fait observé aussi dans la bibliographie [Anagnostopoulos 2007]. Les réactions tardives d'hydratation du ciment se poursuivent et renforcent la structure et surtout l'interface.
- L'ouvrabilité : dans les mêmes conditions de mesure, de meilleures propriétés d'adhérence sont obtenues avec les mortiers modifiés avec de l'EVA. Ceci peut s'expliquer par la différence de comportement rhéologique que nous avons décrit dans le chapitre IV. En effet, les mortiers avec de l'EVA ont une ouvrabilité plus importante que celle des mortiers contenant du SA. Il peut alors s'avérer que le contact entre chacun de ces mortiers et la surface à réparer du support soit différent. C'est ce que Courard définit comme la mouillabilité du matériau [Courard 1998, 2000]. Pour lui, le matériau doit avoir une bonne mouillabilité, c'est-à-dire être capable de s'étaler totalement sur la surface du support, pour assurer une adhérence maximale avec ce support.

Ainsi, les modifications observées sur l'ouvrabilité des mortiers avec l'ajout du polymère peuvent apporter une explication. Nous avons vu dans le chapitre IV qu'à consistance constante et à teneur en polymère identique, les mortiers avec de l'EVA ont une meilleure fluidité que les mortiers avec du SA. La différence plus flagrante pour les mortiers avec 20% de polymère ; le mortier à l'EVA s'étale sous l'effet de l'eau alors que le mortier avec le SA s'affaissent sous son poids. C'est le même phénomène qui se reproduit ici. Le mortier avec de l'EVA s'étale totalement sur la surface du support comme le montre la Figure V-16 (a) alors que le mortier avec du SA ne s'étale que partiellement laissant alors des vides dans l'interface mortier/support comme le montre la Figure V-16 (b), d'où la chute d'adhérence entre SA10 et le SA20.

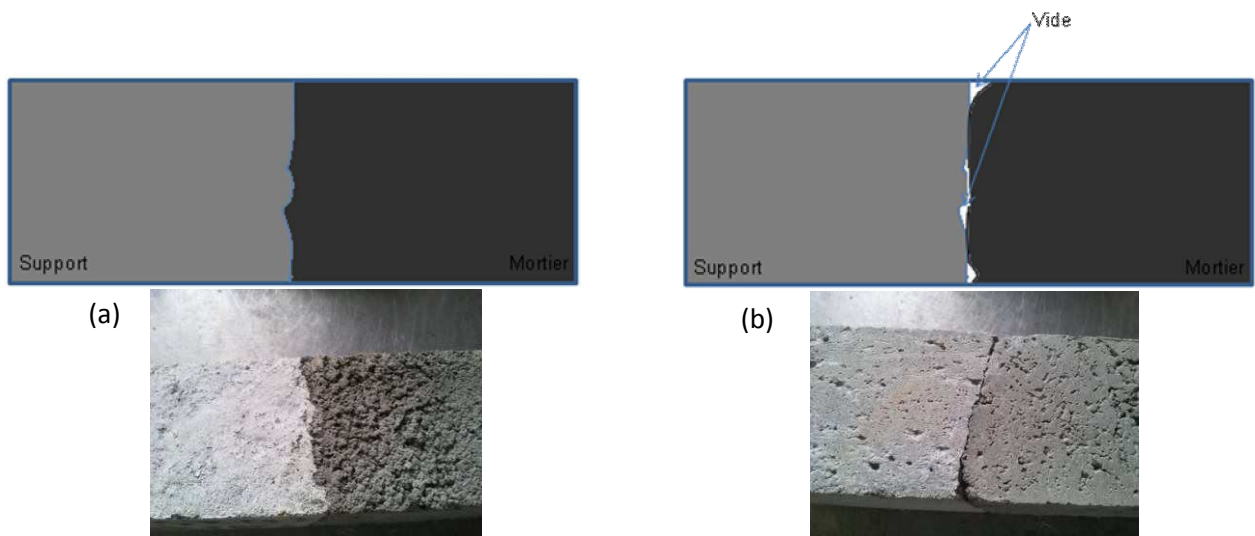


Figure V-16 : Contact entre le mortier de réparation et le support. (a) Contact total entre les deux surfaces. (b) Contact limité des deux surfaces

Par ailleurs, aucune tendance ne se dégage entre le retrait en milieu ambiant des mortiers modifiés et l'adhérence. La Figure IV-17 montre l'adhérence en fonction du retrait après 28 jours et à 84 jours.

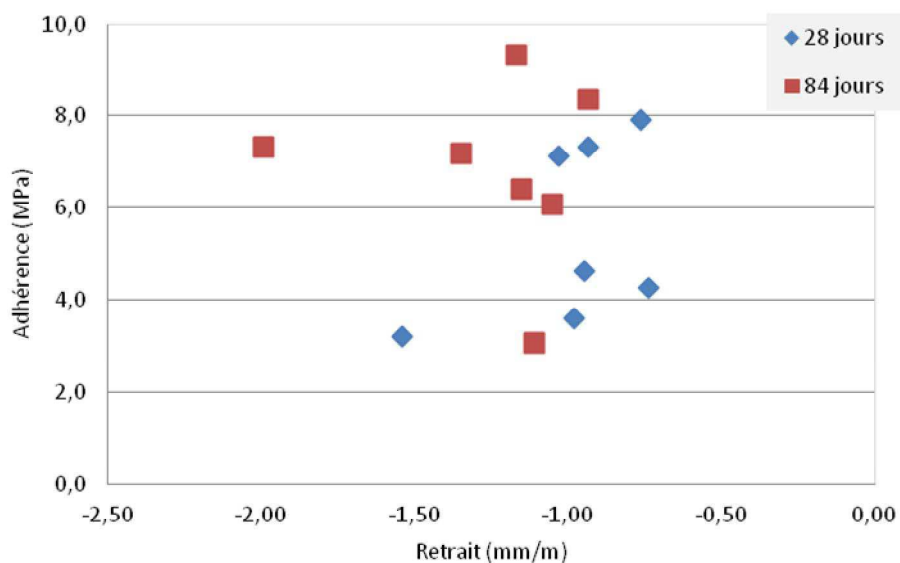


Figure V-17 : Adh rence en fonction du retrait des mortiers apr s 28 et 84 jours de fabrication

V.3.2 Influence de la rugosité sur l'adhérence

V.3.2.1 Caractéristiques de la surface des supports

Pour déterminer la rugosité des demi-échantillons avant utilisation, nous nous sommes inspirés de la technique de mesure de la profondeur de macrotexture d'une surface de revêtement [NF EN 13036-1]. Nous avons mesuré la quantité du matériau nécessaire pour recouvrir totalement la surface des échantillons (4x4 cm²). Cette méthode est détaillée dans l'annexe 2.

On estime ici que les grains utilisés atteignent jusqu'à 0,2 cm de profondeur en moyenne sur la surface étudiée. Cette valeur peut éventuellement se rapprocher de la valeur moyenne de la profondeur des creux de la surface des supports, mais compte-tenu de notre technique de mesure, cela ne peut être qu'une estimation de la rugosité.

Au cours des tests de flexion trois points permettant l'obtention des demi-échantillons rugueux, il arrive que le plan de rupture ne soit pas parallèle à l'axe de la sollicitation mécanique. On obtient alors des demi-échantillons une surface de travail inclinée (Figure V-18). Nous voulons alors voir si ces demi-échantillons avec la surface inclinée pourront aussi être utilisés si les résultats d'adhérence obtenus avec celles-ci ne sont pas aberrants.



Figure V-18 : Demi-échantillons à surface de travail rugueuse et inclinée

Pour cela, des tests d'adhérence ont été faits en utilisant ces demi-échantillons et des échantillons « horizontaux » (Figure V-19) sur lesquelles a été coulé le mortier modifié SA20.



Figure V-19 : (a) Moule avec demi-échantillons à surface inclinée (b) Moules avec demi-échantillons à surface horizontale

Après 28 jours de conditionnement ambiant contrôlé, les résultats montrent que ce facteur n'influe pas sur l'adhérence, comme le montre le graphe de la Figure V-20.

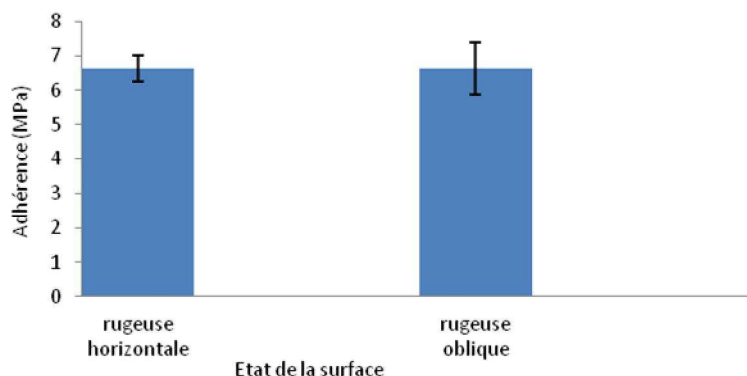


Figure V-20 : Adh rence sur surface horizontale et sur surface oblique

Ces r sultats permettent de rejeter beaucoup moins de demi- prouvettes. Ces derni res peuvent ainsi  tre utilis es si elles ne pr sentent pas une inclinaison trop aigue.

V.3.2.2 Influence de la rugosit  de la surface du support

L'influence de la rugosit  sur les propri t s d'adh rence des mortiers  tudi s a  t  suivie pendant trois mois apr s les fabrications. Les  prouvettes bicompos es ont  t  stock es en conditions ambiantes contr l es et les mesures ont  t  effectu es tous les 28 jours. La Figure V-21 pr sente l' volution de la force d'adh rence de chacun des mortiers et le Tableau V-6 les modifications du mode de rupture observ es.

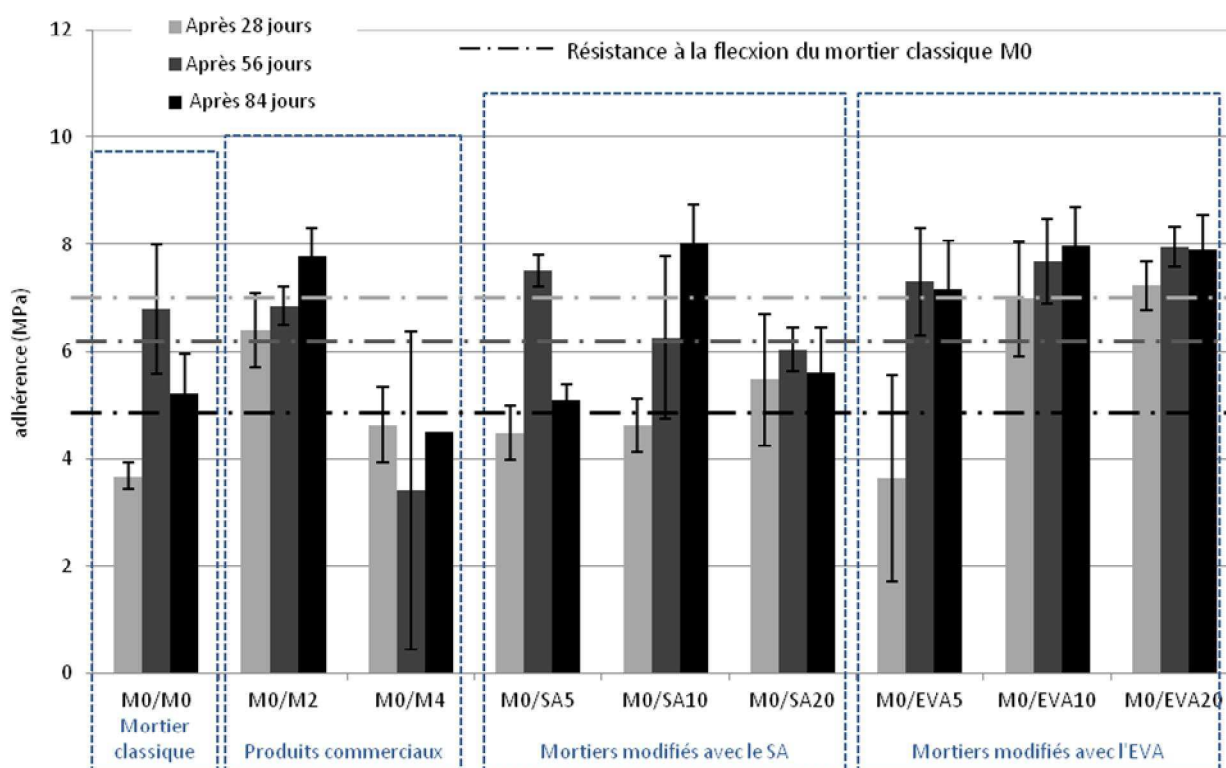


Figure V-21 : Evolution de l'adh rence des mortiers coul s sur une surface rugueuse entre 28 et 84 jours apr s la fabrication

Sur la Figure V-21, nous remarquons d'abord que les mesures sont plus dispersées sur surfaces rugueuses que sur surface plane. Les écart-types sont beaucoup plus importants lorsque la surface du mortier support est rugueuse. C'est notamment le cas au cours de la mesure d'adhérence du mortier M4 après 56 jours ou encore de celle de mortier SA après 28 jours.

De plus, les constats suivants peuvent être établis :

- Concernant le mortier classique, il atteint son adhérence maximale après deux mois (6,9 MPa) mais elle baisse légèrement au cours du troisième mois jusqu'à environ 5,2 MPa. En observant le mode de rupture de ce système, on constate qu'il reste pratiquement exclusivement adhésif. Ceci témoigne bien du fait que le point le plus fragile de l'assemblage reste dans ces conditions l'interface du système. L'augmentation de la rugosité du support augmente l'adhérence du mortier classique M0 par rapport à l'adhérence sur surface plane. Cependant, l'interface reste toujours la partie la plus fragile de l'éprouvette bicomposée.
- Concernant les produits commerciaux, le produit M4 présente une adhérence faible quelle que soit l'échéance de mesure. Cette adhérence semble ne pas évoluer avec le temps, tout comme le mode de rupture qui a lieu pour partie dans le mortier (M4) et pour partie à l'interface support /mortier. L'adhérence de ce produit est légèrement supérieure sur surface rugueuse que sur surface plane. Par contre, avec le produit M2, on note une augmentation de l'adhérence au fil du temps, qui dépasse largement la résistance à la flexion du support seul au bout de 84 jours. Cette progression est aussi visible au niveau du mode de rupture puisqu'on passe d'une rupture à la fois cohésive dans le support et adhésive à des ruptures strictement cohésives à 56 jours et 84 jours. Notons aussi que l'adhérence de M2 est plus élevée que la résistance du support à partir de 56 jours et celle du produit M4 inférieure à toutes les échéances.
- Les mortiers de laboratoire modifiés par du SA ont des comportements assez aléatoires. L'adhérence du mortier SA5 est maximale à 56 jours, celle du mortier SA10 augmente en fonction du temps et elle reste constante pour le mortier SA20. L'adhérence maximale est obtenue pour SA10 à 84 jours. Le type de rupture passe de purement adhésive à 28 jours, à des ruptures mixtes dans le support et à l'interface pour les échéances suivantes. Dans le cas de SA5, la rupture est à nouveau adhésive à 84 jours.
- Pour les mortiers contenant de l'EVA, l'adhérence augmente entre la première et la deuxième échéance et se stabilise au bout de 56 jours quelle que soit la teneur en polymère. Les adhérences obtenues avec les mortiers contenant 10 et 20% de polymère sont pratiquement identiques. De plus, on passe d'une rupture adhésive à 28 jours à des ruptures dans le substrat de plus en plus fréquentes à 56 et 84 jours.

Tableau V-6 : Evolution du mode rupture des mortiers coulés sur une surface rugueuse entre 28 et 84 jours après la fabrication

	Après 28 jours	Après 56 jours	Après 84 jours
M0/M0	A/S	A	A
M0/M2	A/S	S	A/S
M0/M4	A/m	A	A/M
M0/SA5	A/s	2S/A ; S	A
M0/SA10	A	A/S	A/S
M0/SA20	A	A/S	A/S
M0/EVA5	A	A ; S ; A/S	A/M ; S
M0/EVA10	A	A ; A/S	S
M0/EVA20	A	S ; A/S	A ; S

En conclusion de l'analyse de l'ensemble des résultats, sur les surfaces rugueuses et en environnement ambiant, les formulations des mortiers qui conduisent à une bonne adhérence sur un mortier M0 avec une surface rugueuse sont le produit M2, le mortier SA10 et l'ensemble des mortiers contenant de l'EVA.

V.3.2.3 Comparaison de l'adhérence sur surface plane et sur surface rugueuse

Pour mieux faire ressortir l'impact de la texture de la surface, nous avons comparé les résultats obtenus respectivement avec les mortiers support ayant une surface rugueuse (SR) et avec les mortiers présentant une surface plane (SP).

Mortiers contenant du SA

En ce qui concerne les mortiers contenant le polymère SA (Figure V-22), l'impact de la rugosité dépend de la teneur en polymère des mortiers. Sur surface plane, l'adhérence atteint son maximum avec 10% de polymère après 28 jours alors qu'elle croit avec le taux de polymère après 84 jours. Par contre, sur surface rugueuse, cette adhérence est croissante en fonction de la teneur en polymère dans le mortier à 28 jours mais elle est marquée par un maximum à 10% de polymère après 84 jours. Jusqu'à 10%, les adhérences sur surface plane à 28 jours et sur surface rugueuse après 84 jours sont identiques. Ainsi, sur cette plage de teneur en polymère, il est préférable de travailler sur surface rugueuse puisqu'elle procure les meilleurs résultats sur le long terme. Par contre à 20% de polymère, l'adhérence sur surface rugueuse chute après 84 jours pendant que celle sur surface plane augmente. Donc à cette teneur, la meilleure adhérence sera obtenue sur surface plane.

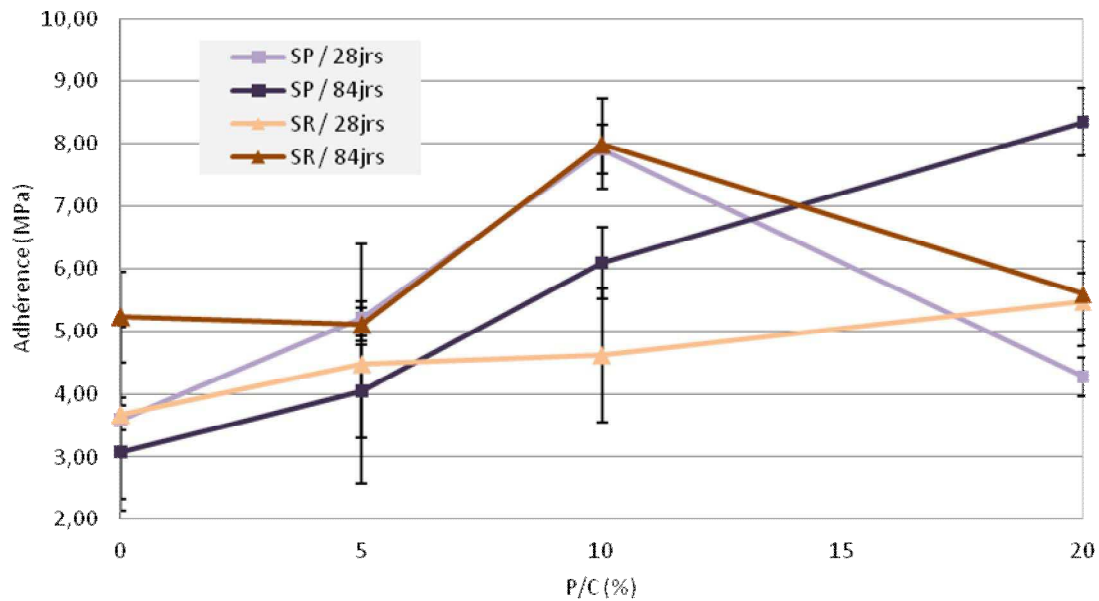


Figure V-22 : Comparaison entre l'adhérence sur surface plane (SP) et sur surface rugueuse (SR) des éprouvettes bicomposées à base de SA après 28 jours et après 84 jours

La variation aléatoire de ces résultats est vraisemblablement due à l'ouvrabilité des mortiers SA qui varie beaucoup rapidement que celle des mortiers contenant de l'EVA.

Mortiers contenant de l'EVA

En ce qui concerne les mortiers modifiés par de l'EVA, l'adhérence augmente et se stabilise avec la teneur en polymère jusqu'à 10% et n'évolue pratiquement plus à partir de cette teneur (Figure V-23). Après 28 jours, la différence entre les mesures d'adhérence sur surface plane et celle sur surface rugueuse est très faible au point de s'annuler à P/C = 20%. La rugosité de la surface n'influe donc pas sur l'adhérence à cette échéance. Par contre, les adhérences des mortiers sur surface plane après 84 jours se démarquent clairement des autres adhérences et présentent les valeurs les plus élevées. Près d'un 1 MPa sépare l'adhérence sur surface rugueuse et sur surface plane à la même échéance. Pour ce type de polymère, il semble donc préférable de travailler sur surface plane.

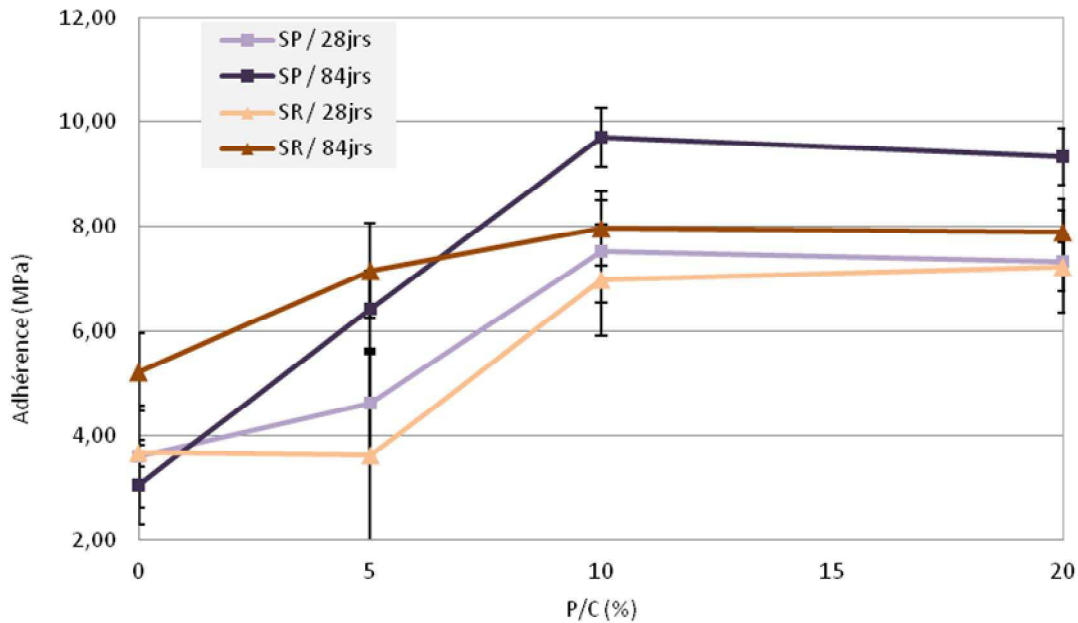


Figure V-23: Comparaison entre l'adhérence sur surface plane (SP) et sur surface rugueuse (SR) des éprouvettes bicomposées à base d'EVA après 28 jours et après 84 jours

V.3.2.4 Bilan des comparaisons surface plane/surface rugueuse

Les essais n'ont pas donné les résultats auxquels on pouvait s'attendre. En effet, dans beaucoup d'études, l'augmentation de la rugosité d'une surface conduit à une augmentation de la surface de contact [Julio 2004 ; Momayez 2003], ce qui devrait favoriser l'adhérence. Cet effet contraire à la logique pourrait s'expliquer comme nous l'avons vu précédemment par les propriétés rhéologiques des différents mortiers, notamment leur capacité à s'étaler sur la surface du mortier support. Comme l'illustrent les schémas de la Figure V-24, les mortiers qui ne sont pas assez fluides n'arrivent pas à pénétrer totalement dans les anfractuosités de la surface rugueuse (a) alors que les mortiers suffisamment fluides arrivent à remplir totalement ces irrégularités (b).

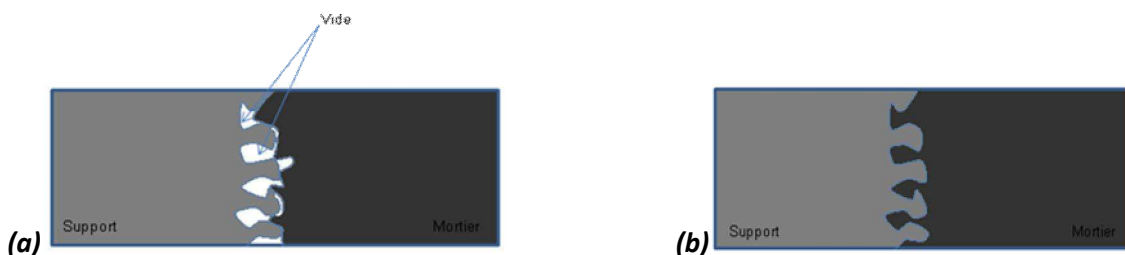


Figure V-24 : Etalement du mortier sur surface rugueuse. (a) Etalement limité. (b) Bon étalement

Ces hypothèses justifieraient la diminution de l'adhérence et les ruptures partiellement adhésives (rupture ayant lieu à la fois dans l'interface et soit dans le mortier et soit dans le support) sur surface rugueuse, ce qui a été constaté. Comme cela a été montré au cours de l'étude sur l'influence des polymères, l'étalement dépend à la fois du type de polymère utilisé et de sa teneur dans le mortier ainsi que de la quantité d'eau utilisée pour avoir une consistance équivalente pour tous les mortiers. Les mortiers ayant un bon étalement ont une bonne adhérence alors que ceux avec un mauvais étalement limite l'adhérence. Le mortier modifié par de l'EVA contenant plus d'eau, il peut s'étaler plus facilement sur le support à réparer.

V.3.3 Influence de la saturation en eau de la surface du support

V.3.3.1 Influence d'une surface saturée en eau sur l'adhérence

Tout comme dans le cas de l'étude de la rugosité traitée précédemment, l'influence de la saturation en eau du support avant application du mortier de réparation a été étudiée. Les essais ont duré trois mois avec une évaluation de l'adhérence tous les mois. La Figure V-25 récapitule les mesures effectuées et le Tableau V-7 les modes de rupture à chaque échéance. Comme dans le cas des tests réalisés sur surface rugueuse, on peut observer une dispersion très grande des résultats mesurés sur surface saturée en eau.

Aucun des mortiers n'atteint la valeur de la résistance à la flexion mécanique du support, sauf l'EVA20 à partir de 56 jours. Compte-tenu des grandes incertitudes observées sur les résultats de la plupart des mortiers, il est difficile de s'avancer sur l'impact d'une saturation en eau de la surface du support. Néanmoins, il semblerait que les l'adhérence n'évolue pas pour l'ensemble des mortiers analysés dans cet essai.

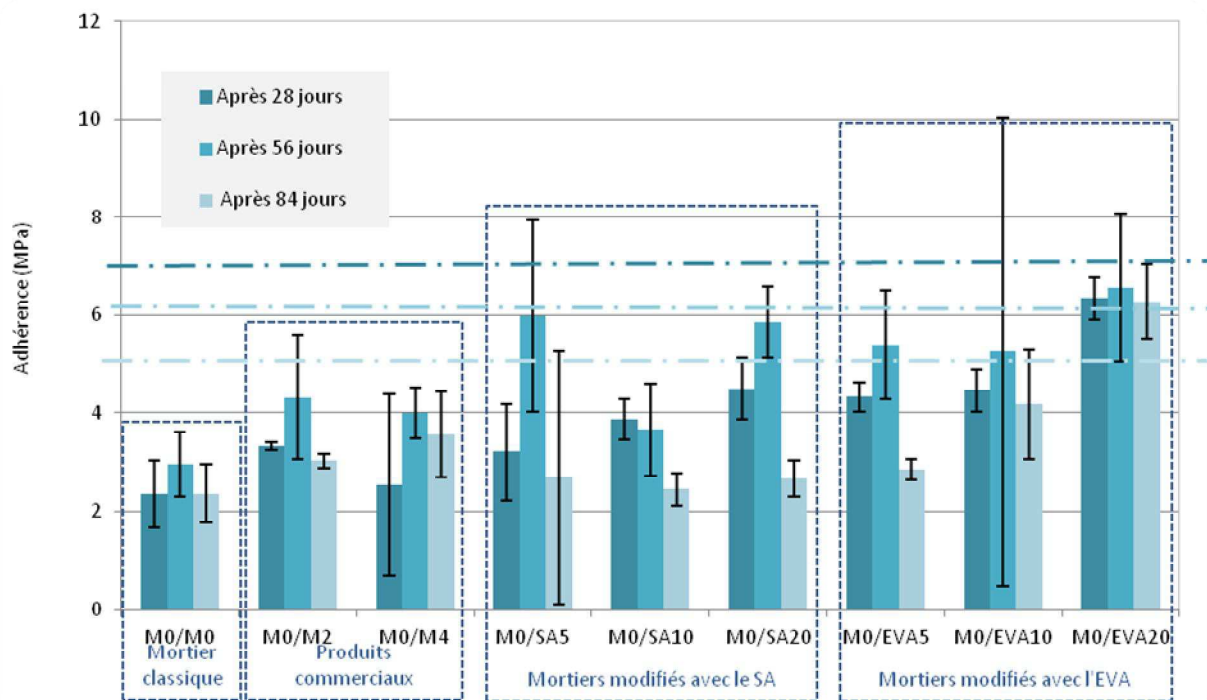


Figure V-25 : Evolution de l'adhérence des mortiers coulés sur une surface saturée en eau entre 28 et 84 jours après la fabrication

Ces faibles valeurs d'adhérence sont en accord avec les modes de rupture observés sur l'ensemble des mortiers. A l'exception des mortiers EVA20 et M4, la rupture a lieu strictement à l'interface mortier/support. Elle se situe plutôt dans le support pour l'EVA20 et dans le mortier pour les éprouvettes contenant le mortier M4.

Tableau V-7: Evolution du mode rupture des mortiers coulés sur une surface rugueuse entre 28 et 84 jours après la fabrication

	Après 28 jours	Après 56 jours	Après 84 jours
M0/M0	A	A	A
M0/M2	A	S	A
M0/M4	A/M	M	A/M
M0/SA5	A	A	A
M0/SA10	A	A	A
M0/SA20	A	A	A
M0/EVA5	A	A	A
M0/EVA10	A	A	A
M0/EVA20	A	S/A	S/A

Toutes ces observations et les valeurs d'adhérence mesurées montrent bien que la saturation en eau de la surface de réparation n'agit pas favorablement sur les propriétés d'adhérence des mortiers étudiés.

V.3.3.2 Comparaison de l'adhérence sur surface sèche et sur surface saturée

Nous avons comparé les résultats d'adhérence sur surface plane (SP) et ceux obtenus sur surface saturée en eau (SS).

Mortiers contenant du SA

Sur la Figure V-26, nous observons que la saturation en eau des supports à réparer entraîne une forte diminution de l'adhérence des mortiers, quelle que soit la teneur en polymère. On observe également que l'adhérence sur surface saturée en eau ne dépend pratiquement pas de la quantité de polymère ajoutée.

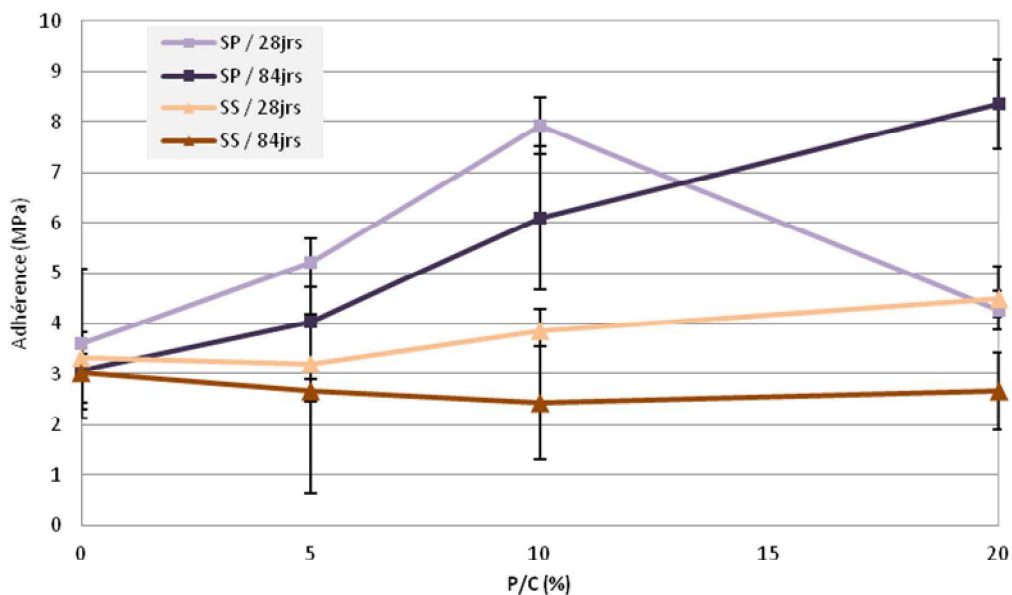


Figure V-26 : Comparaison entre l'adhérence sur surface plane (SP) et sur surface saturée en eau (SS) des éprouvettes bicomposées à base de SA après 28 jours et après 84 jours

Mortiers contenant de l'EVA

La saturation en eau de la surface du support limite aussi l'adhérence des mortiers contenant de l'EVA, en comparaison avec les résultats obtenus en surface plane et sèche (Figure V-27). De plus, et comme pour les mortiers contenant du SA, on note une progression différente de l'adhérence sur surface sèche et sur surface saturée en eau. Sur surface sèche, l'adhérence augmente avec l'ajout de polymère jusqu'à 10% où elle atteint son maximum et reste constante à partir de cette teneur. Par contre, sur surface saturée en eau, l'adhérence du mortier est beaucoup plus faible mais continue d'augmenter au-delà de 10% de polymère. Cependant, les valeurs obtenues restent plus faibles sur ce type de surface.

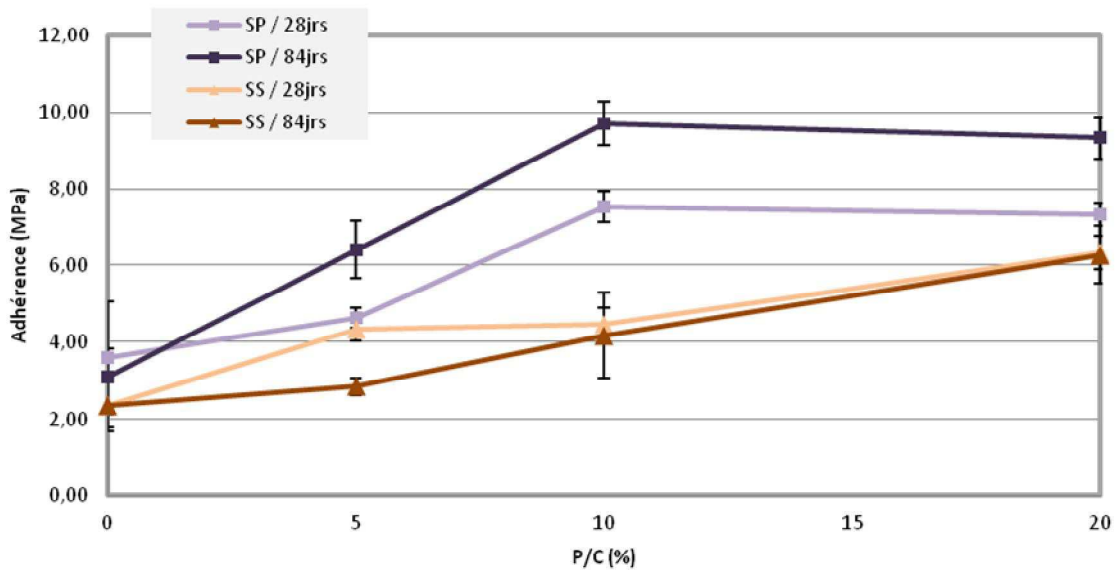


Figure V-27 : Comparaison entre l'adhérence sur surface plane (SP) et sur surface saturée en eau (SS) des éprouvettes bicomposées à base d'EVA après 28 jours et après 84 jours

V.3.3.3 Bilan sur l'influence de la présence d'eau à l'interface

Les résultats montrent que l'eau présente à la surface du support a deux influences qui agissent de façon opposée sur l'adhérence (Figure V-28) et ne contribuent donc pas à l'amélioration de l'adhérence comme l'avait observé Julio [Júlio 2004] :

- D'une part, la partie du mortier appliqué qui est en contact avec la surface saturée est plus fluide grâce à une augmentation localisée du rapport E/C. Son étalement devient ainsi plus facile, ce qui devrait favoriser le contact avec la surface du support et permettre d'obtenir une meilleure adhérence.
- D'autre part, l'eau en excès reste à l'interface mortier/support, ce qui limite le contact entre les deux matériaux et peut entraîner un taux de porosité localement plus élevé. De plus cet excès d'eau limite aussi la formation des films de polymère dans le mortier puisqu'il faut une évaporation de l'eau pour que la filmification puisse avoir lieu [Winnik 2004].

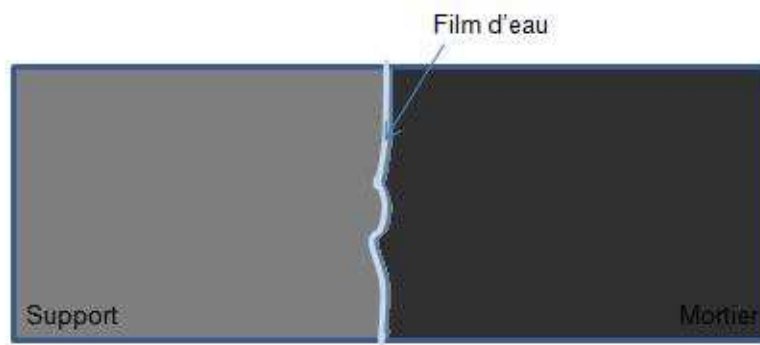


Figure V-28 : Etalement du mortier sur surface saturée en eau

V.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons abordé l'étude des mécanismes de décollement de la couche de mortier de réparation sur le mortier support.

La première partie du travail a permis de mettre en place une technique de mesure permettant de caractériser l'adhérence des produits étudiés. Nous avons choisi d'utiliser un test d'adhérence par flexion trois point en raison de sa facilité de mise en œuvre et de la possibilité d'utiliser des éprouvettes de dimensions limitées (4x4x16 cm³). Dans cette première partie, nous avons également décrit les paramètres du plan d'expériences. Ces paramètres peuvent être regroupés en deux grandes catégories : l'environnement de conservation des éprouvettes (milieu ambiant contrôlé, milieu chaud et en immersion dans l'eau) et l'état de la surface du support (plan et sec, plan et saturé en eau ou sec et rugueux).

Dans une deuxième partie, l'influence de l'ajout du polymère dans le mortier sur les propriétés d'adhérence a été étudiée. Il résulte de l'analyse des résultats que l'adhérence est améliorée lorsque le mortier de réparation contient un polymère. Pour les mortiers formulés avec du styrène acrylate, l'adhérence est maximale avec 10% de mortier et chute lorsqu'on ajoute 20% de polymère. De même, l'adhérence maximale est obtenue avec 10% de polymère pour les mortiers contenant de l'éthylène vinyle acétate mais cette valeur reste constante ensuite avec une teneur de polymère supérieure. Pour la quasi-totalité des mortiers analysés, l'adhérence augmente au cours du temps. On a aussi pu remarquer que les mortiers contenant de l'EVA présentaient une adhérence plus élevée que celle des mortiers contenant du SA. Ce résultat peut s'expliquer par le fait que les mortiers modifiés par l'EVA ont un rapport E/C plus élevé. Ils sont donc plus fluides et s'étalent plus facilement sur la surface à réparer.

Ces propriétés rhéologiques des mortiers entraînent également des résultats inattendus lorsque la rugosité de surface des supports est modifiée. En effet, l'augmentation de la rugosité a tendance à faire diminuer l'adhérence pour les deux types de polymères ajoutés. Dans cette situation, la faible ouvrabilité de ces mortiers limite la pénétration des mortiers dans les anfractuosités de la surface du support. La saturation en eau de la surface du support réduit également l'adhérence des mortiers. L'excès d'eau perturbe à la fois l'hydratation du ciment et limite le contact entre le mortier et la surface du support.

Par ailleurs, on remarque aussi que le retrait des mortiers n'influe pas sur leur adhérence.

Références bibliographiques

- Afridi 1995** : M.U.K. Afridi, Y. Ohama, M. Zafar Iqbal, K. Demura, *Water retention and adhesion of powdered and aqueous polymer-modified mortars*, Cement and Concrete Composites 17, p. 113-118, 1995
- Anagnostopoulos 2007** : C. A. Anagnostopoulos, *Cement–clay grouts modified with acrylic resin or methylmethacrylate ester : Physical and mechanical properties*, Construction and Building Materials 21, p. 252-257, 2007
- ConR 2004** : ConRepNet 2004 : “Network Newsletter,” No. 3, <http://projects.bre.co.uk/conrepnet/pages/dissemin.htm>, 2004
- Courard 1998** : L. Courard, *Contribution à l'analyse des paramètres influençant la création de l'interface entre un béton et un système de réparation*, Thèse Université de Liège, 1998
- Courard 2000** : L. Courard, *Parametric study for the creation of the interface between concrete and repair products*, Materials and Structures, 33, p. 65-72, 2000
- Decter 1997** : M. H. Decter, C. Keeley, *Durable concrete repair – importance of compatibility and low shrinkage*, Construction and building materials 11, p. 267-273, 1997
- Do 2003** : J. Do, Y. Soh, *Performance of polymer-modified self-leveling mortars with high polymer–cement ratio for floor finishing*, Cement and Concrete Research 33, p. 1497-1505, 2003
- AFN 2012** : Liste des produits certifiés. Produits spéciaux destinés aux constructions en béton hydraulique, Afnor Certification, Novembre 2012
- Emmons 1994** : P.H. Emmons, A.M. Vaysburd, *Factors affecting the durability of concrete repair: the contractor's viewpoint*, Construction and Building Materials 8, p. 5-11, 1994
- Júlio 2004** : E. N. B. S. Julio, F. A. B. Branco, V. D. Silva, *Concrete-to-concrete bond strength. Influence of the roughness of the substrate surface*, Construction and Building Materials 18, p. 675-681, 2004
- LCPC 1996** : Guide technique LCPC SETRA : Choix et application des produits de réparation et de protection des ouvrages en béton, 1996
- LCPC 2002** : Guide technique LCPC : Protection des bétons par application des produits à la surface du parement, 2002
- Mansur 2009** : A. A.P. Mansur, O. L. Do Nascimento, H. S. Mansur, *Physico-chemical characterization of EVA-modified mortar and porcelain tiles interfaces*, Cement and Concrete Research, p. 270-282, 2009
- Medeiros 2009** : M.H.F. Medeiros a, P. Helene , S. Selmo *Influence of EVA and acrylate polymers on some mechanical properties of cementitious repair mortars*, Construction and Building Materials, p. 2527–2533, 2009

- Momayez 2003** : Momayez , *Comparison of methods for evaluating bond strength between concrete substrate and repair materials*. Cement and concrete Research 35, p. 748 – 757, 2005
- NF EN 1504-3** : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Définitions, exigences, maîtrise de la qualité et évaluation de la conformité - Partie 3 : réparation structurale et réparation non structurale, Février 2006.
- NF EN 1542** : Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Méthodes d'essais - Mesurage de l'adhérence par traction directe, Juillet 1999
- NF EN 12390** : Essais pour béton durci - Partie 6 : détermination de la résistance en traction par fendage d'éprouvettes, Avril 2012
- NF EN 12615** : Produits et systèmes pour la protection et la réparation de structures en béton - Méthodes d'essais - Détermination de la résistance au cisaillement, Septembre 1999
- NF EN 13036-1** : Caractéristiques de surface des routes et aérodromes - Méthodes d'essai - Partie 1 : mesurage de la profondeur de macrotexture de la surface d'un revêtement à l'aide d'une technique volumétrique à la tâche, Septembre 2012
- NF P 15-433** : Méthodes d'essais des ciments. - Détermination du retrait et du gonflement, Février 1994
- Normand 2005** : B. Jr Normand, *Contribution à la mise au point d'une procédure de caractérisation quantitative des surfaces en béton en vue de travaux de réflexion*, Thèse, Université Laval, 2005
- Ohama 1995**: Y. Ohama, *Handbook of polymer-modified concrete and mortars*, Noyes Publications, 1995
- Pagel 2007** : http://www.pagel.com/all/pdf/certificates/fr/o1_cure.pdf
- Saucier 1997** : F. Saucier, F. Claireaux, D. Cusson, M. Pigeon, *The challenge of numerical modeling strains and stresses in concrete repairs*, Cement and concrete research 27, p. 1261–1270, 1997
- Winnik 1997** : M. A Winnik, *Latex film formation*, Current opinion in colloid & interface science 2, p. 192-199, 1997

VI INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT SUR L'ADHERENCE

Afin d'approfondir l'étude des mécanismes de décollement de la couche de réparation, manifestation dominante marquant la défaillance des réparations sur les ouvrages d'art, nous avons choisi de nous intéresser dans ce chapitre à l'impact que peut avoir l'environnement dans lequel se trouve le système de réparation sur les propriétés d'adhérence du mortier utilisé.

Pour cela, les trois milieux de conservation présentés dans les chapitres précédents ont été utilisés :

- Un milieu ambiant contrôlé, correspondant à un environnement de laboratoire (21°C de température et 60% d'humidité relative),
- Un milieu chaud, dans une étuve ventilée et réglée à 40°C,
- L'immersion dans un bac d'eau.

Par ailleurs, les études menées au cours du chapitre précédent nous ont aussi montré que l'état de la surface du support sur lequel est appliqué le mortier de réparation influe sur l'adhérence des mortiers. Nous avons observé qu'une augmentation de la rugosité de cette surface ou encore de sa saturation en eau entraîne une adhérence des mortiers plus faible que celle obtenue en utilisant des surfaces sciées. L'objectif de la deuxième partie de ce chapitre est de regarder l'effet combiné de ces paramètres en travaillant sur des éprouvettes bicomposées ayant subi à la fois un traitement de la surface du support et soumises à un ou plusieurs des environnements cités ci-dessus.

En bilan de chaque partie, une analyse comparative a été faite entre les adhérences des mortiers conservés en milieu ambiant contrôlé et l'adhérence des mortiers conservés dans les conditions présentées dans la partie étudiée. Les supports (mortiers classiques M0) des éprouvettes bicomposées pris en compte lors de cette comparaison ont le même état de surface. Pour cela, nous avons calculé les variations de l'adhérence en milieu chaud ($Adh_{40^{\circ}C}$) ou immergé dans l'eau (Adh_{eau}) par rapport à celle en environnement ambiant (Adh_{amb}) pour obtenir une variation relative de l'adhérence par rapport à celle en milieu ambiant (r_{adh}). Cette variation relative est donnée par la formule VI.1 :

$$r_{adh} (\%) = \frac{Adh_{40^{\circ}C \text{ ou } eau} - Adh_{amb}}{Adh_{amb}} \times 100 \quad (VI.1)$$

VI.1 Programme expérimental

Le programme expérimental utilisé dans ce chapitre est une partie de celui développé dans la première partie du chapitre précédent. Les résultats exploités sont ceux correspondant aux programmes 2 et 3 (Figure V-13).

Chaque programme correspond à un nombre de phases différent pour les conditions de conservation des éprouvettes bicomposées étudiées :

- dans le programme 2, les éprouvettes ont été stockées pendant 2 x 28 jours avant que la mesure d'adhérence ne soit réalisée. Pendant la première phase, les éprouvettes ont été conservées en environnement ambiant contrôlé. Dans la deuxième phase, elles ont été placées soit dans ce même environnement (uniquement celles avec des supports à surface rugueuse ou saturée en eau), soit en environnement chaud ou encore en immersion dans l'eau.
- les éprouvettes du programme 3 ont été stockées pendant 3 x 28 jours avant la mesure d'adhérence. Tout comme dans le cas des autres programmes, pendant la première phase, elles ont été soumises à l'environnement ambiant contrôlé. Pour la deuxième phase, elles sont placées en environnement chaud ou en immersion dans l'eau. Pour la troisième phase, l'ensemble des éprouvettes a été placé à nouveau en milieu ambiant pendant 28 jours. La mesure d'adhérence a été réalisée à la fin de la troisième phase.

Au cours de cette étude, l'ensemble des sept mortiers formulés en laboratoire a été étudié ainsi que les deux produits commerciaux M2 et M4. Tous ces mortiers n'ont pas été soumis à tous les programmes. Les mortiers M0, M2, M4, SA5, SA20 et EVA10 ont subi tous les types d'environnement de conservation. Les mortiers SA10, EVA5 et EVA20 n'ont pas été étudiés quand le programme de conservation nécessitait une étape en immersion dans l'eau. De plus, pour chaque formulation de mortier et pour caractériser l'influence de l'état de surface du support, le mortier de réparation a été coulé sur les trois types de surfaces de surface définis dans le chapitre précédent : surface plane sèche, surface sèche rugueuse et surface plane saturée en eau.

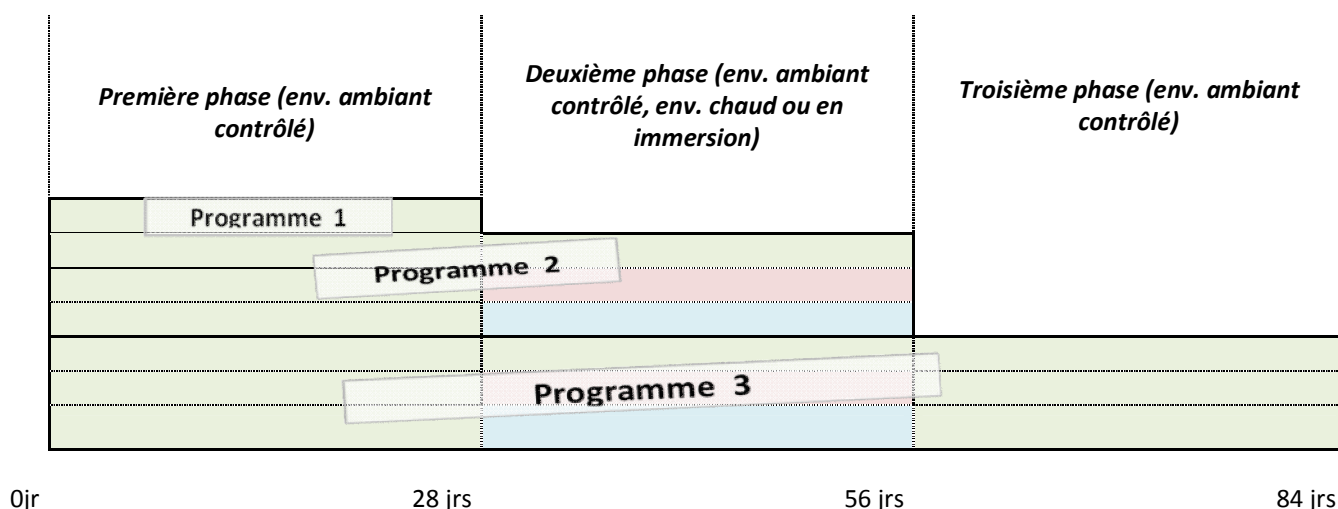


Figure VI-1 : Programmes expérimentaux pour l'étude de l'adhérence des mortiers

VI.2 Impact des conditions environnementales sur l'adhérence

VI.2.1 Adhérence après deux mois de conservation

Les résultats de cette partie sont issus des tests d'adhérence du programme 2. Au cours de ce programme, les éprouvettes ont été soumises pendant 28 jours à un des deux environnements définis après leur conservation pendant 28 jours en environnement ambiant contrôlé. L'adhérence est donc mesurée 56 jours après le coulage du mortier de réparation et les résultats obtenus sont présentés sur la Figure VI-2. Pour comparer les résultats obtenus après cette deuxième phase, les mesures obtenues après 28 jours de conservation en milieu ambiant ont également été reportées sur cette figure.

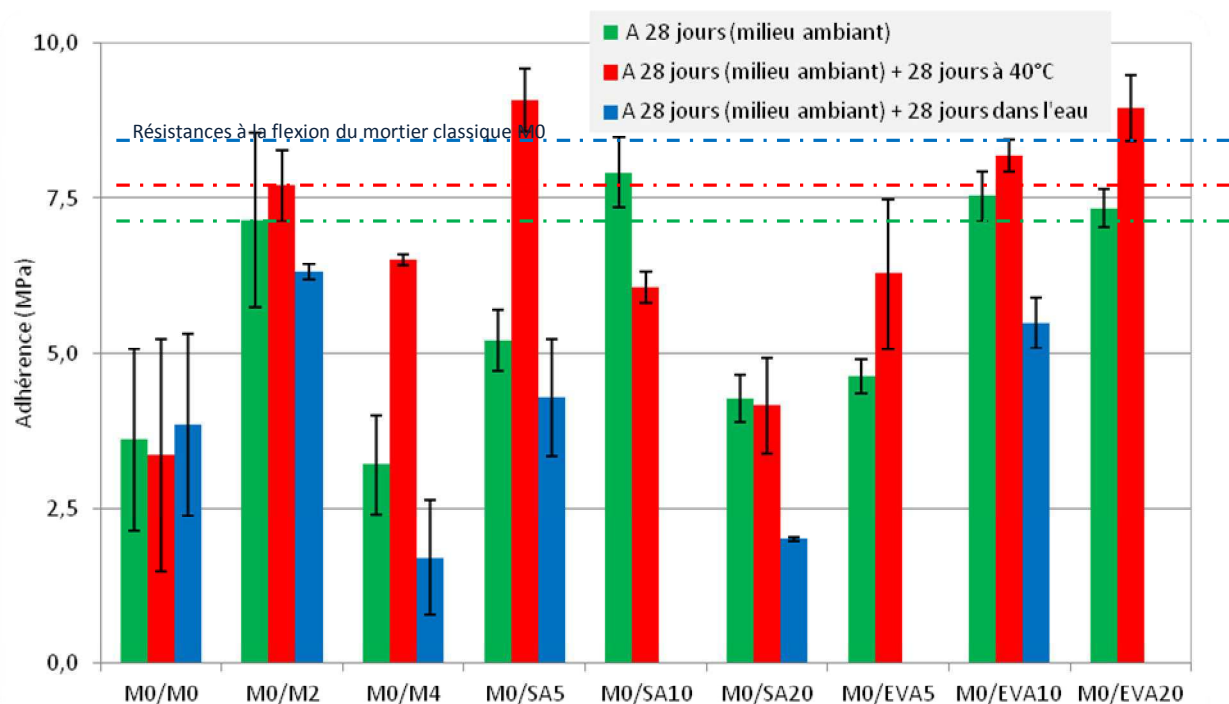


Figure VI-2 : Influence de l'environnement dans lequel se trouvent les éprouvettes bicomposées sur l'adhérence ; Résistances à la flexion du mortier classique M0 aux mêmes échéances

Dans le cas du mortier classique M0, on peut observer que la conservation dans les trois types de milieu n'a pas d'influence sur l'adhérence mesurée.

Pour les autres mortiers (sauf SA10 et SA20), tous modifiés par des polymères, on constate que l'adhérence augmente quand les éprouvettes sont exposées à un environnement chaud, mais elle diminue après immersion dans l'eau.

Dans le cas de la conservation en milieu chaud, l'adhérence la plus élevée est obtenue avec les mortiers modifiés contenant 5% de SA et 20% d'EVA. On observe deux tendances opposées pour les mortiers formulés en laboratoire : lorsqu'ils contiennent du SA, l'adhérence diminue quand le taux de polymère augmente. Le résultat inverse est obtenu lorsque les mortiers contiennent de l'EVA.

Quand les éprouvettes sont immergées dans l'eau, aucun mortier analysé ne permet d'obtenir une adhérence aussi élevée que la résistance du mortier classique M0 qui se situe autour de 9 MPa dans ce cas. A l'exception du mortier classique M0, l'adhérence des mortiers pour ce type de conservation est la plus faible des trois conservations. Parmi les mortiers formulés en laboratoire, le mortier contenant de l'EVA semble avoir une meilleure adhérence. Mais l'adhérence la plus élevée obtenue après ce type de conservation est celle du produit commercial M2 (environ 6,5 MPa).

Pendant la première phase de conservation des éprouvettes en conditions ambiantes, les conditions sont favorables à la formation des films de polymère comme cela a été vu dans le chapitre IV. A la fin de cette phase, une grande partie des polymères s'est donc transformée en films. Pour les éprouvettes restant en environnement ambiant, les polymères non coalescés vont continuer à former des films et à améliorer la qualité de ceux déjà formés ; ce qui explique l'augmentation de l'adhérence dans ce cas. Par contre, pour les éprouvettes passant en immersion dans l'eau, l'excès d'eau va limiter la filmification des particules de polymère non filmifiées, voire entraîner la ré-émulsification de films encore fragiles dans la solution interstitielle [Beeldens 2002]. Ces deux phénomènes entraînent alors la diminution de l'adhérence dans ces conditions de conservation.

Ces observations sont rencontrées dans d'autres études réalisées sur des mortiers modifiés avec des polymères ou de l'éther de cellulose [Petit 2013]. Dans cette dernière étude, les éprouvettes sont immergées dans l'eau tout de suite après le démoulage. Néanmoins, tous les auteurs s'accordent à dire que l'adhérence est principalement gouvernée par la formation de films de polymère et que cette formation n'est pas favorisée en milieu saturé en eau [Colville 1999 Jenni 2006 ; Petit 2013].

On peut aussi rapprocher ces résultats de ceux obtenus lors de l'étude de l'influence de la cure sur les performances intrinsèques des mortiers (cf. chapitre IV). Il en résultait aussi que les propriétés mécaniques des mortiers étaient maximales après une cure chaude et qu'elles diminuaient après une cure en immersion dans l'eau. Les mêmes tendances sont donc observées.

Remarquons aussi que contrairement aux mortiers modifiés par de l'EVA, l'adhérence des mortiers contenant du SA diminue aussi bien en milieu chaud qu'en immersion dans l'eau quand le taux de polymère augmente. Ceci peut s'expliquer par leur différence d'ouvrabilité, comme discuté dans le chapitre IV. Comme dans les résultats de ce chapitre, l'adhérence des mortiers contenant de l'EVA est plus élevée que celle des mortiers contenant du SA.

Si on compare à présent les adhérences mesurées à la résistance à la flexion du support, c'est-à-dire celle du mortier classique M0 conservé dans les mêmes conditions, on remarque d'une part qu'aucun mortier ayant été placé en immersion dans l'eau n'arrive à atteindre la résistance du mortier classique M0. D'autre part, les mortiers M2, SA5, EVA10 et EVA20 atteignent cette résistance après 28 jours en milieu chaud, ce qui témoigne de la bonne adhérence de ces produits. On voit donc que les propriétés d'adhérence dépendent à la fois du type de polymère employé, de sa teneur et de l'environnement de conservation.

Au niveau des types de ruptures ayant lieu lors des essais (Tableau VI-1), quelques points sont à noter.

La rupture a toujours lieu à l'interface mortier / support pour les éprouvettes bicomposées à base de mortier classique M0, malgré le changement d'environnement de stockage. C'est bien le signe du

manque d'adhérence dans le système. Par contre, le changement d'environnement modifie le type de rupture dans les systèmes avec mortier modifié.

Après le passage à 40°C, l'interface semble être renforcée dans la majorité des systèmes étudiés puisque la rupture a lieu dans la partie support exclusivement. C'est le cas des mortiers contenant de l'EVA et du produit commercial M2. On voit sur la Figure VI-2 que l'adhérence de ces mortiers est maximale, ce qui traduit bien une bonne adhérence dans le système. Pour les autres mortiers, une partie de la rupture a lieu à l'interface mortier/support. On peut observer qu'en général, l'augmentation de l'adhérence est associée au passage d'une rupture à l'interface à une rupture cohésive.

Pour les mortiers ayant subi une conservation en immersion dans l'eau, la rupture reste identique à celle après 28 jours (cas du M0, M2 et EVA10) ou devient adhésive (cas du M4, SA5 et SA20) ce qui correspond à la diminution de l'adhérence mesurée par les essais de flexion trois points.

Tableau VI-1 : Influence de l'environnement dans lequel se trouvent les éprouvettes bicomposées sur leur mode de rupture

	A 28 jrs milieu ambient	A 28 jours (milieu ambient) + 28 jours à 40°C	A 28 jours (milieu ambient) + 28 jours dans l'eau
M0/M0	A	A	A
M0/M2	S/A	S	S/A
M0/M4	A	S/A	A
M0/SA5	S/A	S/A/M	A
M0/SA10	S	S/A	-
M0/SA20	S/A	S/A	A
M0/EVA5	A	S	-
M0/EVA10	S/A	S	S/A
M0/EVA20	S	S	-

En conclusion, on observe que l'adhérence de la plupart des mortiers modifiés est améliorée lorsque la température de l'environnement dans lequel se trouve le système croît. Par contre, si le milieu est saturé en eau, l'adhérence de ces mortiers diminue.

VI.2.2 Adhérence après trois mois de conservation

Dans ce cas, les éprouvettes préalablement soumises à deux mois de conservation dans des environnements différents sont à nouveau placées 28 jours en milieu ambient contrôlé avant que l'adhérence ne soit mesurée. Trois groupes d'éprouvettes bicomposées sont possibles, des éprouvettes ayant eu un passage en milieu ambient contrôlé tout au long de l'essai, en immersion et en milieu chaud. Les mortiers de réparation sont toujours coulés sur surface plane et sèche. Les résultats suivants présentent l'évolution de l'adhérence au cours de ces trois phases.

VI.2.2.1 Conservation en milieu ambient contrôlé

Les résultats d'adhérence obtenus en environnement ambient contrôlé correspondent à ceux présentés dans le chapitre précédent pour l'étude de l'influence de la quantité et du type de polymère sur l'adhérence (cf. chapitre V). Ils sont repris dans le tableau qui suit (Tableau VI-2).

Tableau VI-2 : Adhérence des mortiers après 28 et 84 jours en milieu ambiant contrôlé et sur surface plane.
Mode de rupture pour chaque formulation à chaque échéance

	SP / 28jrs		SP / 84jrs	
	Adh (MPa)	rupture	Adh (MPa)	rupture
M0/M0	3,6	A	3,1	A
M0/M2	7,1	S	7,2	S
M0/M4	3,2	A	7,3	A/M
M0/SA5	5,2	S	4,0	A
M0/SA10	7,9	S	6,1	A/S
M0/SA20	4,3	S/A	8,4	S
M0/EVA5	4,6	A	6,4	S
M0/EVA10	7,5	S	9,7	S
M0/EVA20	7,3	S	9,3	S

Il en ressort que l'adhérence augmente avec l'ajout de polymère. Mis à part le cas des mortiers M0 et M2 où elle semble rester constante après 28 jours de réparation, cette adhérence augmente pour la quasi-totalité des mortiers entre 28 jours et 84 jours.

VI.2.2.2 Conservation avec une phase en immersion dans l'eau

La Figure VI-3 présente l'évolution de l'adhérence des mortiers ayant été placés en immersion dans l'eau pendant le deuxième mois de stockage, puis à nouveau en environnement ambiant contrôlé le troisième mois.

Pour le mortier classique M0, l'adhérence augmente à la fin de chaque phase. La valeur maximale est atteinte après le retour des éprouvettes en milieu ambiant (autour de 5,5 MPa). Cependant, le mode de rupture n'évolue toujours pas et a lieu à l'interface entre les deux matériaux (Tableau VI-3), ce qui témoigne bien d'une adhérence toujours fragile pour ce système.

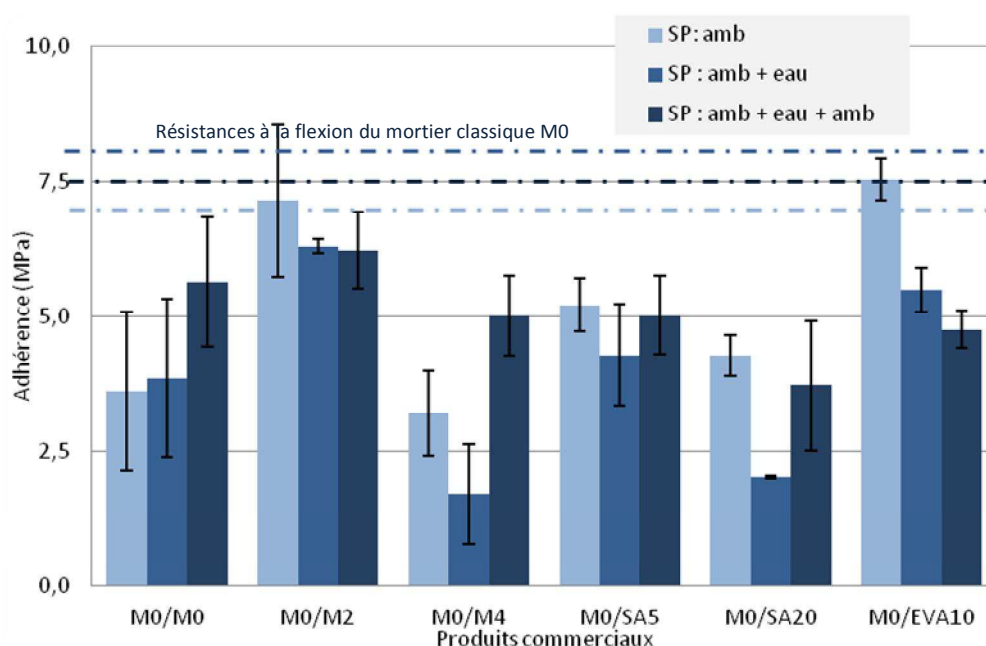


Figure VI-3 : Evolution de l'adhérence des mortiers conservés le deuxième mois en immersion dans l'eau ; Résistances à la flexion du mortier classique M0

Pour les mortiers modifiés, deux cas peuvent être observés :

- Pour M2 et EVA10, l'adhérence diminue après l'immersion dans l'eau et reste constante après les 28 jours en conditions ambiantes, aux incertitudes de mesure près,
- pour les autres mortiers, l'adhérence diminue après l'immersion dans l'eau, puis reprend sa valeur initiale au bout de trois mois. Dans le cas du mortier M4, l'adhérence est même légèrement supérieure à celle mesurée à trois mois.

En complément, on peut aussi observer que l'ensemble des adhérences est plus faible que les résistances à la flexion du mortier classique M0, ce qui dénote que l'immersion dans l'eau des éprouvettes ne favorise pas la bonne adhérence des mortiers.

En parallèle, le mode de rupture a été observé à chaque étape (Tableau VI-3). Il semble être modifié entre deux et trois mois de conservation. On passe d'une majorité de ruptures strictement adhésives à des ruptures à se déroulant à la fois dans le support et à l'interface, et dans certains cas dans le mortier (SA5).

Tableau VI-3 : Evolution du mode de rupture des mortiers conservés le deuxième mois en immersion dans l'eau

Conditions de conservation	l'eau		
	ambiante	ambiante+eau	ambiante+eau+ambiante
M0/M0	A/S	A	A
M0/M2	A/S	S/A	A
M0/M4	A/M	A	A/s
M0/SA5	A/s	A	A/M
M0/SA20	A	A	S/A
M0/EVA10	A	S/A	S/A

VI.2.2.3 Conservation avec une phase en environnement chaud

La Figure VI-4 et le Tableau VI-4 montrent l'évolution de l'adhérence et du mode de rupture sur les éprouvettes bicomposées ayant été conservées à 40°C le deuxième mois, puis replacées en environnement ambiant pendant le troisième mois.

L'adhérence du mortier classique M0 diminue au fil des échéances. Cette diminution de l'adhérence est aussi marquée par la rupture qui reste adhésive pour chaque échéance. La faible valeur de l'adhérence montre une fois de plus le manque d'adhérence entre le mortier classique M0 et le support.

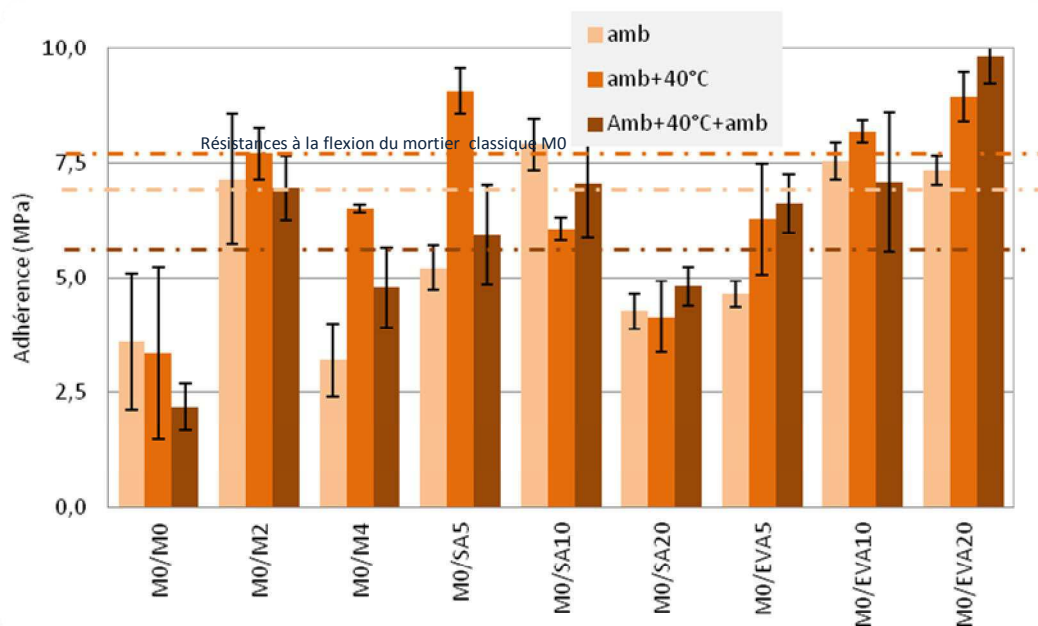


Figure VI-4 : Evolution de l'adhérence des mortiers conservés le deuxième mois en environnement chaud ; Résistances à la flexion du mortier classique M0

Dans le cas des produits commerciaux, l'adhérence maximale est obtenue immédiatement après la conservation à 40°C. Elle diminue ensuite après conservation pendant 28 jours en milieu ambiant. Comme dans l'étude précédente, les variations sont plus importantes pour le produit M4 que pour le produit M2. Dans le cas du produit M2, les ruptures restent cohésives dans le support après chaque étape. Dans le cas du produit M4, l'adhérence reste adhésive à la fin des trois types de conservation, alors qu'elle était partiellement cohésive dans le support juste après le stockage à 40°C.

Tableau VI-4 : Evolution du mode de rupture des éprouvettes conservées le deuxième mois en environnement chaud

Conditions de conservation	Ambiant	Ambiant +40°C	Ambiant+40°C+ambiant
M0/M0	A	A	A
M0/M2	S	S	S
M0/M4	A	S/A	A
M0/SA5	S	S/A/M	A/M
M0/SA10	S	S/A	S/A
M0/SA20	S/A	S/A	S/A
M0/EVA5	A	S	A
M0/EVA10	S	S	S/A
M0/EVA20	S	S	A/M

En ce qui concerne les mortiers formulés en laboratoire, la variation de l'adhérence n'est pas la même pour chacune des formulations.

Pour les mortiers contenant du SA, le retour des éprouvettes en milieu ambiant (après le passage en milieu chaud) n'entraîne pas de variation d'adhérence pour les mortiers contenant 10 et 20% de

polymère et une diminution pour le mortier contenant 5% de polymère. Après ces trois mois de conservation, l'adhérence est légèrement plus élevée pour 10% de polymère par rapport aux autres P/C. L'adhérence n'évolue pas beaucoup pour ces trois mortiers. De plus, on ne note pas de variation particulière de modes de rupture pour ces trois mortiers.

Pour les mortiers contenant de l'EVA, l'adhérence augmente entre la première et la deuxième échéance pour les mortiers contenant 5% et 20% de polymère, puis reste constant. Celle du mortier contenant 10% de polymère semble rester constante tout le long des échéances. Au bout du troisième mois, il n'y a pas beaucoup de différence entre l'adhérence des mortiers contenant 5 et 10% d'EVA mais celle du mortier avec 20% de polymère est plus élevée et atteint près de 10 MPa. C'est l'adhérence la plus élevée obtenue parmi tous les systèmes et les échéances. Si on observe le type de rupture, on constate qu'elle se produit majoritairement dans le support après le deuxième mois alors qu'au bout du troisième mois, la rupture est mixte.

Finalement, le changement d'environnement du milieu chaud au milieu ambiant réduit surtout la résistance à la flexion du mortier classique M0 ; on voit sur le graphe qu'il perd près de 2 MPa. Ceci explique alors la récurrence des ruptures cohésives dans le support à cette échéance.

VI.2.2.4 Comparaison avec les résultats obtenus en milieu ambiant contrôlé

Les résultats d'adhérence obtenus sur des éprouvettes ayant eu une phase de leur conservation à 40°C ou en immersion dans l'eau sont comparés avec ceux obtenus sur des éprouvettes conservées uniquement en environnement ambiant sont reportés sur la Figure VI-5. Les mortiers de réparation ont tous été coulés sur surface plane et sèche.

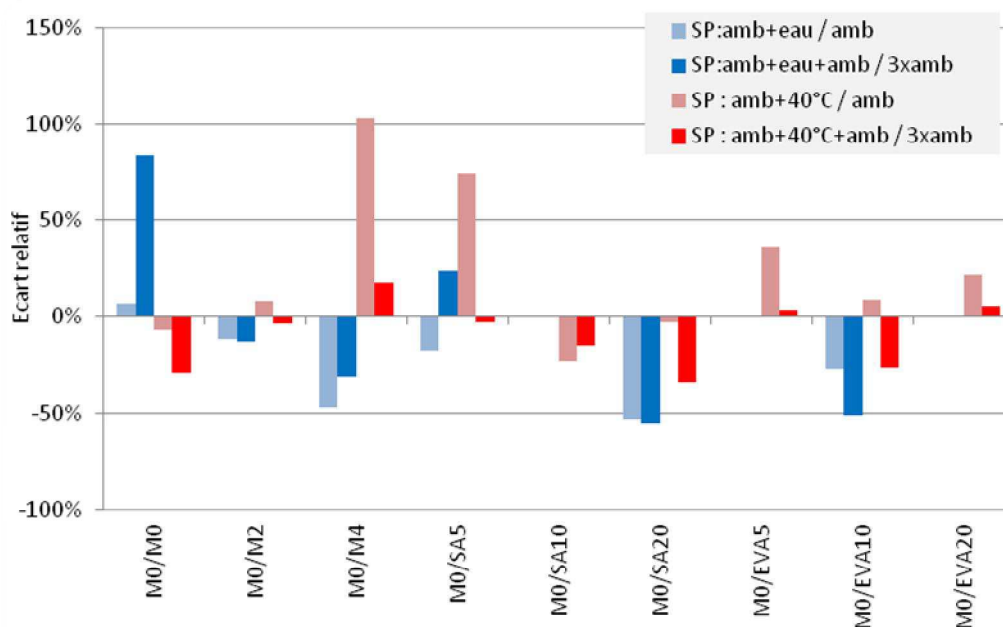


Figure VI-5 : Ecart relatif de l'adhérence des mortiers modifiés sur surface plane sèche conservés dans l'eau ou à 40°C par rapport à ceux conservés en conditions ambiantes contrôlés

L'ensemble des mortiers étudiés est sensible à la modification des conditions environnementales. Seul le produit M2 a une adhérence pratiquement identique d'un environnement à un autre puisqu'elle varie de 10% au maximum.

On voit que six des neuf mortiers étudiés ont leur adhérence améliorée après passage à 40°C. Cependant, cet effet disparaît généralement après leur retour en milieu ambiant. De plus, on voit une inversion de l'impact de la chaleur sur les mortiers contenant du SA ; elle augmente l'adhérence pour les mortiers contenant moins de 10% de polymère et la diminue pour des taux supérieurs. Dans le cas des mortiers contenant de l'EVA, la chaleur augmente les propriétés d'adhérence alors que l'humidité les diminue.

Seul le mortier classique M0 a une adhérence plus élevée après conservation en immersion dans l'eau, puis retour dans des conditions ambiantes contrôlées. L'adhérence de SA5 augmente également au bout de trois mois. Dans ces deux cas, l'eau permet la poursuite de l'hydratation du ciment. Par contre, l'excès d'eau fragilise les autres systèmes car elle freine la formation du film de polymère et peut également favoriser la ré-émulsification d'une partie du polymère. On note donc que l'humidité du milieu limite l'adhérence de ces mortiers modifiés alors qu'il améliore de façon significative l'adhérence du mortier classique M0 [Ohama 1995 ; Afridi 2003].

VI.3 Combinaison des effets conditions environnementales et de l'état du support

VI.3.1 Introduction

La première partie de ce chapitre a révélé les impacts de changement de température et d'humidité dans le milieu. On a observé que la conservation dans un milieu chaud a tendance à améliorer l'adhérence des mortiers, ce qui n'est pas le cas pour le stockage en immersion dans l'eau. Mais ces environnements ne permettent pas systématiquement toujours d'obtenir une meilleure adhérence que celles mesurées en milieu ambiant contrôlé et sur surface plane. Dans cette nouvelle partie, l'objectif est d'étudier les propriétés d'adhérence des mortiers en modifiant à la fois l'état de la surface du support (mortier classique M0) à réparer et les conditions environnementales. Ainsi, les mêmes essais que ceux de la partie précédente ont été réalisés d'abord avec des supports à surface plane saturée en eau et avec des supports à surface rugueuse et sèche.

VI.3.2 Adhérence sur surface plane saturée en eau

Les mesures d'adhérence ont été réalisées sur des éprouvettes bicomposées avec la surface plane de la partie support immergée dans l'eau au préalable pendant 24h. Ces éprouvettes ont été soumises à des conditions environnementales identiques à celles des programmes 2 et 3 (voir VI).

VI.3.2.1 Conservation en environnement ambiant contrôlé

Les résultats de cette partie correspondent à ceux présentés lors de l'étude de l'influence des polymères sur l'adhérence (cf. V.3.3.1). Le Tableau VI-5 reprend ces résultats.

Tableau VI-5 : Evolution de l'adhérence des mortiers coulés sur une surface saturée (SS) en eau après 28, 56 et 84 jours de conservation en environnement ambiant contrôlé

	SS / 28jrs		SS / 56jrs		SS / 84jrs	
	Adh (MPa)	rupture	Adh (MPa)	rupture	Adh (MPa)	rupture
M0/M0	2,4	A	3,0	A	2,4	A
M0/M2	3,3	A	4,3	S	3,0	A
M0/M4	2,5	A/M	4,0	M	3,6	A/M
M0/SA5	3,2	A	6,0	A	2,7	A
M0/SA10	3,9	A	3,7	A	2,4	A
M0/SA20	4,5	A	5,9	A	2,7	A
M0/EVA5	4,3	A	5,4	A	2,8	A
M0/EVA10	4,5	A	5,3	A	4,2	A
M0/EVA20	6,3	A	6,5	S/A	6,3	S/A

Globalement, cet environnement ne favorise pas une bonne adhérence puisque les contraintes obtenues sont très faibles avec des ruptures majoritairement adhésives. Au fil du temps, la saturation en eau de la surface diminue l'adhérence des mortiers SA10, SA20 et EVA5 alors que cela semble ne pas influencer celle des mortiers M0, M2, SA5, EVA10, et EVA20.

VI.3.2.2 Conservation avec une phase en immersion dans l'eau

Pour les éprouvettes qui ont été immergées dans l'eau au cours de leur conservation, l'adhérence reste toujours très faible et marquée par des ruptures adhésives (Tableau VI-6 et Figure VI-6). Dans ces conditions de conservation, aucun de ces mortiers ne permet d'obtenir une adhérence égale à la résistance du mortier classique M0. L'adhérence augmente au bout de deux mois et diminue après le retour en environnement ambiant, mis à part celle du mortier SA5 pour lequel l'adhérence croît au fil des échéances.

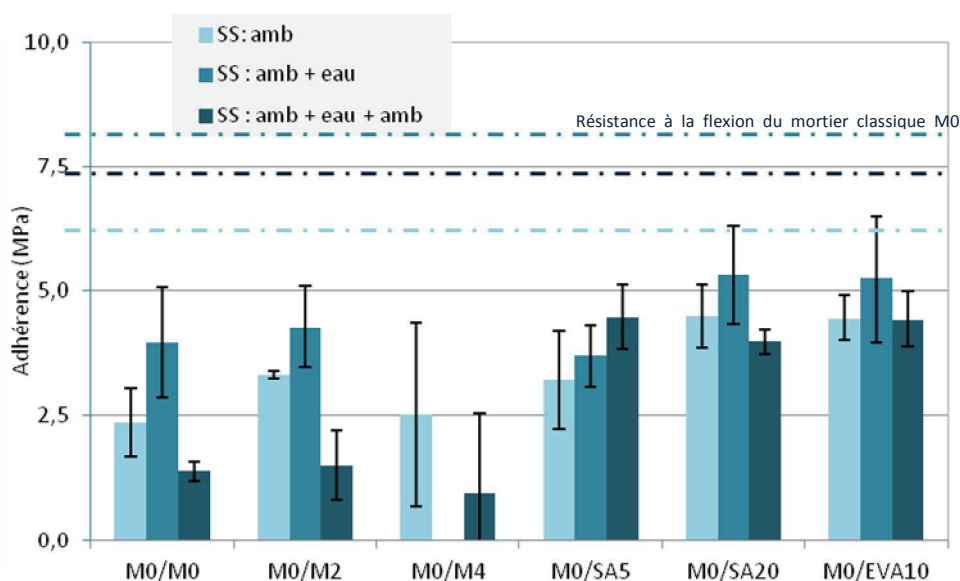


Figure VI-6 : Evolution de l'adhérence sur les éprouvettes préparées avec un support à surface saturée en eau (SS) conservées le deuxième mois en immersion dans l'eau

Dans ces conditions, on peut souligner la diminution importante de plus 50% des adhérences des mortiers M0, M2 M4 alors que les variations relevées sur les autres mortiers modifiés sont plus faibles en tenant compte des écarts-types. L'adhérence la plus élevée est obtenue au bout de la troisième échéance pour les mortiers EVA10 et SA5.

Tableau VI-6 : Evolution du mode de rupture sur les éprouvettes avec un support à surface SS ayant eu un passage en environnement en immersion dans l'eau

	Après 28 jours	Après 56 jours	Après 84 jours
M0/M0	A	A	A
M0/M2	A	A	A
M0/M4	A/M	A	M
M0/SA5	A	A	A
M0/SA20	A	A	A
M0/EVA10	A	A	A/S

VI.3.2.3 Conservation avec une phase en environnement chaud

L'adhérence des mortiers coulés sur une surface saturée en eau et ayant été conservés le deuxième mois en environnement chaud est reportée sur la Figure VI-7.

Dans le cas du mortier classique M0, l'adhérence reste toujours aussi faible avec des ruptures adhésives à chaque échéance.

Les mortiers commerciaux eux aussi présentent une adhérence faible puisqu'à aucune échéance ils n'atteignent les valeurs seuils de résistance en flexion du mortier classique M0. Leur faible adhérence est également marquée par leur type de rupture, soit adhésive pour le produit M2, soit à la fois à l'interface et dans le mortier de réparation pour M4. Néanmoins, comme dans les situations précédentes, l'adhérence reste toujours plus élevée pour le produit M2.

Pour les mortiers contenant du SA, l'adhérence augmente à la deuxième échéance. Cette augmentation importante pour le mortier contenant 5% de polymère alors qu'elle est faible pour le mortier contenant 20% de SA. A la troisième échéance, l'adhérence diminue pour le mortier SA5 mais reste constante pour les autres. C'est seulement à cette échéance que le mortier SA10 seul obtient une adhérence supérieure à la valeur seuil de la résistance à la flexion du mortier classique M0.

Pour les mortiers modifiés avec de l'EVA, les mortiers EVA5 et EVA10 atteignent leur maximum au bout de la deuxième échéance alors qu'à cette même échéance le mortier EVA20 est à son minimum. Au bout de trois mois, l'adhérence de l'EVA20 augmente de près de 25% pendant que celles des autres mortiers diminuent. Pour les mortiers contenant de l'EVA, seul l'EVA20 parvient à dépasser la valeur seuil de la résistance en flexion du mortier classique M0 au bout de trois mois.

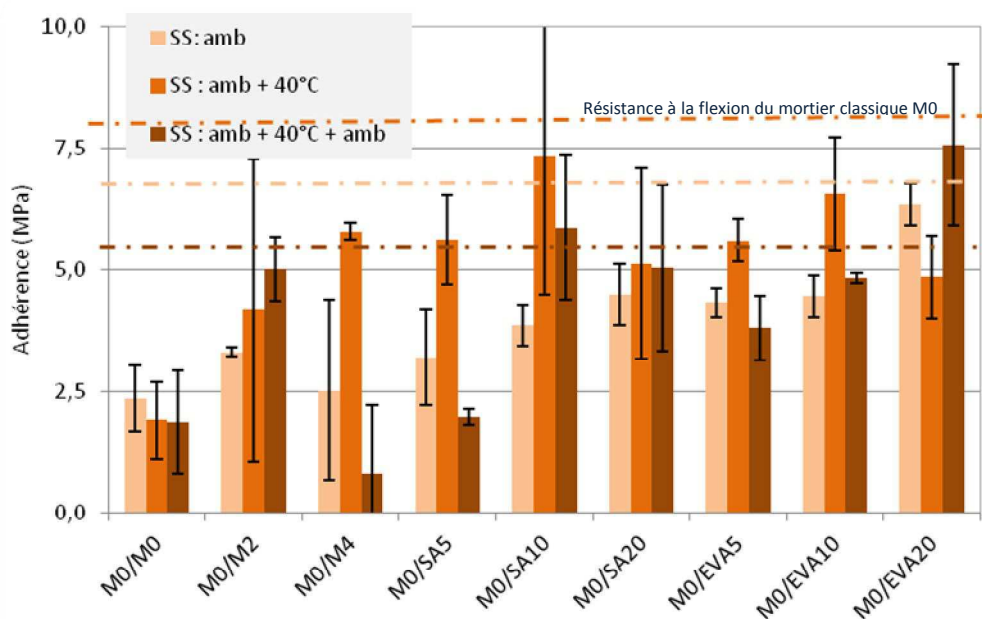


Figure VI-7 : Evolution de l'adhérence sur les éprouvettes préparées avec un support à surface saturée en eau (SS) conservées le deuxième mois en environnement chaud

Dans l'ensemble, les faibles valeurs de l'adhérence sont associées à des ruptures adhésives. Ainsi, malgré l'augmentation de la température au cours de la conservation, l'adhérence reste faible pour l'ensemble des éprouvettes analysées.

Tableau VI-7 : Evolution du mode de rupture sur les éprouvettes avec un support à surface SS ayant eu un passage en environnement chaud

	SS : amb	SS : amb + 40°C	SS : amb + 40°C + amb
M0/M0	A	A	A
M0/M2	A	A	A
M0/M4	A/M	A/M	A
M0/SA5	A	A	A
M0/SA10	A	A	A
M0/SA20	A	A	S/A
M0/EVA5	A	A	A
M0/EVA10	A	A	A
M0/EVA20	A	A	S/A

VI.3.2.4 Comparaison avec les résultats obtenus en milieu ambiant

La Figure V-13 permet de comparer les résultats d'adhérence obtenus sur des éprouvettes ayant été conditionnées en environnement chaud ou en immersion pendant le deuxième mois à ceux mesurés pour les éprouvettes ayant été conservées uniquement en milieu ambiant pendant la même période.

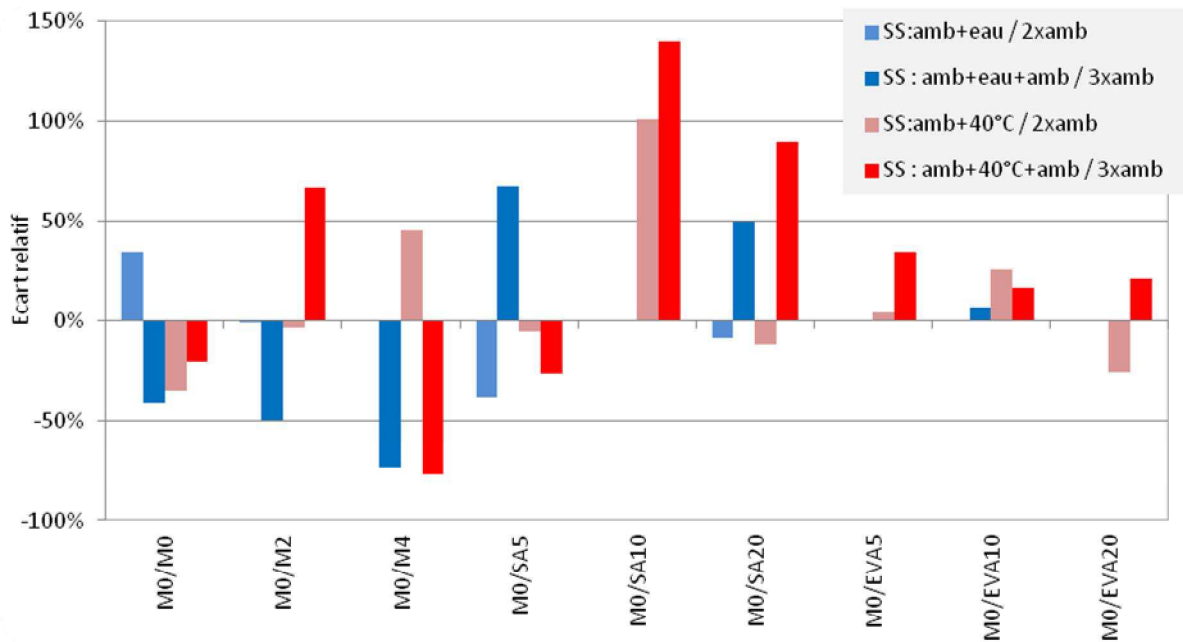


Figure VI-8 : Variation relative de l'adhérence des mortiers coulés sur surface saturée en eau ayant été conservés le deuxième mois en environnement chaud ou en immersion dans l'eau par rapport à celle des mortiers ayant été conservés uniquement en milieu ambiant

Les variations observées sont très différentes d'un mortier à un autre :

- Pour le mortier classique M0, les passages en immersion dans l'eau et à 40°C n'améliorent pas l'adhérence du mortier. Ceci s'explique par le fait que d'une part, l'augmentation de la température entraîne l'évaporation de l'eau contenue dans les mortiers, ce qui les fragilise. D'autre part, l'excès d'eau à l'interface des deux matériaux limite l'efficacité du collage.
- Dans le cas des produits commerciaux, le produit M2, qui a les propriétés intrinsèques les plus élevées, a une adhérence qui augmente après passage à 40°C alors qu'elle diminue lorsque les éprouvettes sont placées en immersion dans l'eau. Ce mortier a également des propriétés mécaniques plus élevées après une cure chaude (Cf. chapitre III). Par contre, le changement d'environnement diminue fortement l'adhérence du produit M4 pour les deux conditions de conservation.
- Dans le cas des mortiers contenant du SA, la saturation en eau de la surface du support combinée à un conditionnement en environnement chaud ou en immersion dans l'eau permettent l'amélioration de l'adhérence dans la plupart des cas. Les résultats obtenus avec le mortier SA20 illustrent cela. Les essais au mini-cône d'Abrams ont révélé que ce mortier était le moins fluide de l'ensemble, ce qui peut entraîner un mauvais contact entre ce dernier et le support. On peut alors supposer que la saturation en eau de l'interface entraîne une fluidification locale du mortier de réparation, ce qui favorise le contact entre les deux surfaces. La température vient par la suite renforcer le système avec la formation des films de polymère.
- Dans le cas des mortiers modifiés par de l'EVA, les mortiers contiennent plus d'eau et suffisamment fluides pour s'étaler sur la surface à réparer même lorsqu'elle n'est pas saturée en eau.

Pour ces mortiers, la température favorise également la formation de films de polymère, ce qui entraîne la légère augmentation de l'adhérence en environnement chaud.

VI.3.3 Sur surface sèche et rugueuse

Cette partie présente l'effet des conditions environnementales sur les éprouvettes bicomposées dont les mortiers ont été coulés sur des mortiers classiques M0 à surface sèche et rugueuse.

VI.3.3.1 Conservation avec un passage en immersion dans l'eau

Les résultats d'adhérence des mortiers coulés sur surface rugueuse après trois de conservation et placés le deuxième mois en immersion dans l'eau sont présentés sur la Figure VI-9.

Dans ces conditions, l'adhérence du mortier classique M0 double après son passage en immersion dans l'eau mais perd pratiquement tout ce gain à la troisième échéance. La rupture est mixte à l'interface du système et dans le mortier à partir du deuxième mois. Ces conditions renforcent alors l'adhérence du système au point que le mortier de réparation devient la partie la plus fragile du système. Néanmoins au bout des trois mois, l'adhérence reste largement inférieure à la valeur de résistance en flexion du mortier classique M0.

Par ailleurs, le mortier modifié SA5 est influencé de la même façon que le mortier classique M0. En effet, son adhérence est au maximum à la deuxième échéance mais diminue de plus de 50% à la troisième. La rupture a lieu majoritairement à l'interface. Donc, de la même façon que pour mortier classique M0, l'adhérence du SA5 diminue et la rupture a lieu à l'interface.

Pour les autres mortiers (M4, SA20 et EVA20), l'adhérence diminue après immersion dans l'eau, même après le retour des éprouvettes en milieu ambiant. Elle reste constante avec le produit M2 à chaque échéance. Cette diminution globale de l'adhérence est associée à des modes de rupture qui sont tous adhésifs au bout de la troisième échéance (Tableau VI-8).

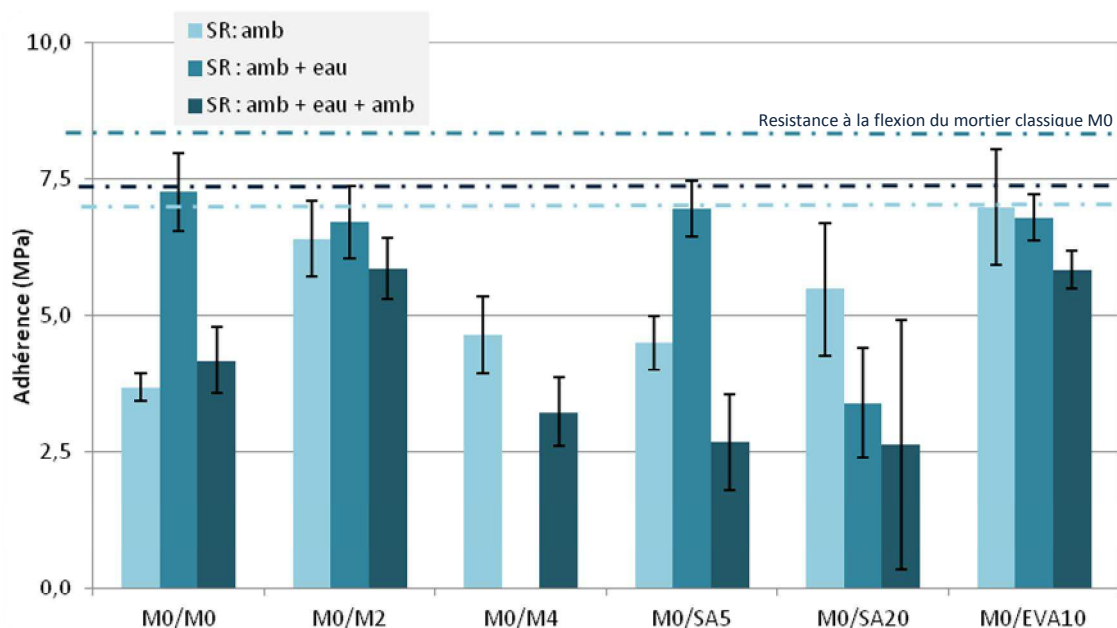


Figure VI-9 : Evolution de l'adhérence des mortiers coulés sur un mortier classique M0 à surface rugueuse (SR) ayant eu un passage en immersion dans l'eau

Tout comme dans le cas des essais sur éprouvettes bicomposées à surface saturée en eau, l'adhérence mesurée pour tous les mortiers n'atteint pas la résistance en flexion du mortier classique M0.

Tableau VI-8 : Evolution du mode de rupture sur les éprouvettes avec un mortier classique M0 à surface rugueuse SR ayant eu un passage en environnement en immersion dans l'eau

	Après 28 jours	Après 56 jours	Après 84 jours
M0/M0	A/S	A/M	A/M
M0/M2	A/S	S	A
M0/M4	A/M	-	M
M0/SA5	A/S	A/S	A
M0/SA20	A	A	A
M0/EVA10	A	S/A	A

VI.3.3.2 Conservation avec une phase en environnement chaud

Les résultats d'adhérence obtenus après ce type de conservation sont présentés sur la Figure VI-10 et les modes de rupture dans le Tableau VI-9.

L'augmentation de la rugosité et de la température entraîne l'augmentation de l'adhérence du mortier classique M0. La Figure VI-10 montre que celle-ci passe d'environ 3 MPa à plus de 5 MPa entre le premier et le deuxième mois et reste constante entre le deuxième et le troisième mois

Pour les produits commerciaux, le produit M2 présente toujours la meilleure adhérence, qui reste constante à la deuxième échéance et augmente à la troisième pour atteindre un peu plus de 7,5 MPa. Le mode de rupture passe de mixte à cohésif dans le mortier. L'adhérence du mortier M4 diminue après conservation à 40°C puis augmente et atteint environ 6 MPa au bout de la troisième échéance.

Pour les mortiers contenant du SA, jusqu'à 10% de polymère, l'adhérence augmente à chaque échéance, alors qu'elle diminue pour SA20.

Pour ce qui les mortiers contenant de l'EVA, l'adhérence des mortiers contenant 10 et 20% de polymère varie peu. L'adhérence augmente quand le taux de polymère augmente. Malgré ces valeurs d'adhérence plutôt élevée, les ruptures sont majoritairement localisées à l'interface.

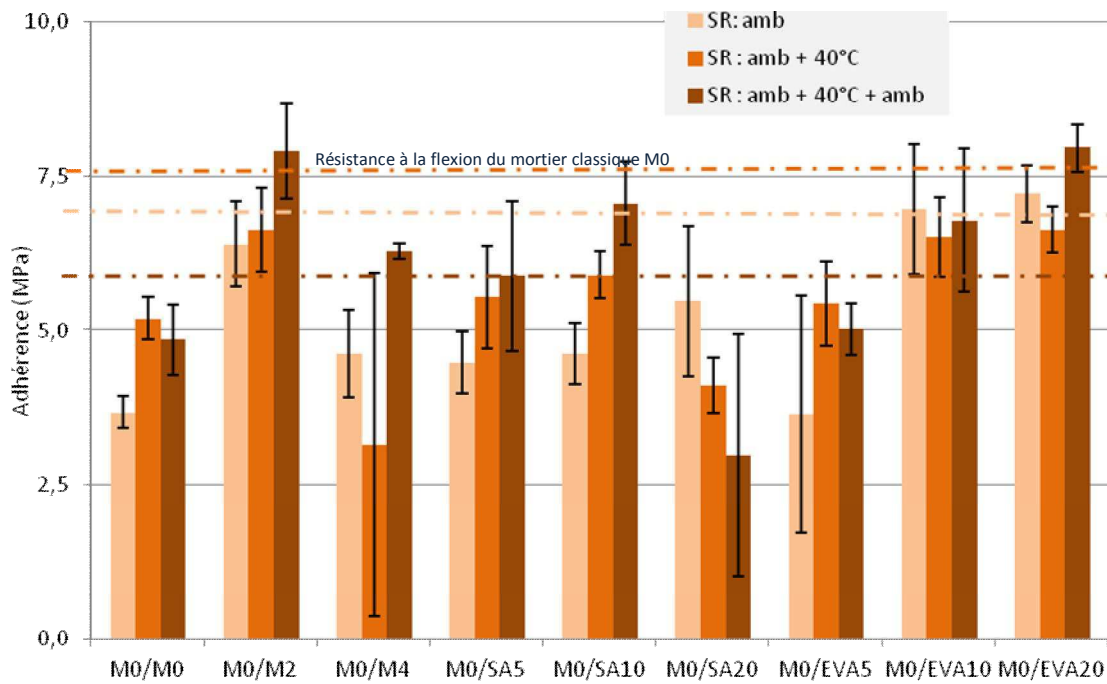


Figure VI-10 : Evolution de l'adhérence des mortiers coulés sur un mortier classique M0 à surface rugueuse (SR) ayant eu un passage en environnement chaud

Les meilleurs résultats d'adhérence des ces conditions sont obtenus avec les mortiers M2, SA10, EVA10 et EVA20.

Tableau VI-9 : Evolution du mode de des mortiers coulés sur un mortier classique M0 à surface rugueuse (SR) ayant eu un passage en environnement chaud

	Après 28 jours	Après 56 jours	Après 84 jours
M0/M0	A/S	A/S/M	A/M
M0/M2	A/S	S	S
M0/M4	A/M	S/M	A/M
M0/SA5	A/S	A	A
M0/SA10	A	A/S	S
M0/SA20	A	A/S	A
M0/EVA5	A	A/S	A
M0/EVA10	A	A/S	A
M0/EVA20	A	A/S	S/A

VI.3.3.3 Comparaison avec les résultats obtenus en milieu ambiant

Les modifications de la contrainte d'adhérence et du mode de rupture des éprouvettes ayant la surface du support rugueuse ont été mesurées lorsqu'on modifie l'environnement de conservation. Dans cette partie, l'écart observé entre l'adhérence des mortiers ayant subi un changement d'environnement et de celles des mortiers conservés en milieu ambiant est analysé (Figure VI-11).

On constate tout d'abord que ni l'augmentation de la température, ni l'augmentation de l'humidité dans le milieu ne permettent l'amélioration de l'adhérence pour la quasi-totalité des

mortiers appliqués sur surface rugueuse, en comparaison avec les résultats obtenus en milieu ambiant. Seules les adhérences des mortiers SA5 et M4 sont améliorées après un passage à 40°C.

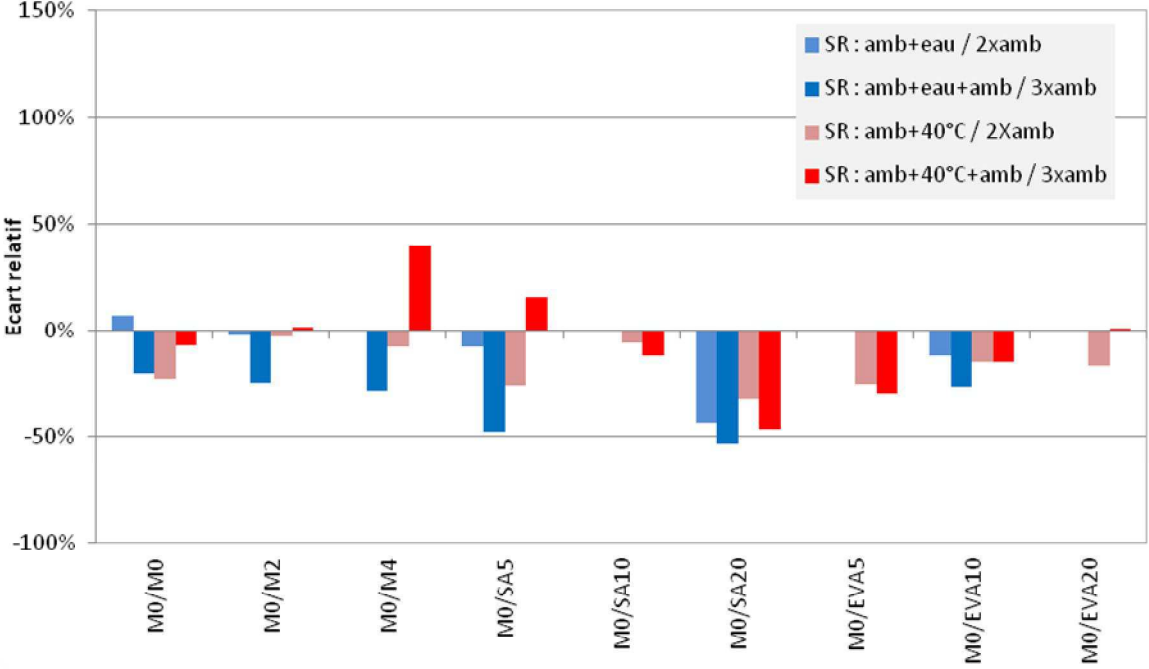


Figure VI-11 : Variation relative de l'adhérence des mortiers coulés sur surface rugueuse ayant été conservés le deuxième mois en environnement chaud ou en immersion dans l'eau par rapport à celle des mortiers ayant été conservés uniquement en milieu ambiant

VI.4 Conclusion

Ce chapitre permet de mettre en évidence l'influence des conditions environnementales dans lesquelles se trouve le système de réparation sur l'adhérence. Les conclusions sont les suivantes :

- L'adhérence des mortiers coulés sur surface plane et sèche est plus élevée lorsqu'ils sont soumis à une température élevée qu'en milieu ambiant contrôlé. De plus, l'adhérence des mortiers diminue lorsqu'ils sont conservés en immersion dans l'eau.
- En faisant varier les conditions de conservation des mortiers, on remarque que ces variations influencent l'adhérence des mortiers de réparation. Ainsi, elle diminue quand le système passe d'un milieu chaud à un milieu ambiant alors qu'elle va augmenter au passage du système d'un milieu saturé en eau au milieu ambiant. Malgré ces deux évolutions contraires, les adhésions les plus élevées restent celles des systèmes ayant été placés en milieu chaud. En comparant ces évolutions à celles d'éprouvettes conservées en environnement ambiant contrôlé, on constate que l'adhérence maximale est obtenue majoritairement avec ce type d'environnement.

L'autre approche de cette étude était de soumettre aux mêmes variations d'environnement que celles citées plus haut des éprouvettes bicomposées de chaque mortier en faisant varier l'état de surface du support (saturé en eau ou rugueux). Les résultats suivants ont été obtenus :

- Sur surface saturée en eau, la conservation en environnement chaud améliore l'adhérence de la majorité des mortiers, même après leur retour en milieu ambiant. C'est le cas des mortiers M2, SA10, SA20 et tous les mortiers contenant de l'EVA. L'adhérence de certaines éprouvettes placées en immersion dans l'eau augmente par rapport à celle mesurée après conservation en environnement ambiant (SA5 et SA20).
- Par contre, sur surface rugueuse, les modifications des conditions environnementales entraînent la diminution de l'adhérence de l'ensemble des mortiers pour les consistances et le mode opératoire utilisés dans ce travail.

Ces modifications de l'adhérence sont la résultante de plusieurs facteurs :

- La première est le mécanisme de formation des films de polymère. Pour que la filmification puisse avoir lieu, il faut d'une part qu'une partie de l'eau se soit évaporé pour que les grains de polymère soient suffisamment proches puissent coalescer. D'autre part, la température doit être suffisamment élevée (au dessus de la TMFF) pour que la filmification ait lieu. Donc sous environnements ambiant et chaud, l'adhérence augmente puisqu'on est au dessus de la TMFF et que l'eau s'évapore. Par contre l'adhérence est faible pour les mortiers placés en immersion dans l'eau, puisque la filmification est retardée par l'eau. De plus, dans ces conditions, les particules de polymères pourraient se ré-émulsifier et réduire encore plus la filmification.
- Le deuxième facteur est le type et la quantité de polymère utilisé dans le mortier. En effet, ces deux paramètres vont influencer l'ouvrabilité du mortier ou encore sa fluidité. Comme cela a été

développé dans le chapitre précédent, les mortiers peu fluides, comme le SA20, ont un mauvais contact avec la surface du support, ce qui provoque la diminution de l'adhérence. On peut voir que l'adhérence du mortier SA20 est améliorée lorsqu'il est coulé sur une surface saturée en eau puisque que l'eau augmente localement la fluidité du mortier à l'interface. Par la suite, l'exposition à 40°C permet d'assurer la formation de films de polymères. Cette variation de fluidité peut expliquer que les mortiers contenant de l'EVA ont une meilleure adhérence que ceux contenant du SA dans tous les cas de figure.

En conclusion, ce chapitre montre que l'influence de l'environnement sur l'adhérence dépend de la nature du polymère utilisé dans le mortier et de sa quantité mais aussi de l'état de surface du support à réparer. Ainsi, sur surface saturée en eau, la température et l'humidité du milieu auront tendance à favoriser l'adhérence du mortier alors que sur surface rugueuse, ces facteurs auront tendance à faire diminuer l'adhérence. Si on note les conditions permettant d'obtenir l'adhérence la plus élevée pour tous les types de mortiers, on remarque qu'elles sont obtenues majoritairement sur surface plane et après conservation dans un environnement ambiant (Tableau VI-10). C'est le cas de pratiquement tous les mortiers modifiés formulés en laboratoire (à l'exception du SA5). Les produits commerciaux atteignent leur adhérence maximale après un passage à 40°C et quand ils sont coulés sur une surface rugueuse. L'adhérence du mortier classique M0 pour sa part est maximale sur surface rugueuse et après un passage en immersion dans l'eau.

Tableau VI-10 : Conditions de conservation et état de surface permettant l'obtention de la meilleure adhérence pour chaque mortier

	M0	M2	M4	SA5	SA10	SA20	EVA5	EVA10	EVA20
Conservation	amb+eau	amb+40°C +amb	amb+40°C +amb	amb+40°C	3xamb	3xamb	2xamb	3xamb	amb+40°C +amb
Etat de surface	rugueux	rugueux	rugueux	plan	plan	plan	plan	plan	plan
Adhérence (MPa)	7,3	7,9	6,3	9,1	8,3	7,3	7,3	9,7	9,8

Dans les chapitres V et VI, nous avons étudié les propriétés d'adhérence des mortiers modifiés sur différents types de surface. Plusieurs aspects ont été pris en compte tels que le type et la quantité de polymère ajouté au le mortier, l'état de la surface du support, ainsi que l'environnement dans lequel les systèmes de réparation ont été conservés. Tous ces paramètres ont des conséquences sur l'adhérence des mortiers. Il est donc nécessaire de tenir compte de chacun d'eux lors de la fabrication et de l'utilisation du mortier. Sur l'ensemble des mortiers étudiés ici, il en ressort que le meilleur compromis des conditions de réparation est un milieu ambiant en effectuant la réparation sur une surface plane et sèche.

Ces chapitres n'abordent pas les éventuelles modifications pouvant avoir lieu au contact du mortier et de l'armature métallique du support. En effet, la corrosion de l'armature est la deuxième cause de défaillance des réparations. Il est donc important d'aborder cet aspect qui conduira aussi à étudier le rôle que jouent ces mortiers sur la durabilité de ces systèmes.

Références bibliographiques

Afridi 1995 : M. U. K. Afridi, Y. Ohama, M. Z. Iqbal, K. Demura, *Water Retention and Adhesion of Powdered and Aqueous Polymer-Modified Mortars*, Cement and Concrete Composites 17, p. 113-118, 1995

Beeldens 2002 : A. Beeldens, Influence of polymer modification on the behaviour of concrete under severe conditions, Thèse de l'Université Catholique de Louvain, 2002

Colville 1999 : J. Colville, A.M. Amde, M. Miltenberger, *Tensile bond strength of polymer modified mortar*, J. Mater. Civ. Eng. 11 p. 1 – 5, 1999

Maranhão 2008 : F.L. Maranhão, V.M. John, *Bond strength and transversal deformation aging on cement-polymer adhesive mortar*, Construction and Building Materials 23, p. 1022–1027, 2009

Jenni 2006 : A. Jenni, R. Zurbriggen, L. Holzer, M. Herwegh, *Changes in microstructures and physical properties of polymer-modified mortars during wet storage*, Cement and Concrete Research 36, p. 79 – 90, 2006

Ohama 1995 : Y. Ohama, *Handbook of polymer-modified concrete and mortars*, Noyes Publications, 1995

Petit 2013 : J.Y. Petit, E. Wirquin, *Evaluation of various cellulose ethers performance in ceramic tile adhesive mortars*, International Journal of Adhesion & Adhesives 40, p. 202–209, 2013

Steward 2000 : P.A. Steward, J. Hearn, M.C. Wilkinson, *An overview of polymer latex film formation and properties*, Advances in Colloid and Interface Science 86, p. 195-267, 2000

VII ETUDE DES PROPRIETES DE DURABILITE DES MORTIERS VIS-A-VIS DU RISQUE DE CORROSION DES ACIERS

Nous avons analysé dans les précédents chapitres l'influence de la composition des mortiers modifiés par des polymères et des conditions de cure sur la qualité de l'adhérence des mortiers sur un support représentant le béton d'ouvrage à réparer. La deuxième manifestation récurrente de l'échec d'une réparation est liée aux mécanismes de corrosion des aciers initiés par la formation de piles électrochimiques entre les zones de métal au sein de la partie non réparée et les zones de métal enrobées par les mortiers de réparation. La Figure VII-1 illustre les différentes situations possibles.

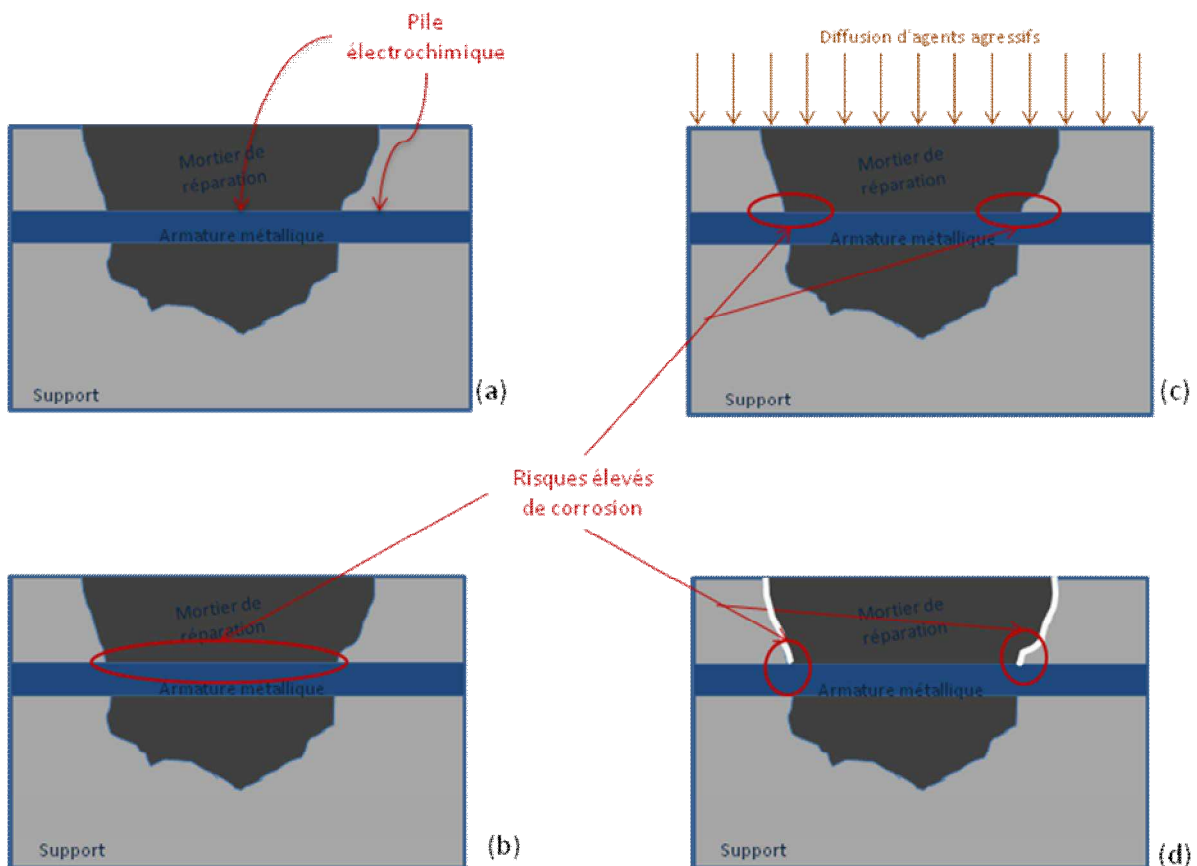


Figure VII-1 : Illustration des risques de corrosion des armatures au niveau d'une réparation de béton armé

D'après [Emmons 1997], plusieurs cas peuvent être rencontrés :

- La corrosion de l'armature peut avoir lieu au contact du mortier de réparation et de l'armature (Figure VII-1(b)). Dans ce cas, la dépassivation des armatures est causée directement par le mortier de réparation dont les propriétés limitent la protection des armatures.
- La dépassivation des armatures peut être aussi due à la présence d'agents agressifs tels que les ions chlorure ou la carbonatation du béton. Ces agents peuvent dans certains cas être déjà présents dans la partie de béton non réparée ou peuvent diffuser de manière différente dans le béton non réparé et le mortier de réparation, ce dernier pouvant limiter la diffusion compte tenu de la présence de polymères (Figure VII-1(c)). Dans cette situation, les zones de l'armature où la corrosion est susceptible de se produire sont dans les parties non réparées proches de la réparation.
- La corrosion des armatures peut aussi être initiée et accélérée avec le décollement de la couche réparatrice qui favorise les échanges avec le milieu extérieur et limite ainsi la protection des armatures (Figure VII-1(d)).

Dans la première partie de ce chapitre, nous nous sommes focalisés sur les conditions électrochimiques des aciers dans les mortiers modifiés par rapport au mortier sans polymère. Toujours en comparant les résultats obtenus par rapport à ceux relatifs au mortier classique, nous avons étudié dans une deuxième partie les propriétés de transfert des mortiers modifiés avec des essais de migration des ions chlorure et des essais de carbonatation. Dans la dernière partie de ce chapitre, nous avons abordé le risque de formation de piles électrochimiques entre des mortiers pollués par des chlorures ou carbonatés et des mortiers de réparation sains.

VII.1 Comportement des armatures au contact des mortiers modifiés

L'objectif de cette étude électrochimique est d'analyser le comportement des aciers au contact des mortiers de réparation modifiés par des polymères. Les essais ont été réalisés sur des mortiers armés (cf. chapitre II). Les différentes techniques utilisées visent notamment à évaluer la qualité de la passivation des aciers. Les essais ont été réalisés deux jours après le gâchage des mortiers puis à trois mois. Compte tenu du déménagement de l'IFSTTAR à Marne la Vallée et du retard pris pour le réaménagement des laboratoires, seuls les mortiers M0, M4 et SA5 ont pu être étudiés à trois mois.

VII.1.1 Potentiel libre

Les mesures des potentiels libres pris par les aciers dans les mortiers après deux jours et trois mois d'hydratation sont regroupées dans le Tableau VII-1.

Les résultats montrent que le risque de corrosion des armatures noyées au sein de tous les mortiers modifiés est très faible puisque leur potentiel libre est généralement au-dessus de -125 mV_{SCE} (cf. Chapitre II). Les aciers au sein du mortier classique M0 présentent des potentiels beaucoup plus faibles sans toutefois apparition de corrosion visible sur les aciers après enlèvement du mortier d'enrobage.

Tableau VII-1 : Potentiel d'équilibre à deux jours après la fabrication des mortiers

	M0	M2	M4	SA5	SA20	EVA5	EVA20
E (mV_{SCE}) à 2 jours	-169	50	-0,127	259	225	44	-196
E (mV_{SCE}) à 3 mois	-365	-	-5	375	-	-	-

D'après ces résultats, il semble qu'il y ait un effet positif dû à la présence des polymères ou des ajouts qui peuvent par exemple créer un film limitant les échanges. Ces premières mesures ne donnent toutefois qu'une indication qu'il est nécessaire de contrôler par d'autres essais électrochimiques avec des données quantifiables.

VII.1.2 Résistance de polarisation

Comme indiqué dans la partie II.5.2.5., la résistance de polarisation correspond à l'inverse de la pente ($p=1/R_p$) de la partie linéaire de la courbe $I=f(E)$ obtenue à proximité du potentiel de corrosion.

De cette pente, on déduit la vitesse de corrosion I_{corr} suivant la formule VII.1

$$I_{corr} (A/cm^2) = \frac{B(V)}{R_p (\Omega/cm^2)} \quad \text{VII.1}$$

Où B est le coefficient de Tafel, de valeur 26 mV pour l'acier au carbone dans un matériau cimentaire sain.

Le Tableau VII-2 présente les résistances à la polarisation et l'intensité de corrosion pour tous les mortiers armés.

Tableau VII-2 : Résistance de polarisation (R_p) et vitesse de corrosion (I_{corr}) à 2 jours

	M0	M2	M4	SA5	SA20	EVA5	EVA20
Pente ($\times 10^{-3}$) ($1/\Omega$)	0,1391	0,0116	0,0107	0,0077	0,0059	0,005	0,0052
R_p (kΩ)	7	86	93	130	169	200	192
I_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	0,640	0,053	0,049	0,035	0,027	0,023	0,024

On remarque que la résistance de polarisation la plus faible, donc l'intensité de corrosion la plus forte, est obtenue avec le mortier classique. Les produits commerciaux ont quant à eux des résistances de polarisation plus élevées que celle du mortier classique mais un peu plus faibles que celles des mortiers modifiés formulés en laboratoire. Les évolutions à 3 mois, non reportées dans ce manuscrit, ne sont pas significatives. L'ensemble des valeurs que nous avons obtenues sont dans un domaine que l'on peut considérer comme exempt de tout phénomène de corrosion avec la formation d'une couche de passivation initiée par l'alcalinité élevée du ciment [Bouteiller 2012].

VII.1.3 Impédance

Les mesures d'impédance que nous avons effectuées sur une gamme de fréquences comprises entre 10 mHz et 100 kHz permettent à la fois d'avoir une quantification de la résistance électrochimique du mortier et une caractérisation de l'interface mortier/acier. La Figure VII-2 montre que deux jours après la mise en contact du mortier et de l'armature, le mortier classique M0 présente la plus faible résistance électrochimique (180 Ω environ). L'ajout de polymères augmente le caractère isolant de ces mortiers. Les films de polymères formés lors de l'hydratation entraînent la création d'une co-matrice ciment/polymère [Moon 2005] et agissent ainsi comme une couche isolante pour l'armature métallique.

Les résistances électrochimiques les plus importantes à cette échéance sont obtenues avec le produit commercial M4 et le mortier SA5 (environ 400 Ω). Les résistances électrochimiques pour des mortiers EVA5, M2 et SA20, se situent entre 200 et 300 Ω .

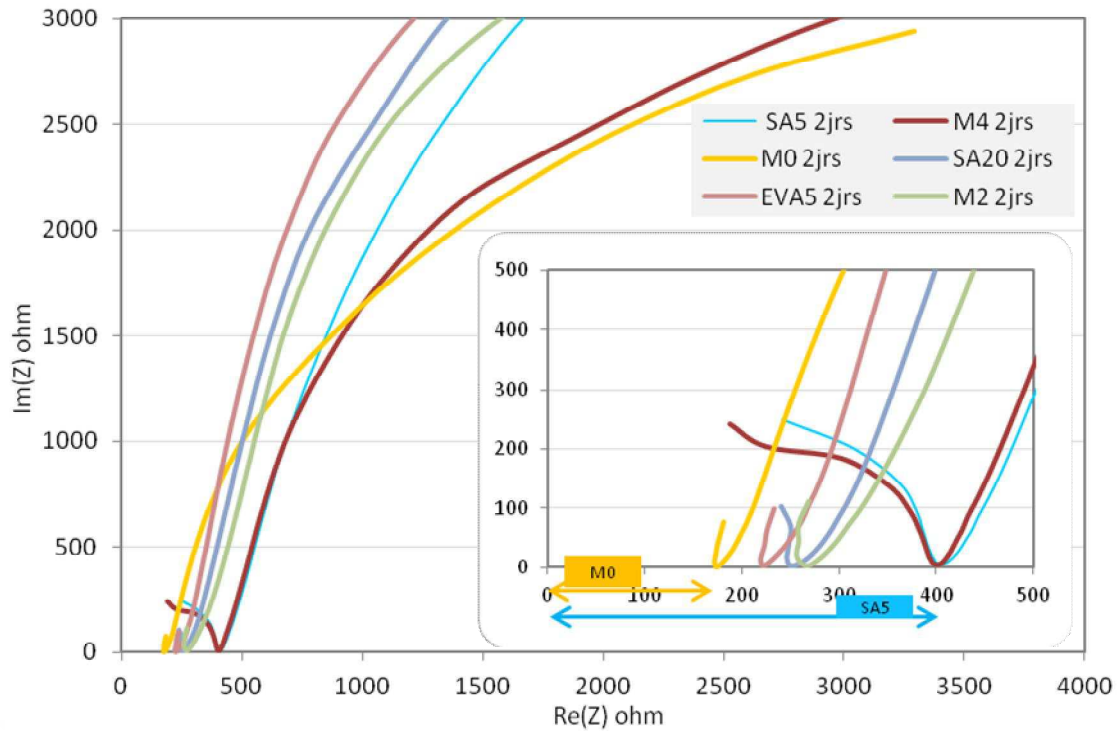


Figure VII-2 : Diagrammes d'impédance pour les mortiers armés après deux jours de fabrication

En ce qui concerne les résistances électrochimiques des mortiers à trois mois, nous pouvons observer leur augmentation sur la Figure VII-3. La résistance électrochimique du mortier M0 double pratiquement entre 2 jours et trois mois et atteint 290 Ω . Celle du mortier modifié SA5 passe de 400 à 900 Ω et celle du produit M4 passe de 400 Ω à plus de 7000 Ω . Ces augmentations sont le résultat de l'hydratation complémentaire du ciment et de la filmification des polymères au sein des mortiers.

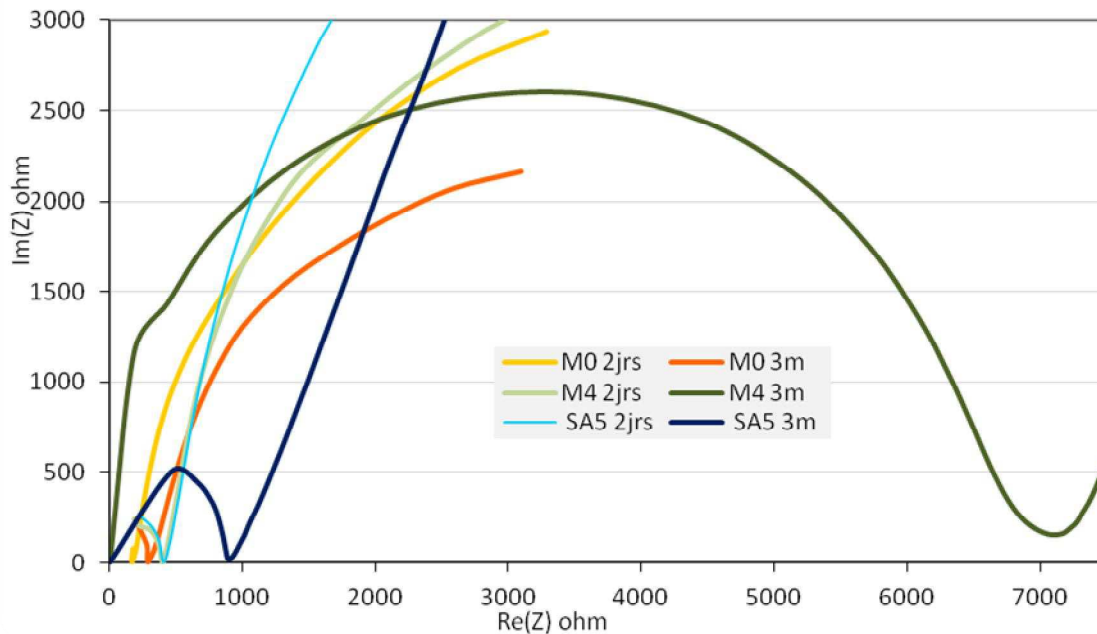


Figure VII-3 : Diagrammes d'impédance pour les mortiers armés M0, M4 et SA5 après trois mois de fabrication

L'exploitation totale des résultats d'impédance pour modéliser sous forme de schémas électriques le comportement des interfaces acier/mortier n'a pas été effectuée dans le cadre de ce travail. Ce type de modélisation est souvent assez difficile, nécessite de faire des hypothèses et au final n'apporte pas toujours d'éléments explicatifs sur le comportement des aciers vis-à-vis de la corrosion.

VII.1.4 Polarisation dynamique

La Figure VII-4 rassemble les mesures obtenues deux jours après la fabrication des éprouvettes de mortier. On note tout d'abord que seuls les aciers dans les mortiers M0 et EVA05 présentent un pic de corrosion avant la passivation respectivement à $-0,75$ et $-0,65$ V_{SCE} . Le domaine de passivation est pratiquement identique pour l'ensemble des éprouvettes, compris entre $-0,3$ V_{SCE} et $+0,5$ V_{SCE} . Les hautes teneurs en polymères dans les mortiers SA20 et EVA20 conduisent à une augmentation du palier de passivation vers des valeurs plus élevées mais ce critère reste aléatoire compte tenu que la valeur de $+0,5$ V_{SCE} correspond à l'oxydation de l'eau et non à un phénomène de corrosion des aciers.

Enfin, nous pouvons observer sur la Figure VII-4 que les courants de passivation sont très faibles pour tous les mortiers (inférieurs à $0,01$ mA) mais que le courant obtenu pour l'acier dans le mortier classique M0 est le plus élevé de l'ensemble, ce qui semble montrer un effet bénéfique de l'ajout de polymères, notamment avec le polymère EVA.

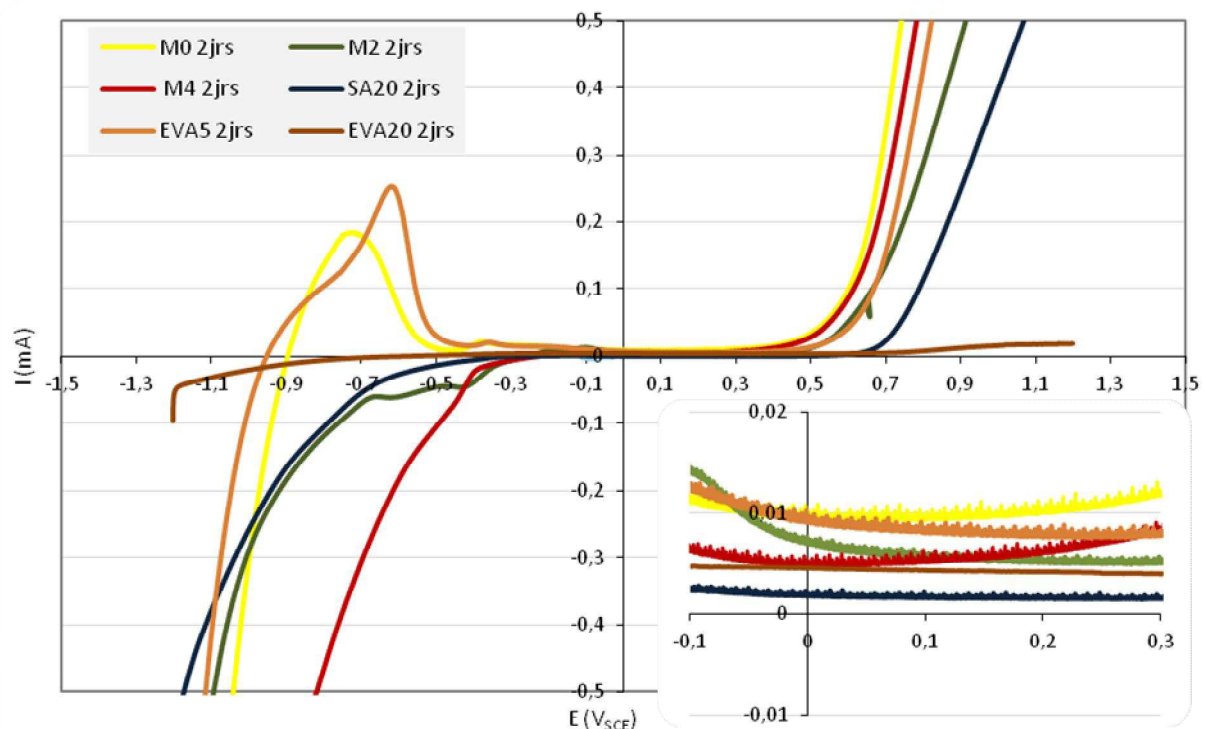


Figure VII-4 : Courbes de polarisation dynamique des aciers dans les mortiers à 2 jours d'hydratation

Les courbes de polarisation révèlent aussi une amélioration de la passivation de l'armature avec le temps. En effet comme le montre la Figure VII-5, après trois mois d'hydratation des mortiers, le courant de passivation est légèrement plus faible que celui obtenu après deux jours de fabrication.

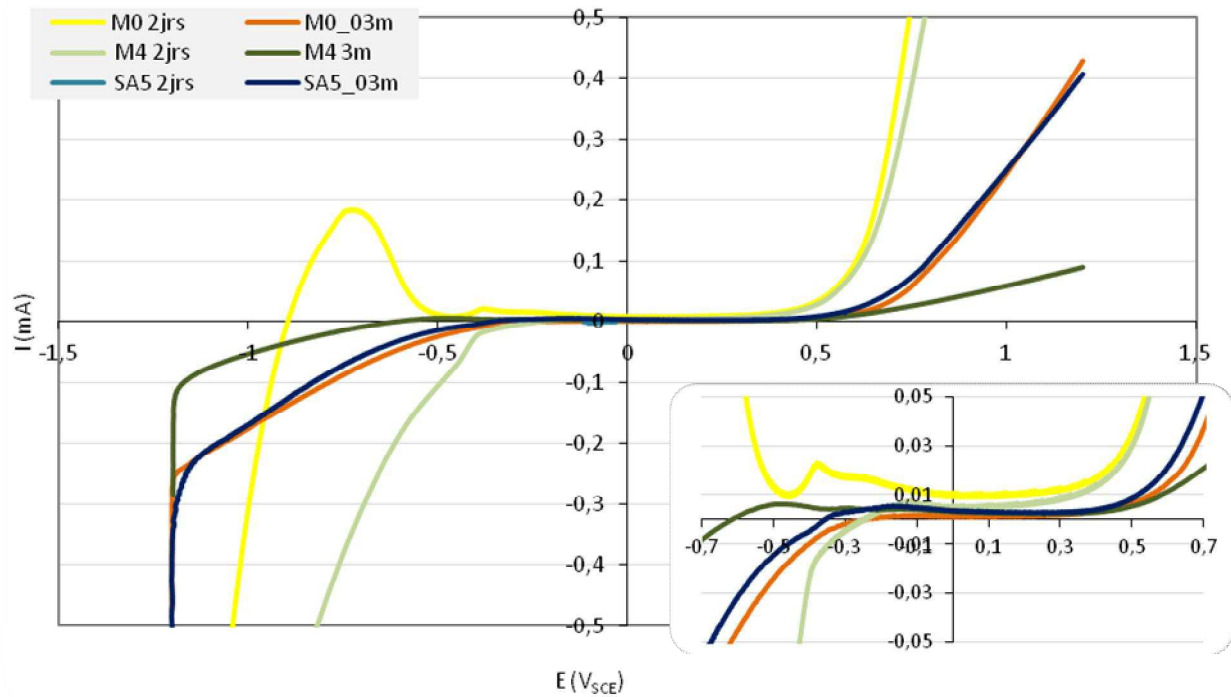


Figure VII-5 : Courbes de polarisation dynamique des aciers dans mortiers M0, M4 et SA5 après 2 jours et trois mois d'hydratation

VII.1.5 Ampérométrie à potentiel constant

La Figure VII-6 présente les courbes d'ampérométrie pour tous les échantillons de mortiers armés.

Les conditions expérimentales utilisées pour ce type d'essai permettent seulement d'obtenir une observation qualitative du courant de passivation. En effet, le signal est faible et très perturbé par le bruit de fond. Après avoir appliqué une augmentation de potentiel qui conduit à une forte intensité de courant par destruction locale de la couche de passivation, les armatures se repassivent rapidement pour l'ensemble des mortiers après environ six minutes. Avec le zoom présenté sur le graphe, on peut constater que le courant de passivation procuré par chacun des mortiers est inférieur à 0,01 mA, ce qui est en accord avec les résultats des courbes de polarisation dynamique.

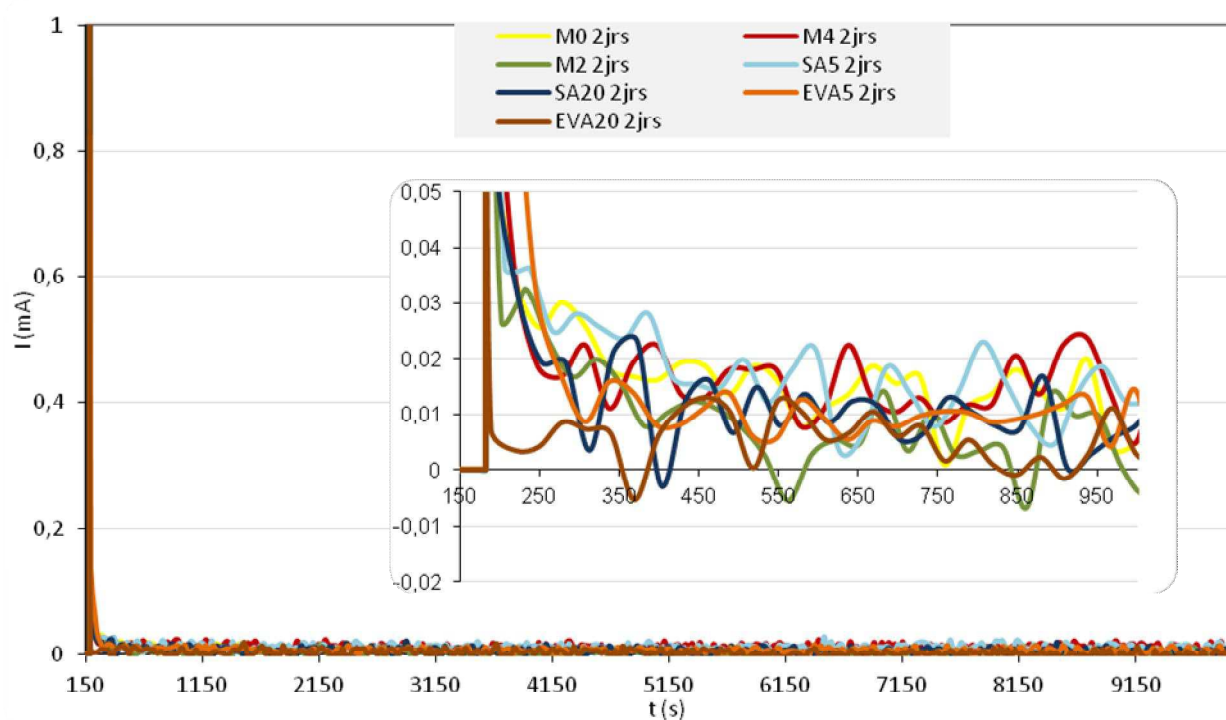


Figure VII-6 : Courbes d'ampérométrie à potentiel constant des aciers dans les mortiers à deux jours

On peut également observer sur la Figure VII-7 une légère démarcation de l'intensité entre les éprouvettes de mortiers âgés de deux jours et celles âgées de trois mois dont les intensités sont plus faibles.

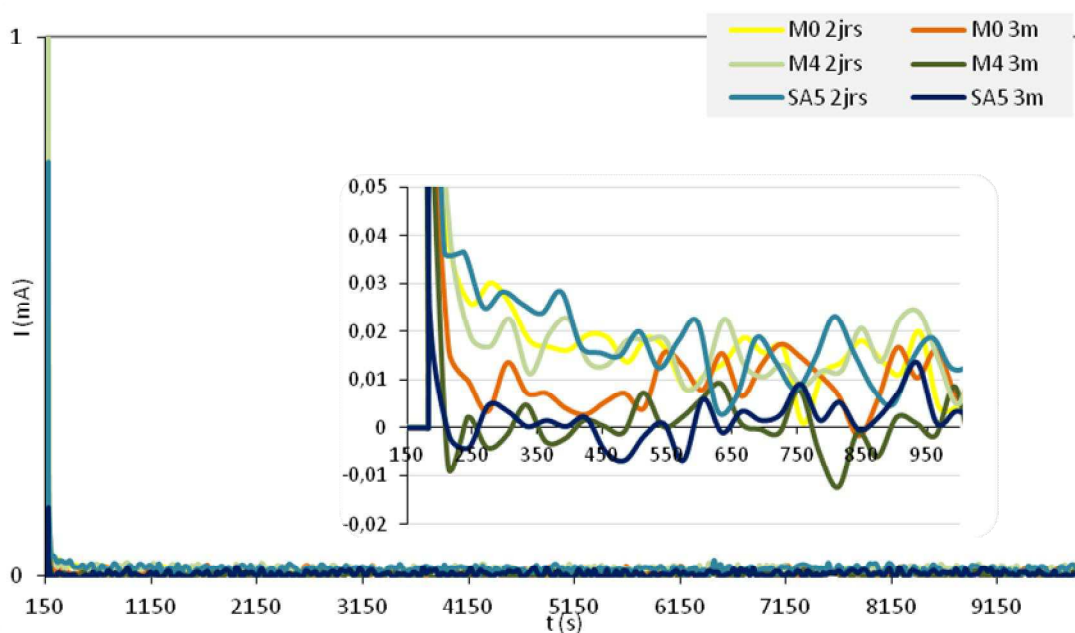


Figure VII-7 : Courbes d'ampérométrie à potentiel constant des aciers dans les mortiers à 3 mois

VII.1.6 Bilan des essais sur le comportement électrochimique des mortiers

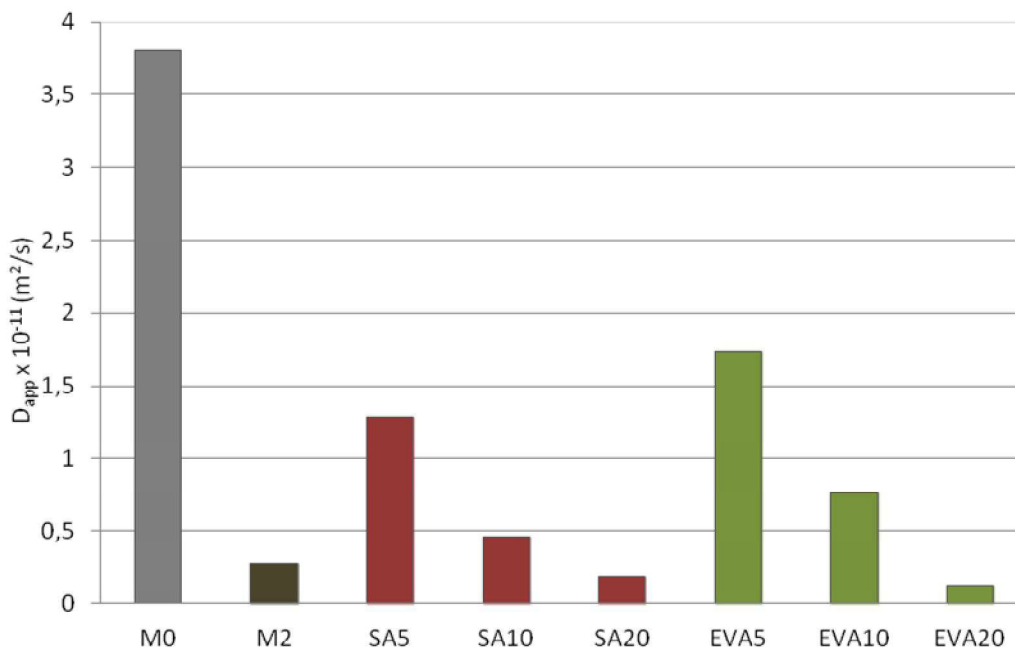
Les résultats des études électrochimiques réalisées à deux jours et trois mois montrent tous, d'une part, que les formulations de mortiers étudiés n'induisent pas de mécanismes de corrosion délétères qui pourraient être générés par la présence d'un constituant et, d'autre part, que l'ajout du polymère dans le mortier a tendance à mieux protéger les armatures. Ceci est dû au caractère isolant des polymères qui, introduits dans le mortier, augmente également celui du mortier. De plus, les films de polymère situés à la surface du mortier en contact avec l'armature enrobent celle-ci et agissent aussi comme une couche de passivation. Il reste toutefois très difficile de tirer des conclusions sur l'effet du type et de la teneur en polymère. Ce qu'il est important de noter, c'est que dans tous les cas étudiés, une rupture provoquée de la couche de passivation conduit à une repassivation très rapide essentiellement due au caractère alcalin de la phase cimentaire et cette repassivation ne semble que très peu perturbée positivement ou négativement par la présence des films de polymère.

VII.2 Etude des phénomènes de diffusion dans les mortiers modifiés

La deuxième étape de cette étude sur la durabilité des mortiers de réparation porte sur les propriétés de transfert de ces matériaux. Comme cela a été précisé dans l'introduction de ce chapitre, la corrosion des armatures métalliques est généralement due à la présence d'agents agressifs dans le milieu cimentaire. L'objectif de cette partie est d'analyser le comportement des différents mortiers soumis à la pénétration des ions chlorure ou du gaz carbonique.

VII.2.1 Diffusion des ions chlorures

La Figure VII-8 regroupe les coefficients de diffusion apparents des mortiers étudiés. Nous pouvons observer que l'ajout des polymères conduit à une diminution importante de ce coefficient qui peut atteindre un facteur 15. La deuxième observation qui peut être faite porte sur la quantité de polymères qui influe positivement sur la baisse du coefficient de diffusion apparent. Enfin à teneur égale en polymères, les ions chlorure diffusent plus lentement dans les mortiers contenant du SA que dans ceux contenant de l'EVA. Le produit commercial M2 quant à lui a un coefficient de diffusion apparent proche de ceux des mortiers formulés en laboratoire avec 20% de polymères.



Echantillon	$D_a \times 10^{-11} (m^2/s)$	Echantillon	$D_a \times 10^{-11} (m^2/s)$	Echantillon	$D_a \times 10^{-11} (m^2/s)$
M0	3,8	SA5	1,286	EVA5	1,734
M2	0,273	SA10	0,458	EVA10	0,769
		SA20	0,185	EVA20	0,126

Figure VII-8 : Coefficients de diffusion apparents des ions chlorure dans les mortiers

Ces résultats sont en accord avec la bibliographie qui montre que l'ajout des polymères agit favorablement en limitant la diffusion des ions chlorure dans les mortiers grâce à la présence des polymère qui agissent comme des barrières [Ohama 1995, Hassan 2001, Yang 2009]. On note que les coefficients de diffusion mesurés par Ohama pour les mortiers contenant 10 et 20% d'EVA sont du même ordre de grandeur que les nôtres. De plus, on peut observer sur la Figure VII-9 que la diffusion des ions chlorure augmente avec la porosité des mortiers.

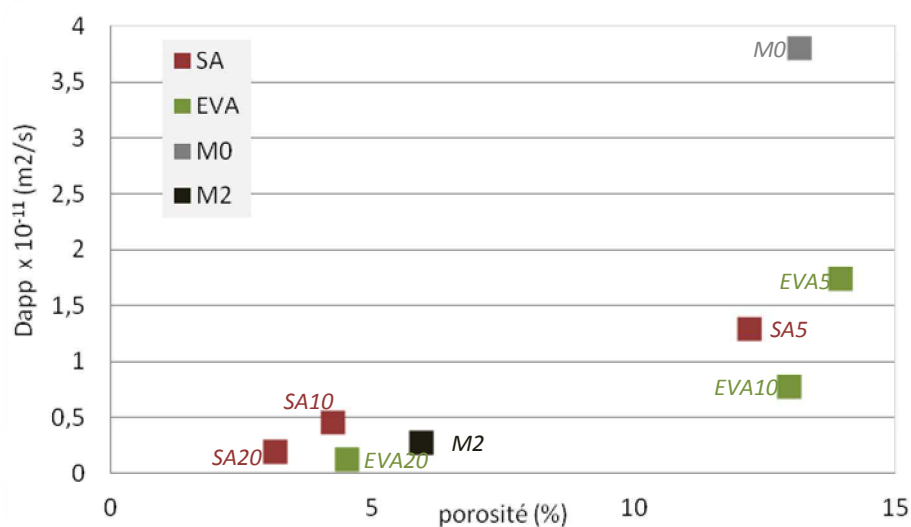


Figure VII-9 : Coefficients de diffusion des ions chlorure dans les mortiers en fonction de leur porosité

En conclusion, dans le cas des ions chlorure, l'ajout des polymères dans les mortiers fait diminuer leur diffusion tout comme la porosité accessible à l'eau. La protection est ainsi renforcée face à ce type d'agent.

VII.2.2 Carbonatation

En ce qui concerne la carbonatation, les mesures ont été effectuées sur les quatre faces latérales après fendage des éprouvettes. Les échantillons sont disposés dans l'enceinte sur le côté exposé à l'air lors de la fabrication des éprouvettes. Systématiquement, la profondeur de carbonatation mesurée sur cette face est supérieure aux autres. Pour cette raison et du fait qu'elle n'ait pas été placée exactement dans le même environnement que les autres faces, les mesures faites sur cette face n'ont pas été prises en compte (Tableau VII-3).

Tableau VII-3 : Mesure de profondeur de carbonatation de chaque mortier sur trois mois

Mortiers	Durée de carbonatation	Faces / Profondeur de carbonatation (mm)		
		Sommet	Gauche	Droite
M0	1 mois	2,0	2,3	2,3
	2 mois	2,0	2,0	2,0
	3 mois	4,3	5,7	5,7
M2	1 mois	1,0	1,0	1,0
	2 mois	2,0	2,0	2,0
	3 mois	2,0	2,0	2,0
M4	1 mois	2,0	2,0	2,0
	2 mois	4,7	4,7	4,7
	3 mois	6,3	6,0	6,0
SA5	1 mois	2,0	2,0	2,0
	2 mois	2,7	3,0	3,0
	3 mois	4,0	4,3	5,0
SA10	1 mois	1,5	2,0	2,0
	2 mois	4,3	4,3	4,3
	3 mois	6,0	6,0	6,0
SA20	1 mois	5,0	8,0	8,0
	2 mois	totale	totale	totale
	3 mois	6,0	7,0	7,0
EVA5	1 mois	1,7	1,7	1,7
	2 mois	3,3	3,3	3,3
	3 mois	3,7	5,0	5,0
EVA10	1 mois	1,7	1,7	1,7
	2 mois	2,0	2,0	2,0
	3 mois	3,7	3,0	3,0
EVA20	1 mois	1,0	1,0	1,0
	2 mois	1,0	1,0	1,0
	3 mois	1,0	2,0	2,0

Pour les mortiers commerciaux (Figure VII-10), le mortier M2 qui possède les performances mécaniques intrinsèques les plus élevées, est celui qui résiste aussi le mieux à la carbonatation. Par contre, la carbonatation du mortier M4 est beaucoup plus rapide et est même plus rapide que celle du mortier classique.

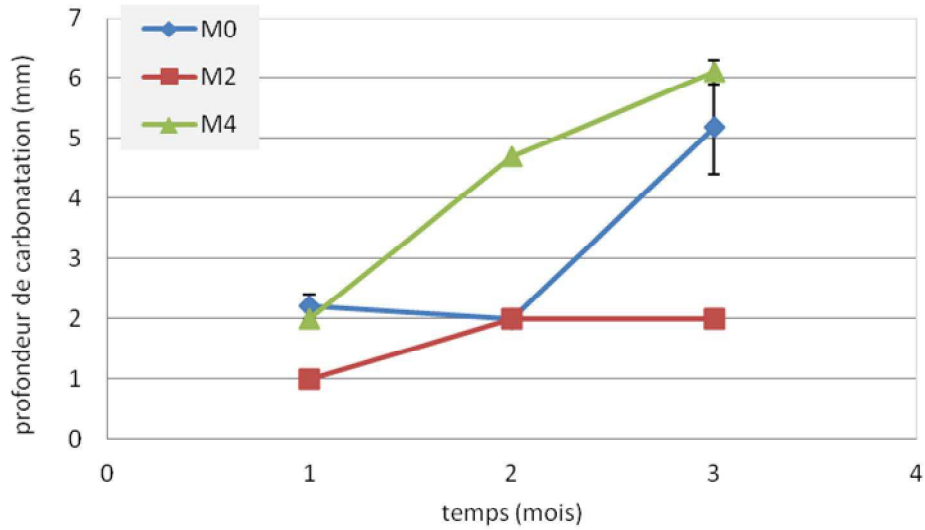


Figure VII-10 : Evolution de la carbonatation dans le mortier classique et les produits commerciaux

Pour les mortiers fabriqués en laboratoire contenant du SA (Figure VII-11), nous constatons que plus la teneur en polymères est importante, plus la carbonatation est rapide. Le mortier SA20 est pratiquement totalement carbonaté au bout d'un mois.

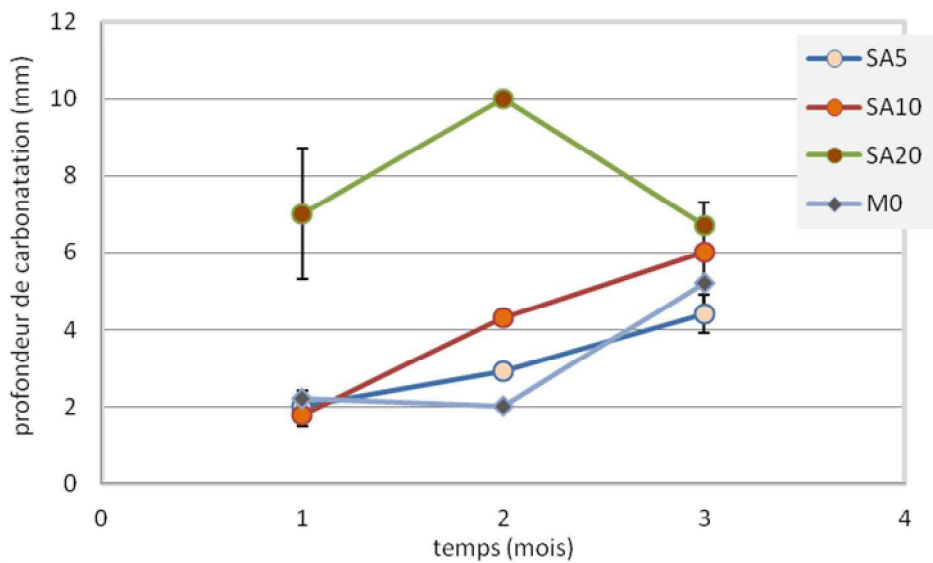


Figure VII-11 : Evolution de la carbonatation dans le mortier classique et les mortiers modifiés avec du SA

Pour les mortiers contenant de l'EVA (Figure VII-12), la profondeur de carbonatation diminue quand le rapport P/C augmente.

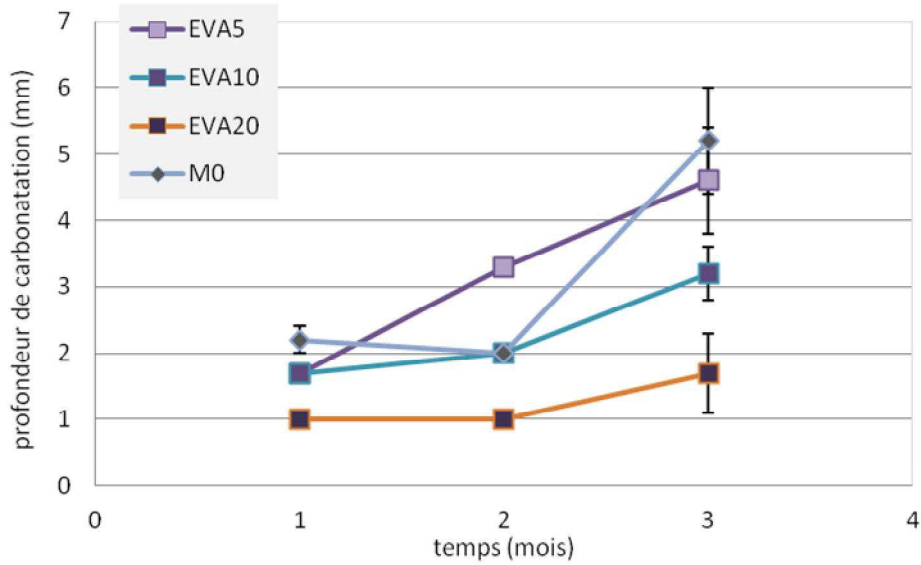


Figure VII-12 : Evolution de la carbonatation dans le mortier classique et les mortiers modifiés avec de l'EVA

De même que pour les mesures de coefficient de diffusion des ions chlorure, les résultats de carbonatation que nous avons obtenus sont en accord avec les études antérieures [Ohama 1995]. Ces études montrent aussi que la profondeur de carbonatation est proportionnelle à la racine carrée du temps d'exposition [Ohama 1995]. C'est véritablement le cas avec nos résultats pour seulement quatre mortiers, M4, SA5, SA10 et EVA5. La poursuite de ces essais sur des temps plus longs permettra de confirmer ces résultats.

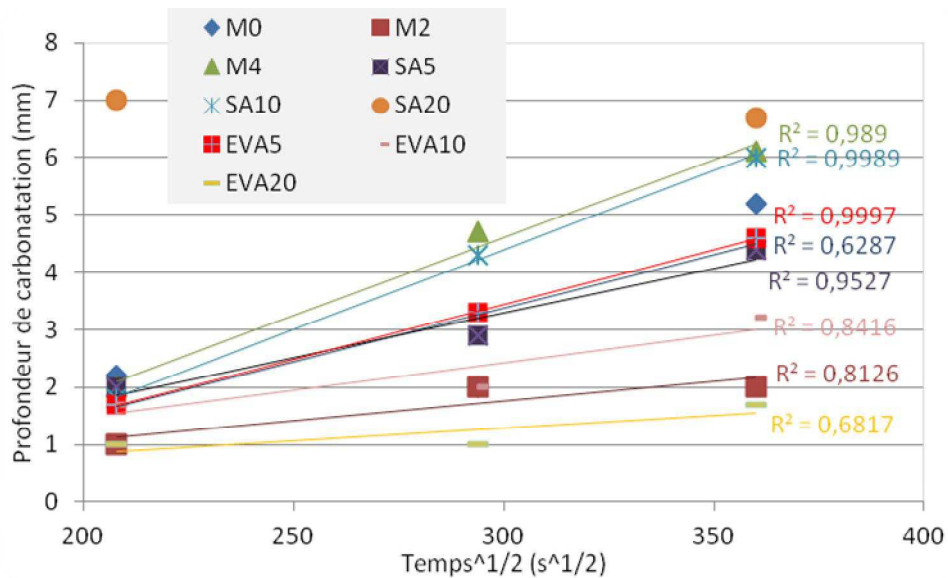


Figure VII-13 : Profondeur de carbonatation des mortiers en fonction de la racine carrée du temps d'exposition au CO₂

VII.2.3 Bilan des essais de diffusion

Nous avons reporté sur la Figure VII-14 les évolutions de la profondeur de carbonatation et du coefficient de diffusion apparent des ions chlorures en fonction des teneurs en polymères SA et EVA. Les conclusions principales sont :

- Pour les mortiers contenant de l'EVA, l'augmentation du taux de polymère P/C qui limite la diffusion des ions chlorure et la carbonatation des mortiers.
- Pour les mortiers contenant du SA, l'augmentation du taux de polymère qui limite également la diffusion des ions chlorure dans les mortiers mais accélère leur carbonatation.

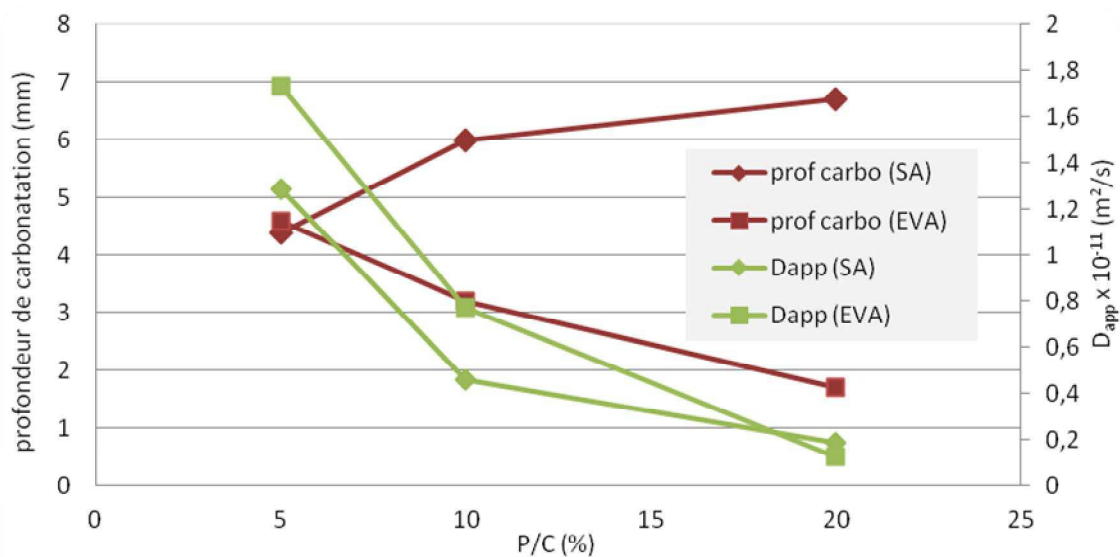


Figure VII-14 : Evolution de la carbonatation et du coefficient de diffusion des ions chlorure en fonction du taux de polymères SA et EVA dans les mortiers modifiés 3 mois après la fabrication des éprouvettes

La diminution de la profondeur de carbonatation observée pour les mortiers modifiés par de l'EVA peut s'expliquer par la quantité de portlandite dans ces matériaux. En effet, plusieurs études ont montré que la quantité de portlandite présente dans les mortiers modifiés diminuait quand le rapport P/C augmente [Betoli 2009, Silva 2002], les ions Ca^{2+} étant piégés par les carboxylates produits par l'hydrolyse du polymère. Or la carbonatation correspond à la réaction entre CO_2 dissous dans l'eau et la portlandite (cf chapitre I). La profondeur de carbonatation dépend donc de la quantité de portlandite présente dans les mortiers.

Aucune recherche antérieure sur les mortiers modifiés n'aboutit à une accélération de la carbonatation due à l'ajout de polymère. Tous les auteurs montrent que la présence des polymères dans la matrice cimentaire entraîne la diminution de la taille des pores dans le mortier, ce qui a pour conséquence de diminuer la diffusion des éléments dans le milieu [Aggarwal 2007 ; Jo 2008 ; Ohama 1998 ; Yang 2009].

Nepomuceno [Nepomuceno 2006] a réalisé des suivis d'évolution de l'intensité du courant de corrosion et de la résistivité de mortiers stockés en enceinte de carbonatation ou dans une solution saline pendant 300 jours. Cette étude a été réalisée sur des mortiers modifiés soit par un polymère acrylique et des fibres synthétiques ou de la silice fumée, soit par du styrène-butadiène (SBR). Elle

montre que selon la formulation du mortier, les performances sont différentes d'un environnement à l'autre. Par exemple, les mortiers contenant du SBR ont des performances très faibles par rapport au mortier non-modifié dans les deux conditions étudiées. Cela peut être attribué à la faible maniabilité de ce mortier ou à sa dégradation en conditions humides.

VII.3 Couplages entre le mortier de réparation et un support contaminé

Comme nous l'avons vu dans ce chapitre, le mortier de réparation et le support sur lequel il est appliqué peuvent avoir des coefficients de diffusion plus ou moins élevés les uns par rapport aux autres. Ces différences peuvent être à l'origine de la reprise de la corrosion dans le système réparé. Cette partie est consacrée à l'étude des risques de corrosion dans une situation dans laquelle le mortier de réparation est mis en contact avec un support contaminé. Pour simuler cette situation dans un montage électrique, le mortier de réparation a été relié à une éprouvette carbonatée ou chlorurée. Le circuit est schématisé sur la Figure VII-15.

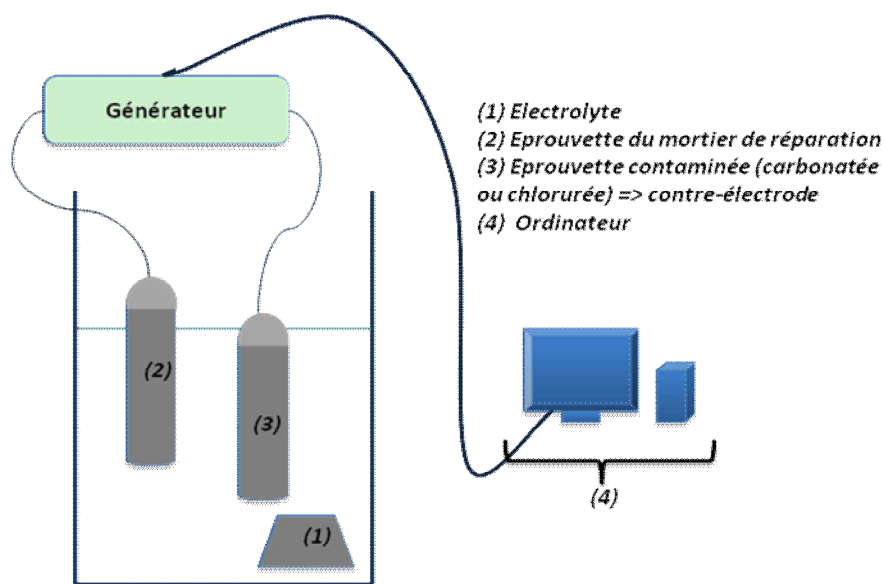


Figure VII-15 : Montage électrique simulant une réparation sur une surface contaminée

L'étude de l'activité électrochimique s'est faite par le suivi de l'intensité du courant dans le circuit. Ces essais ont été réalisés sur trois mortiers, le M0, le SA5 et l'EVA5.

VII.3.1 Couplage avec une éprouvette chlorurée

L'analyse du courant mesuré sur les circuits simulant la réparation sur un mortier saturé en ions chlorure ne montre pas d'activité électrochimique. Le courant reste nul tout au long des mesures (Figure VII-16). Les variations de courant enregistrées sont négligeables puisqu'elles sont de loin inférieures à 0,05 mA.

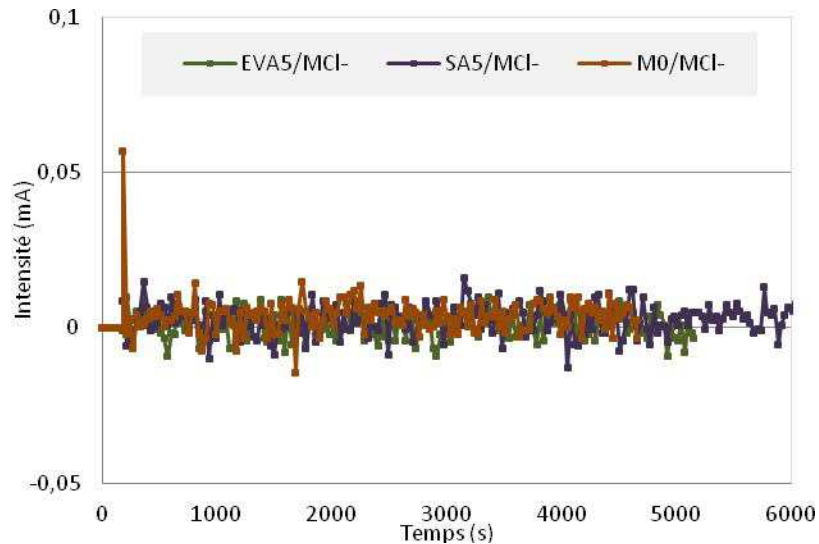


Figure VII-16 : Mesures d'intensité dans les circuits simulant la réparation sur un mortier saturé en ions chlorure

Il est très probable que la durée de l'essai n'ait été pas été assez longue pour avoir des résultats plus significatifs.

VII.3.2 Couplage avec une éprouvette carbonatée

Concernant les circuits simulant les réparations de supports carbonatés (Figure VII-17), on remarque une activité dans les circuits contenant le mortier classique et le SA5. Dans le cas du mortier classique, il s'établit un courant constant d'environ 50 μ A alors que dans le mortier SA5, on enregistre plutôt des pics d'intensité de façon irrégulière. Ces intensités peuvent monter jusqu'à 0,55 mA. Le courant dans le circuit avec le mortier EVA5 reste constant avec une intensité nulle.

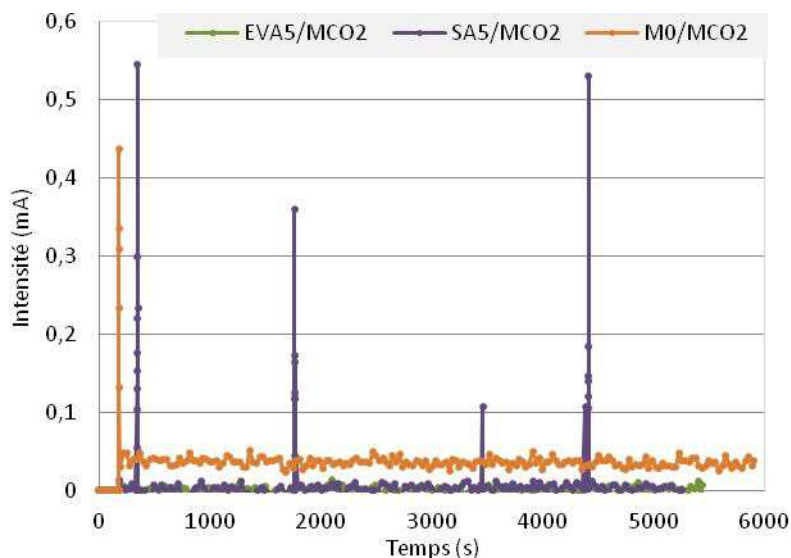


Figure VII-17 : Mesures d'intensité dans les circuits simulant la réparation sur un mortier carbonaté

De même que pour l'essai avec l'éprouvette chlorurée, aucune conclusion ne peut être tirée à ce stade puisque la durée de la mesure n'est pas significative.

VII.4 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était essentiellement d'avoir une première approche de la durabilité des mortiers modifiés et des risques de corrosion dans le système de réparation. Cette étude s'est faite en trois phases, la première étant l'observation du comportement des armatures mises en contact avec des mortiers de réparation, la deuxième étant le comportement des mortiers dans un environnement riche en ions chlorure ou en CO_2 et dans la dernière phase nous avons simulé une réparation ayant lieu sur une surface contaminée (carbonatée ou chlorurée) avec un montage électrochimique. Les principales conclusions de chapitre sont les suivantes :

- L'ajout des polymères dans les mortiers renforce la protection des armatures métalliques. En effet, les polymères qui possèdent de bonnes propriétés d'isolant électrique améliorent cette passivation en formant un film isolant autour des armatures. Ces résultats sont visibles dès le deuxième jour après la fabrication des éprouvettes et on peut déjà observer que les mortiers contenant du SA ont une meilleure résistivité que les mortiers contenant de l'EVA. Inversement, les mortiers contenant de l'EVA permettent une meilleure passivation de l'armature que celle des mortiers contenant du SA. Ce renforcement s'intensifie avec le temps puisque la prise du ciment et la filmification du polymère continuent.
- Concernant le comportement des mortiers en environnement agressif, on constate que l'ajout de l'EVA freine la diffusion des ions chlorure et la carbonatation alors que lorsqu'on ajoute du SA, la diffusion des chlorures est freinée mais la carbonatation accélérée. Certains chercheurs pensent que la faible ouvrabilité du mortier serait à l'origine de la carbonatation accélérée mais ceci n'explique pas pourquoi la diffusion des ions chlorure est alors réduite [Nepomuceno 2006]. La diminution du coefficient de diffusion des chlorures avec l'addition de polymère peut être dû à la réaction entre les ions calcium et les polymères hydrolysés qui limitent la carbonatation en empêchant la formation de portlandite.
- Par ailleurs, des montages électriques ont été réalisés pour simuler une réparation sur une surface contaminée par des chlorures ou du CO_2 . On ne peut pas tirer de conclusion avec les résultats obtenus car les mesures ont été réalisées pendant une heure environ seulement. Il aurait fallu prolonger la mesure de quelques jours, voire quelques semaines.

En conclusion, la durabilité des mortiers est améliorée avec l'ajout de polymères. Mais ces résultats ne permettent pas de conclure sur la cause de la réapparition de la corrosion des armatures des systèmes réparés. Néanmoins ils montrent bien que les polymères ont un effet positif dans la protection de l'armature métallique.

Références bibliographiques

- Aggarwal 2005** : L. K. Aggarwal, P.C. Thapliyal, S.R. Karade, *Properties of polymer-modified mortars using epoxy and acrylic emulsions*, Construction and building 21, p. 379-383, 2007
- Betioli 2009** : A. M. Betioli, J. H. Filho, M. A. Cincotto, P. J. P. Gleize, R. G. Pileggi, *chemical interaction between EVA and Portland cement hydration at early-age*, Construction and buildings materials 23, p. 3332-3336, 2009
- Bouteiller 2012** : V. Bouteiller, T. Chaussadent, L. Gaillet, *Les problématiques de corrosion pour les ouvrages en béton armé et en béton précontraint*, Journée CEFRACOR N°15, La Rochelle, 2012
- Emmons 1997** : H. Emmons, A. M. Vaysburd, *Corrosion protection in concrete repair : myth and reality*, concrete International 19, p. 47-56, 1997
- Hassan 2001** : K. E. Hassan, J.J. Brooks, L. Al-Alawi, *Compatibility with concrete in hot-dry environment*, Cement & Concrete Composites 23, p. 93–101, 2001
- Jo 2008** : Y.K. Jo, *Basic properties of epoxy cement mortars without hardener after outdoor exposure*, Construction and Building Materials 22, p.911–920, 2008
- Moon 2005** : H. Y. Moon, D. G. Shin, D. S. Choi, *Evaluation of the durability of mortar and concrete applied with inorganic coating material and surface treatment system*, Construction and Building Materials 21, p. 362–369, 2007
- Nepomuceno 2006** : A. A. Nepomuceno, C. Andrade, *Steel protection capacity of polymeric based cement mortars against chloride and carbonation attacks studied using electrochemical polarization resistance*, Cement & Concrete Composites 28, p. 716–721, 2006
- Ohama 1998** : Y. Ohama, *Polymer-based Admixtures*, Cement and Concrete Composites 20, p. 198-212, 1998
- Yang 2009** : Z. Yang, X. Shi, *Effect of styrene-butadiene rubber latex on the chloride permeability and microstructure of Portland mortar*, Construction and building materials 23 p. 2283-2290, 2009

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'objectif de notre étude était d'étudier la durabilité des réparations des ouvrages en béton armé réalisées avec des mortiers modifiés par des polymères. De nombreuses défaillances de ce type de réparation ont en effet été constatées, quelquefois à très court terme, et cela même avec des mortiers de réparation ayant des performances intrinsèques élevées. Pour mener à bien cette étude, des mortiers modifiés de formulation connue et contrôlée ont été préparés en laboratoire à partir de l'analyse de la composition de plusieurs produits de réparation commerciaux à notre disposition. Les propriétés intrinsèques à l'état frais et durci de ces deux types de matériaux ont été analysées, en s'intéressant notamment à l'influence de la nature et de la teneur en polymères et à l'influence de la cure appliquée sur ces matériaux. Un essai a également été développé pour mesurer l'adhérence des mortiers sur un support représentant le béton à réparer. L'influence de la présence de polymère et de l'état de surface du support sur l'adhérence a été analysée, ainsi que l'évolution de l'adhérence pendant la conservation des éprouvettes dans des environnements différents. Enfin, le risque de corrosion des armatures enrobées de mortiers modifiés a été étudié en caractérisant les propriétés électrochimiques des aciers ainsi que les propriétés de transfert d'espèces agressives dans les mortiers.

L'analyse de la composition des produits commerciaux a montré que leurs formulations étaient très proches, avec un rapport polymère/ciment de l'ordre de 3 à 6% et un ratio sable/ciment compris entre 1,5 et 3. En revanche, la consistance et le temps de prise de ces matériaux sont très variables, ainsi que leurs propriétés à l'état durci. Celles-ci dépendent du type de cure appliqué et deux tendances ont pu être observées : pour les mortiers contenant la quantité de polymère la plus faible, une cure en immersion dans l'eau permet d'obtenir les résistances mécaniques les plus élevées et la porosité la plus faible. Dans le cas de mortiers modifiés par une quantité plus élevée de polymère, c'est la cure à 40°C qui permet d'optimiser ces propriétés à 28 et 90 jours.

La composition des mortiers commerciaux étant très complexe, des mortiers modifiés par des polymères ont également été préparés en laboratoire. Ces mortiers contiennent deux types de polymères (styrène acrylate SA et éthylène vinyle acétate EVA) avec des rapports polymère/ciment variant de 5 à 20%. Le rapport E/C a été fixé pour chaque formulation pour correspondre à l'affaissement moyen mesuré sur les produits commerciaux. Ce rapport diminue quand le taux de polymère augmente, et cette diminution est plus marquée pour les mortiers contenant du SA. L'augmentation de la quantité de polymère entraîne l'accroissement des propriétés mécaniques des mortiers. Cet effet est surtout visible en flexion car les polymères viennent renforcer l'interface granulats-liant. La cure des mortiers à 40°C permet d'améliorer leurs performances mécaniques et de diminuer leur porosité car dans ces conditions, la formation de films de polymère entremêlés aux hydrates de ciment est favorisée. En revanche, une cure en immersion dans l'eau limite la formation de ces films car l'humidité dans le mortier est trop élevée. Les propriétés mécaniques mesurées après ce type de cure sont donc plus faibles. Dans tous les cas, les propriétés mécaniques des mortiers sont plus élevées lorsqu'ils sont modifiés par du SA par rapport à l'EVA. Cela peut être dû à

la quantité d'eau plus faible nécessaire pour ces mortiers ou à des interactions différentes entre le polymère, le sable et les granulats.

Un essai de flexion trois points sur des éprouvettes bicomposées a été mis au point et validé. Cet essai a permis d'étudier l'influence de la présence de polymère dans les mortiers de réparation et de l'état de surface du support à réparer sur l'adhérence et le type de rupture observé. Ces essais ont permis de montrer que l'addition de polymère permettait d'augmenter l'adhérence des mortiers par rapport aux mortiers non-modifiés. Après trois mois de durcissement, l'adhérence maximale est obtenue à partir de 10% de polymère quelle que soit leur nature. Cependant, l'adhérence des mortiers contenant de l'EVA est légèrement supérieure à celle des mortiers modifiés par du SA. Cela peut être attribué à une consistance plus fluide des mortiers contenant de l'EVA, qui contiennent plus d'eau et peuvent s'étaler plus facilement sur le support, en améliorant la qualité du contact entre les deux matériaux. L'augmentation de la rugosité et la saturation en eau du support n'ont pas entraîné d'augmentation de l'adhérence par rapport aux surfaces sèches et planes. Dans le premier cas, la faible ouvrabilité des mortiers peut limiter leur bon étalement sur le support et ils ne peuvent que difficilement pénétrer dans les aspérités de la surface. Dans le cas des surfaces saturées en eau, l'excès d'eau dans le support peut entraîner la formation d'une mince couche d'eau à l'interface entre les deux matériaux. Cela provoque une augmentation du rapport E/C dans cette zone et crée une interphase de forte porosité qui limite l'adhérence du mortier. L'influence de l'environnement dans lequel ces éprouvettes sont conservées a ensuite été étudiée. Comme pour les propriétés intrinsèques des mortiers modifiés, une cure à 40°C permet d'améliorer les performances mécaniques alors qu'une immersion dans l'eau les fait chuter.

Enfin, pour estimer la durabilité des réparations réalisées avec des mortiers modifiés, le comportement électrochimique des armatures enrobées par ces matériaux a été étudié pour évaluer le risque de corrosion dans les zones voisines de la partie du béton réparé. L'addition de polymères renforce la protection des armatures grâce à leurs propriétés isolantes. Les mortiers contenant du SA ont une meilleure résistivité alors que ceux contenant de l'EVA améliorent la passivation de l'acier. Ce renforcement s'intensifie avec le temps avec la poursuite de la filmification des polymères. Dans un deuxième temps, les propriétés de transfert des mortiers ont été analysées. La pénétration des chlorures diminue quand la quantité de polymère augmente. Cela peut être attribué à la diminution de la porosité des matériaux et à la quantité de films polymères qui augmente. En revanche, seule l'addition d'EVA permet de ralentir la carbonatation des mortiers. Des essais électrochimiques permettant de coupler une armature enrobée par un matériau de réparation sain et une armature noyée dans du mortier carbonaté ou contenant des chlorures n'ont pas permis de mettre en évidence la reprise de la corrosion pendant la durée relativement courte des essais que nous avons réalisés.

Ce travail a donc permis de confirmer l'effet positif de la présence de polymères dans les mortiers de réparation : ils améliorent les propriétés mécaniques de ces matériaux, réduisent leur porosité et le transfert d'espèces agressives vers les armatures et améliorent l'adhésion des produits de réparation sur le support à réparer. Il a également été mis en évidence que des conditions de cure sèche, voire à température élevée, de l'ordre de 40°C, permettent d'augmenter encore plus ces propriétés. Ces résultats sont intéressants, car les contraintes rencontrées sur un chantier ne permettent pas toujours de réaliser une cure humide pendant tout le durcissement comme cela est nécessaire pour les mortiers non modifiés. Enfin, les polymères améliorent également la résistance à

la corrosion des armatures, en améliorant la résistivité du mortier ou en renforçant la couche de passivation.

Afin de confirmer et d'approfondir les résultats de ce travail, il serait intéressant de poursuivre cette étude en se focalisant sur trois thématiques :

- **Les propriétés des mortiers modifiés à l'état frais** : l'étude des propriétés rhéologiques des mortiers modifiés à l'état frais devrait permettre de mieux comprendre les différences d'étalement du mortier observées sur le support à réparer. L'influence du type et de la quantité de polymère sur la viscosité des mélanges est notamment un critère important à approfondir.
- **La caractérisation de l'adhérence des mortiers sur un support à réparer** : Pour cela, plusieurs paramètres peuvent être étudiés. Dans un premier temps, la rugosité de surface du support peut être modifiée de différentes manières pour étudier plus finement son influence sur les résultats obtenus. L'effet de l'hygrométrie du support pourra aussi être approfondi en appliquant les mortiers sur des supports humides mais non saturés. De plus, les essais doivent être réalisés sur de plus longues périodes, avec des conditions de conservation constantes ou cycliques. Enfin, il serait intéressant de comparer certains résultats obtenus avec l'essai de caractérisation par flexion trois points avec ceux résultant de l'essai par traction directe pour pouvoir comparer les niveaux d'adhérences mesurés avec ceux de la norme.
- **L'évaluation du risque de corrosion après la réparation du béton** : Des essais électrochimiques permettant de simuler ce risque peuvent être réalisés en couplant deux armatures enrobées par un produit de réparation sain pour la première, et par un mortier carbonaté ou contenant des chlorures pour la seconde. Ils devront être suivis sur de longues périodes afin de pouvoir détecter l'amorce de la corrosion et éventuellement son accélération par la création de piles électrochimiques.

Il serait également nécessaire, en complément de ces propositions de recherche, d'avoir des informations plus complètes sur les défaillances rencontrées sur ouvrage et sur des réparations réussies afin d'analyser l'influence de chaque paramètre de formulation (type de polymère, teneur en polymère, nature du ciment, ...) et les conditions d'application et de cure.

ANNEXES

Annexe 1 : Analyse ICP des produits commerciaux

- Analyse ICP du produit M1

Référence		Méthode	%
Silice soluble	SiO ₂	ICP-AES	8,80
Oxyde d'aluminium	Al ₂ O ₃	ICP-AES	1,58
Oxyde de titane	TiO ₂	ICP-AES	0,08
Oxyde ferrique	Fe ₂ O ₃	ICP-AES	0,56
Oxyde de calcium	CaO	ICP-AES	23,88
Oxyde de magnésium	MgO	ICP-AES	0,27
Oxyde de sodium	Na ₂ O	ICP-AES	0,10
Oxyde de potassium	K ₂ O	ICP-AES	0,24
Anhydride sulfurique	SO ₃	ICP-AES	0,94
Chlorures	Cl	Potentiométrie	0,00
Soufre des sulfures	S	LCPC n°M8/ TEST	0,00
Résidu insoluble	RI	LCPC n°M1	60,31
Perte au feu à 975°C	PAF	LCPC n°M6	2,48
Perte au feu à 1140°C-Air	PAF	ATG/ATD	(2,27)
Oxyde de manganèse	MnO	ICP-AES	0,02
Total des éléments dosés			99,26
Chaux libre	CaO L	Glycol-acidimétrie	

- **Analyse ICP du produit M2**

Référence		Méthode	%
Silice soluble	SiO ₂	ICP-AES	5,95
Oxyde d'aluminium	Al ₂ O ₃	ICP-AES	1,02
Oxyde de titane	TiO ₂	ICP-AES	0,05
Oxyde ferrique	Fe ₂ O ₃	ICP-AES	0,35
Oxyde de calcium	CaO	ICP-AES	17,59
Oxyde de magnésium	MgO	ICP-AES	0,17
Oxyde de sodium	Na ₂ O	ICP-AES	0,07
Oxyde de potassium	K ₂ O	ICP-AES	0,16
Anhydride sulfurique	SO ₃	ICP-AES	0,74
Chlorures	Cl	Potentiométrie	0,00
Soufre des sulfures	S	LCPC n°M8/ TEST	0,00
Résidu insoluble	RI	LCPC n°M1	70,75
Perte au feu à 975°C	PAF	LCPC n°M6	(2,22)
Perte au feu à 1140°C-Air	PAF	ATG/ATD	
Oxyde de manganèse	MnO	ICP-AES	0,01
Total des éléments dosés			99,10
Chaux libre	CaO L	Glycol-acidimétrie	

- **Analyse ICP du produit M3**

Référence		Méthode	%
Silice soluble	SiO ₂	ICP-AES	7,44
Oxyde d'aluminium	Al ₂ O ₃	ICP-AES	1,22
Oxyde de titane	TiO ₂	ICP-AES	0,06
Oxyde ferrique	Fe ₂ O ₃	ICP-AES	0,45
Oxyde de calcium	CaO	ICP-AES	22,21
Oxyde de magnésium	MgO	ICP-AES	0,22
Oxyde de sodium	Na ₂ O	ICP-AES	0,08
Oxyde de potassium	K ₂ O	ICP-AES	0,24
Anhydride sulfurique	SO ₃	ICP-AES	0,89
Chlorures	Cl	Potentiométrie	0,00
Soufre des sulfures	S	LCPC n°M8/ TEST	0,00
Résidu insoluble	RI	LCPC n°M1	64,19
Perte au feu à 975°C	PAF	LCPC n°M6	2,61
Perte au feu à 1140°C-Air	PAF	ATG/ATD	(2,43)
Oxyde de manganèse	MnO	ICP-AES	0,02
Total des éléments dosés			99,63
Chaux libre	CaO L	Glycol-acidimétrie	

- **Analyse ICP du produit M4**

Référence		Méthode	%
Silice soluble	SiO ₂	ICP-AES	7,26
Oxyde d'aluminium	Al ₂ O ₃	ICP-AES	2,30
Oxyde de titane	TiO ₂	ICP-AES	0,09
Oxyde ferrique	Fe ₂ O ₃	ICP-AES	0,38
Oxyde de calcium	CaO	ICP-AES	22,53
Oxyde de magnésium	MgO	ICP-AES	0,26
Oxyde de sodium	Na ₂ O	ICP-AES	0,26
Oxyde de potassium	K ₂ O	ICP-AES	0,04
Anhydride sulfurique	SO ₃	ICP-AES	0,76
Chlorures	Cl	Potentiométrie	0,00
Soufre des sulfures	S	LCPC n°M8/ TEST	0,00
Résidu insoluble	RI	LCPC n°M1	61,65
Perte au feu à 975°C	PAF	LCPC n°M6	(4,02)
Perte au feu à 1140°C-Air	PAF	ATG/ATD	4,06
Oxyde de manganèse	MnO	ICP-AES	0,01
Total des éléments dosés			99,90
Chaux libre	CaO L	Glycol-acidimétrie	

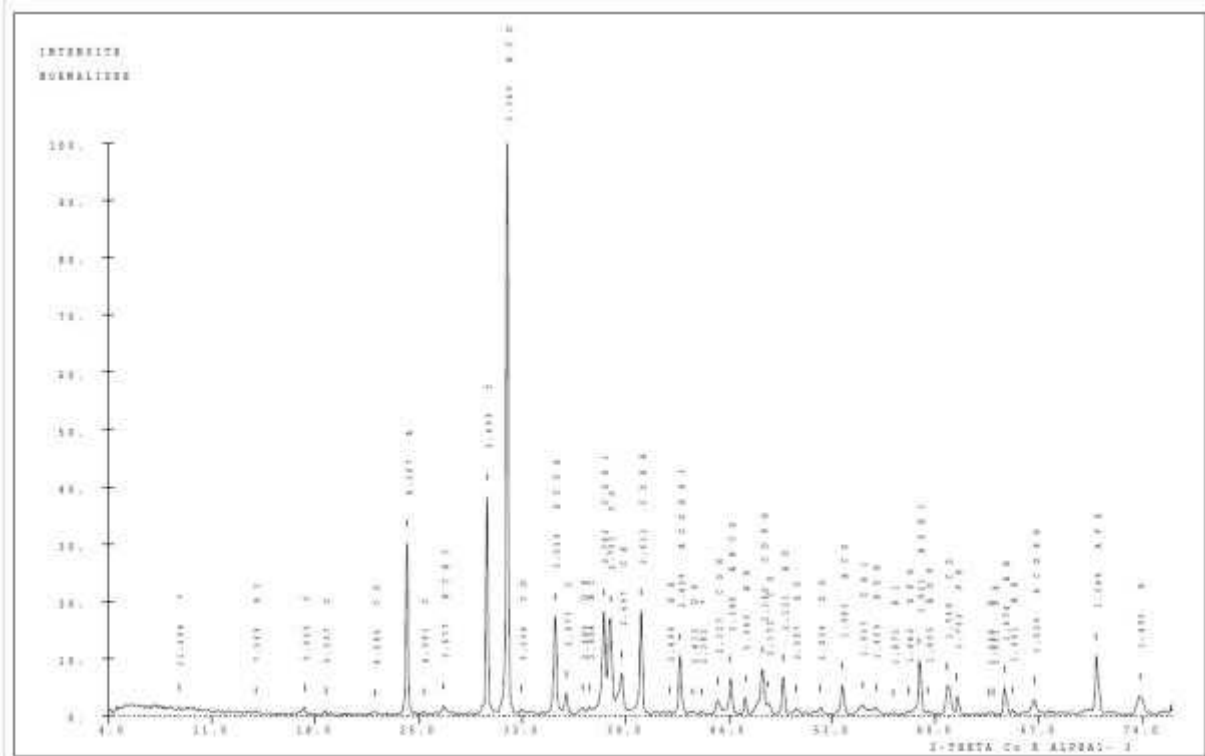
- **Analyse ICP du produit M5**

Référence		Méthode	%
Silice soluble	SiO ₂	ICP-AES	6,69
Oxyde d'aluminium	Al ₂ O ₃	ICP-AES	2,48
Oxyde de titane	TiO ₂	ICP-AES	0,07
Oxyde ferrique	Fe ₂ O ₃	ICP-AES	0,15
Oxyde de calcium	CaO	ICP-AES	21,93
Oxyde de magnésium	MgO	ICP-AES	0,26
Oxyde de sodium	Na ₂ O	ICP-AES	0,27
Oxyde de potassium	K ₂ O	ICP-AES	0,03
Anhydride sulfurique	SO ₃	ICP-AES	0,88
Chlorures	Cl	Potentiométrie	0,00
Soufre des sulfures	S	LCPC n°M8/ TEST	0,00
Résidu insoluble	RI	LCPC n°M1	62,43
Perte au feu à 975°C	PAF	LCPC n°M6	(4,19)
Perte au feu à 1140°C-Air	PAF	ATG/ATD	4,57
Oxyde de manganèse	MnO	ICP-AES	0,01
Total des éléments dosés			99,78
Chaux libre	CaO L	Glycol-acidimétrie	

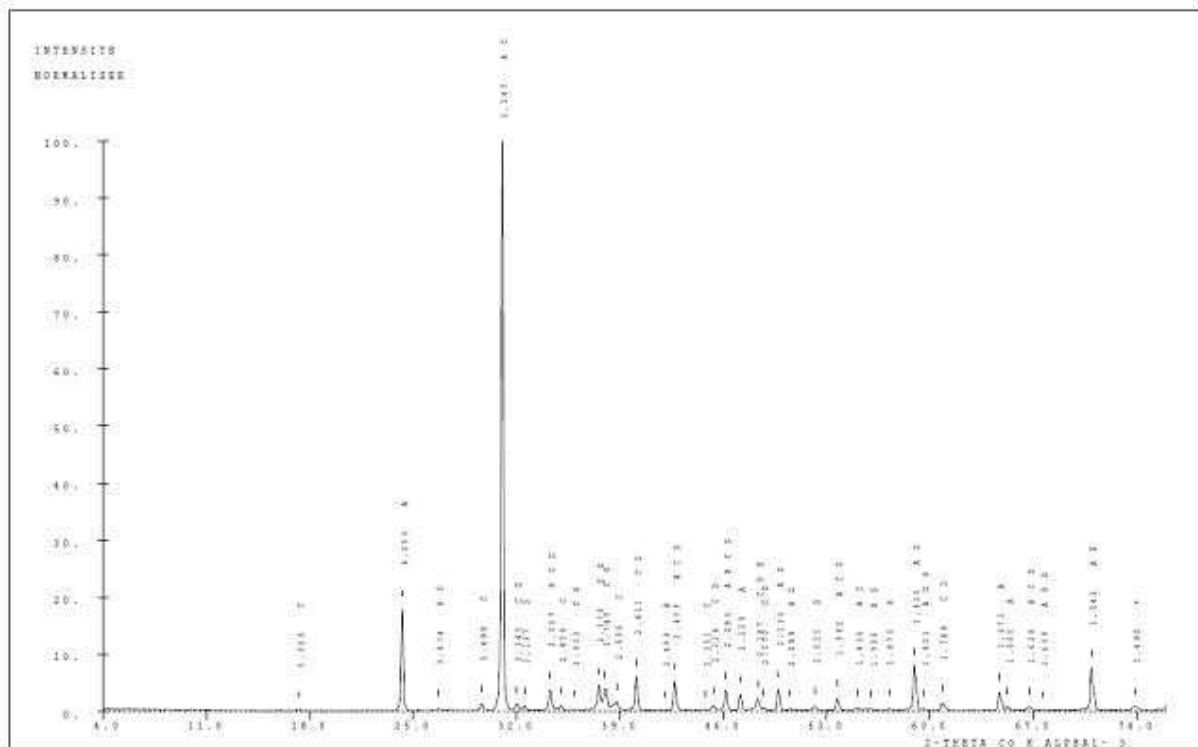
- **Analyse ICP du produit M6**

Référence		Méthode	%
Silice soluble	SiO ₂	LCPC n°M3 / ICP-AES	7,74
Oxyde d'aluminium	Al ₂ O ₃	ICP-AES	1,59
Oxyde de titane	TiO ₂	ICP-AES	0,09
Oxyde ferrique	Fe ₂ O ₃	ICP-AES	0,78
Oxyde de calcium	CaO	ICP-AES/LCPC n° M4	29,70
Oxyde de magnésium	MgO	ICP-AES	0,90
Oxyde de sodium	Na ₂ O	ICP-AES	0,10
Oxyde de potassium	K ₂ O	ICP-AES	0,24
Anhydride sulfurique	SO ₃	ICP-AES	0,98
Chlorures	Cl	Potentiométrie	0,21
Soufre des sulfures	S	LCPC n°M8/ TEST	0,00
Résidu insoluble	RI	LCPC n°M1	49,29
Perte au feu à 1000°C	PAF	LCPC n°M6	(8,04)
Perte au feu à 1000°C (Azote)	PAF	ATG/ATD	7.95
Oxyde de manganèse	MnO	ICP-AES	0,01
Oxyde de Phosphore	P ₂ O ₅	ICP-AES	
Total des éléments dosés			99,59

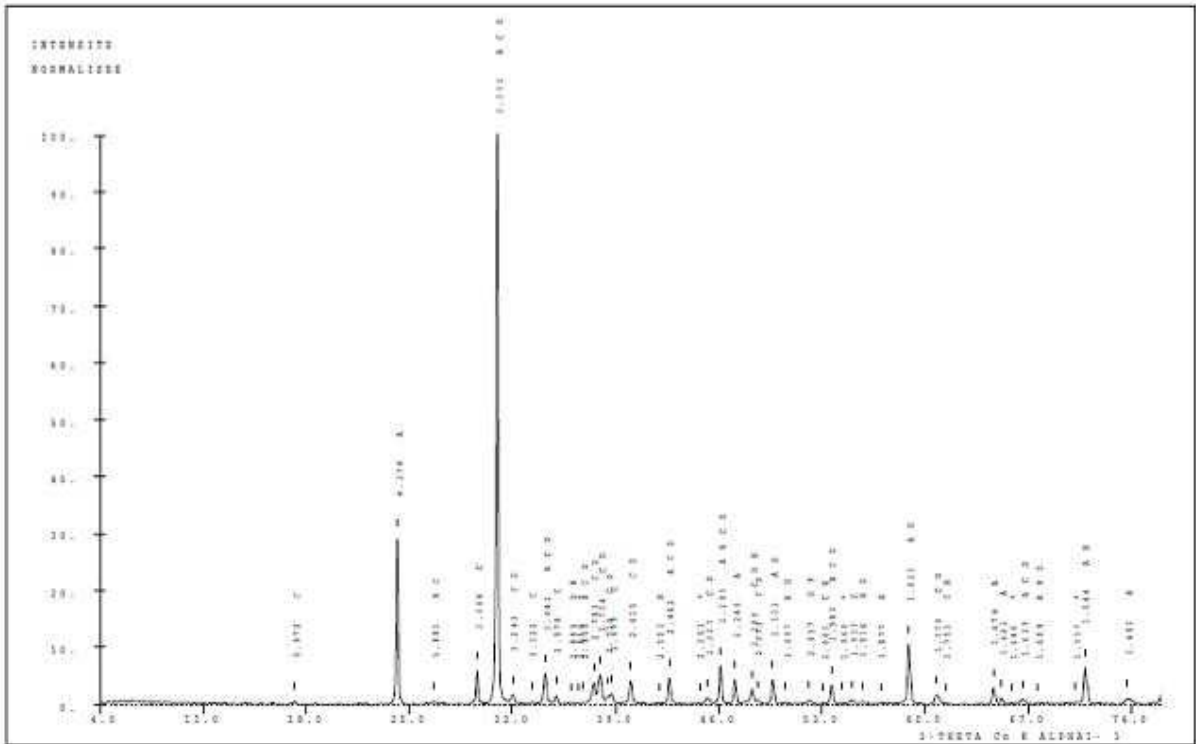
Annexe 2 : Analyse DRX des produits commerciaux



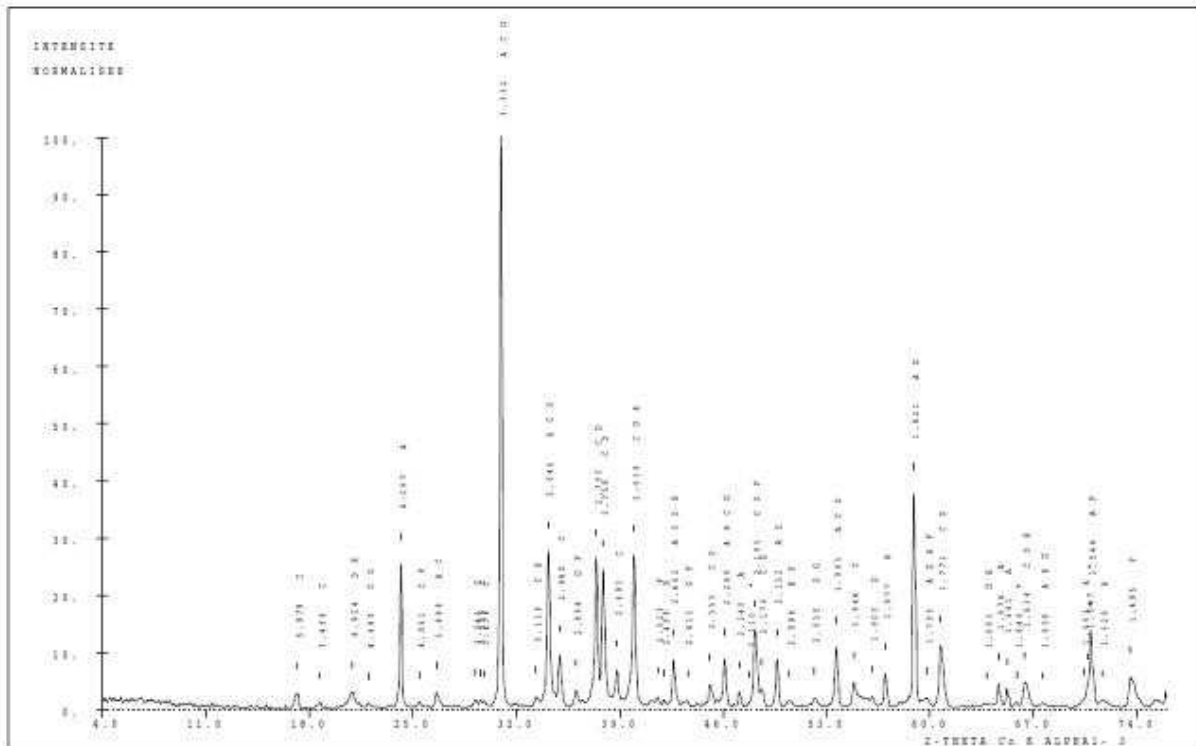
- Analyse DRX du produit M1



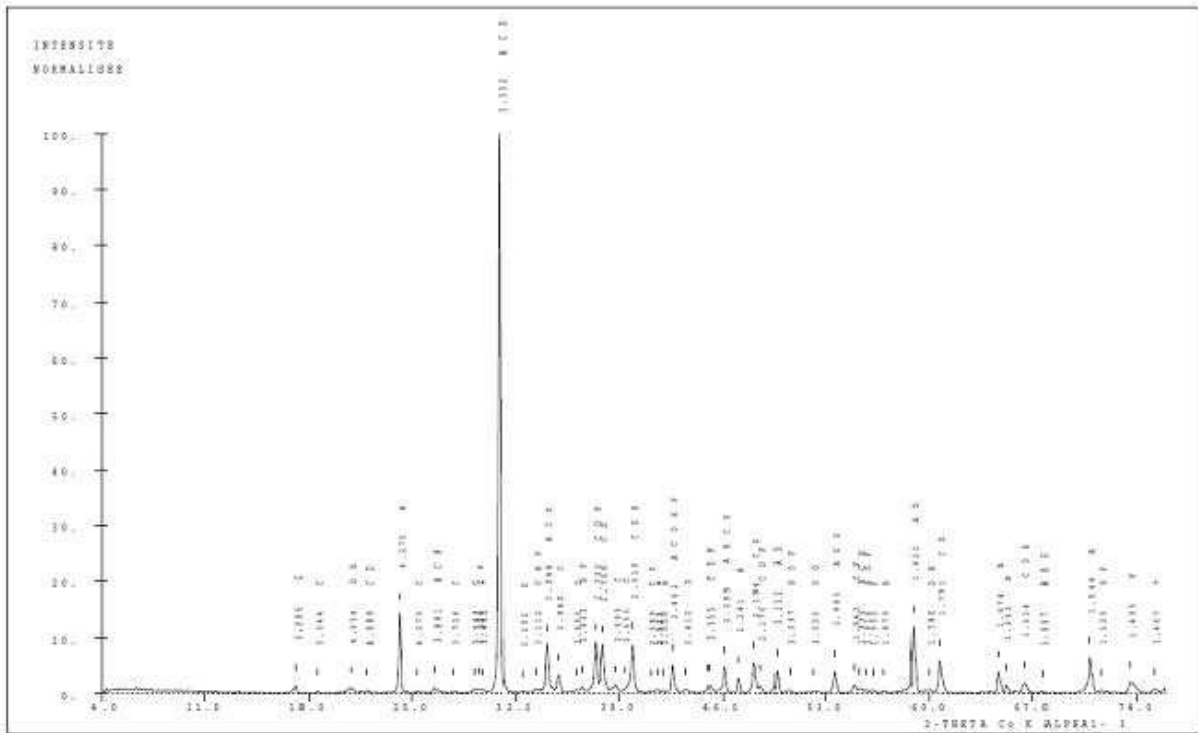
- Analyse DRX du produit M2



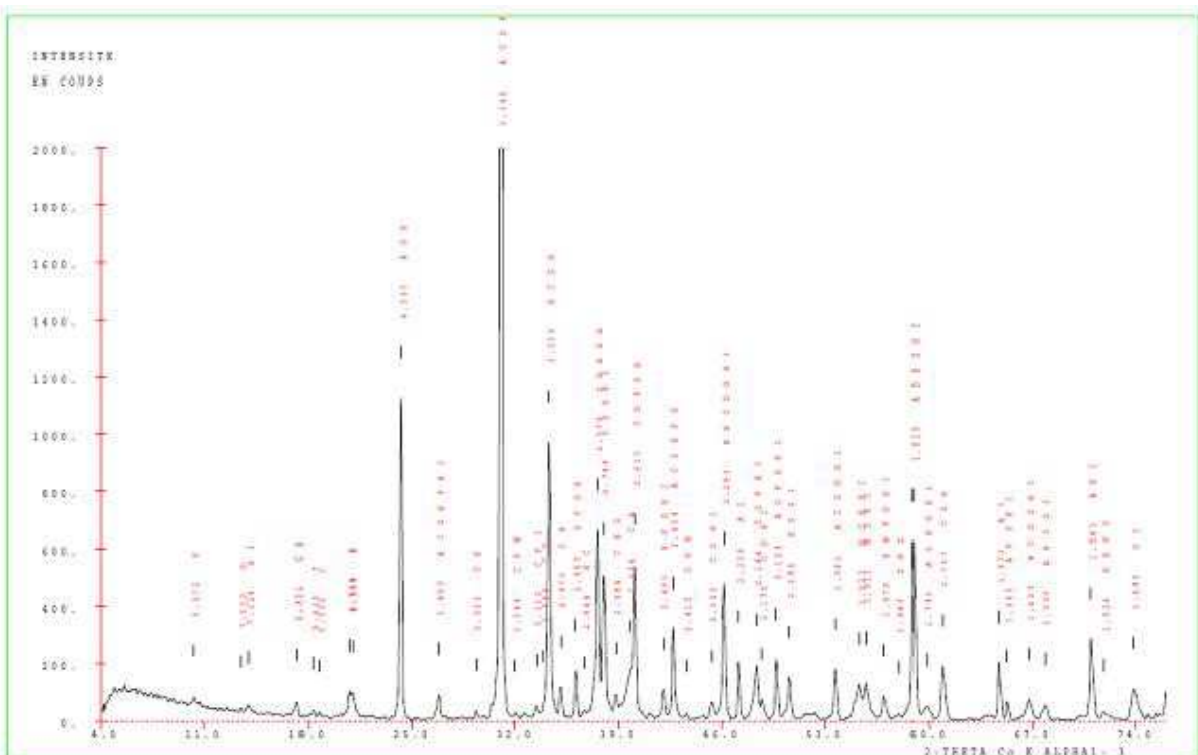
- **Analyse DRX du produit M3**



- **Analyse DRX du produit M4**



- **Analyse DRX du produit M5**



- **Analyse DRX du produit M6**

Annexe 3 : Table de la loi de Fisher et Student

$\nu_1 \backslash \nu_2$	0.6	0.7	0.8	0.9	0.95	0.975	0.99	0.999
1	0.325	0.727	1.376	3.078	6.314	12.706	63.656	318.289
2	0.289	0.617	1.061	1.886	2.920	4.303	9.925	22.328
3	0.277	0.584	0.978	1.638	2.353	3.182	5.841	10.214
4	0.271	0.569	0.941	1.533	2.132	2.776	4.604	7.173
5	0.267	0.559	0.920	1.476	2.015	2.571	4.032	5.894
6	0.265	0.553	0.906	1.440	1.943	2.447	3.707	5.208
7	0.263	0.549	0.896	1.415	1.895	2.365	3.499	4.785
8	0.262	0.546	0.889	1.397	1.860	2.306	3.355	4.501
9	0.261	0.543	0.883	1.383	1.833	2.262	3.250	4.297
10	0.260	0.542	0.879	1.372	1.812	2.228	3.169	4.144
11	0.260	0.540	0.876	1.363	1.796	2.201	3.106	4.025
12	0.259	0.539	0.873	1.356	1.782	2.179	3.055	3.930
13	0.259	0.538	0.870	1.350	1.771	2.160	3.012	3.852
14	0.258	0.537	0.868	1.345	1.761	2.145	2.977	3.787
15	0.258	0.536	0.866	1.341	1.753	2.131	2.947	3.733
16	0.258	0.535	0.865	1.337	1.746	2.120	2.921	3.686
17	0.257	0.534	0.863	1.333	1.740	2.110	2.898	3.646
18	0.257	0.534	0.862	1.330	1.734	2.101	2.878	3.610
19	0.257	0.533	0.861	1.328	1.729	2.093	2.861	3.579
20	0.257	0.533	0.860	1.325	1.725	2.086	2.845	3.552
21	0.257	0.532	0.859	1.323	1.721	2.080	2.831	3.527
22	0.256	0.532	0.858	1.321	1.717	2.074	2.819	3.505
23	0.256	0.532	0.858	1.319	1.714	2.069	2.807	3.485
24	0.256	0.531	0.857	1.318	1.711	2.064	2.797	3.467
25	0.256	0.531	0.856	1.316	1.708	2.060	2.787	3.450
26	0.256	0.531	0.856	1.315	1.706	2.056	2.779	3.435
27	0.256	0.531	0.855	1.314	1.703	2.052	2.771	3.421
28	0.256	0.530	0.855	1.313	1.701	2.048	2.763	3.408
29	0.256	0.530	0.854	1.311	1.699	2.045	2.756	3.396
30	0.256	0.530	0.854	1.310	1.697	2.042	2.750	3.385
32	0.255	0.530	0.853	1.309	1.694	2.037	2.738	3.365
34	0.255	0.529	0.852	1.307	1.691	2.032	2.728	3.348
36	0.255	0.529	0.852	1.306	1.688	2.028	2.719	3.333
38	0.255	0.529	0.851	1.304	1.686	2.024	2.712	3.319
40	0.255	0.529	0.851	1.303	1.684	2.021	2.704	3.307
42	0.255	0.528	0.850	1.302	1.682	2.018	2.698	3.296
44	0.255	0.528	0.850	1.301	1.680	2.015	2.692	3.286
46	0.255	0.528	0.850	1.300	1.679	2.013	2.687	3.277
48	0.255	0.528	0.849	1.299	1.677	2.011	2.682	3.269
50	0.255	0.528	0.849	1.299	1.676	2.009	2.678	3.261
60	0.254	0.527	0.848	1.296	1.671	2.000	2.660	3.232
70	0.254	0.527	0.847	1.294	1.667	1.994	2.648	3.211
80	0.254	0.526	0.846	1.292	1.664	1.990	2.639	3.195
90	0.254	0.526	0.846	1.291	1.662	1.987	2.632	3.183
100	0.254	0.526	0.845	1.290	1.660	1.984	2.626	3.174
200	0.254	0.525	0.843	1.286	1.653	1.972	2.601	3.131
500	0.253	0.525	0.842	1.283	1.648	1.965	2.586	3.107
∞	0.253	0.524	0.842	1.282	1.645	1.960	2.576	3.091

Annexe 4 : Estimation de la rugosité des supports d'adhérence

Pour déterminer la rugosité des demi-éprouvettes avant utilisation, nous nous sommes inspirés de la technique de mesure de la profondeur de macrotecture d'une surface de revêtement NF EN 13036-1. Le principe de cette norme est d'étaler sur la surface du matériau analysé une quantité connue de sable normalisé et de mesurer le diamètre de la surface ayant pu être recouverte par ce matériau. Connaissant la quantité de matériau qui a été étalé et sa surface spécifique, on déduit la profondeur moyenne de texture, caractéristique de la rugosité.

Dans notre situation, nous avons utilisé trois matériaux différents:

- Des billes de verre de diamètre compris entre 0 et 45 microns
- Des billes de verre de diamètre compris entre 106 et 212 microns
- Du sable normalisé avec une granulométrie maximale de 250 microns.

Contrairement à la méthode décrite dans la norme, nous avons mesuré la quantité de matériau nécessaire pour recouvrir totalement la surface des éprouvettes (4x4 cm²). A partir de cette masse est déduite la hauteur correspondant à la rugosité moyenne de l'éprouvette grâce à la droite d'étalonnage préalablement construite (Figure 1).

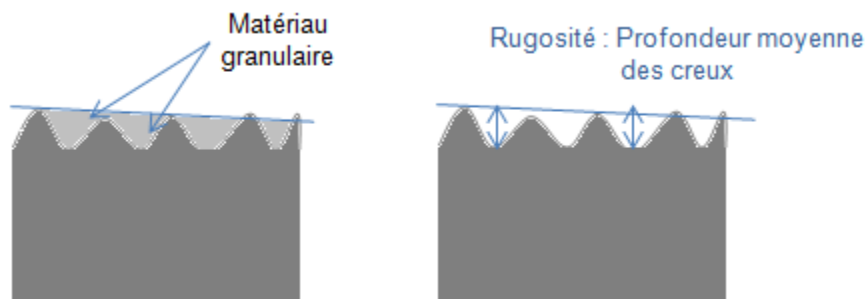


Figure 1 : Mesure de la rugosité

Pour déterminer cette droite d'étalonnage, on mesure la masse correspondant à une hauteur de bille de verre contenue dans un bécher de 50mL de dimensions connues. On trace ainsi la hauteur du matériau granulaire en fonction de la masse des ces billes par unité de surface. Le résultat est donné par la Figure 2.

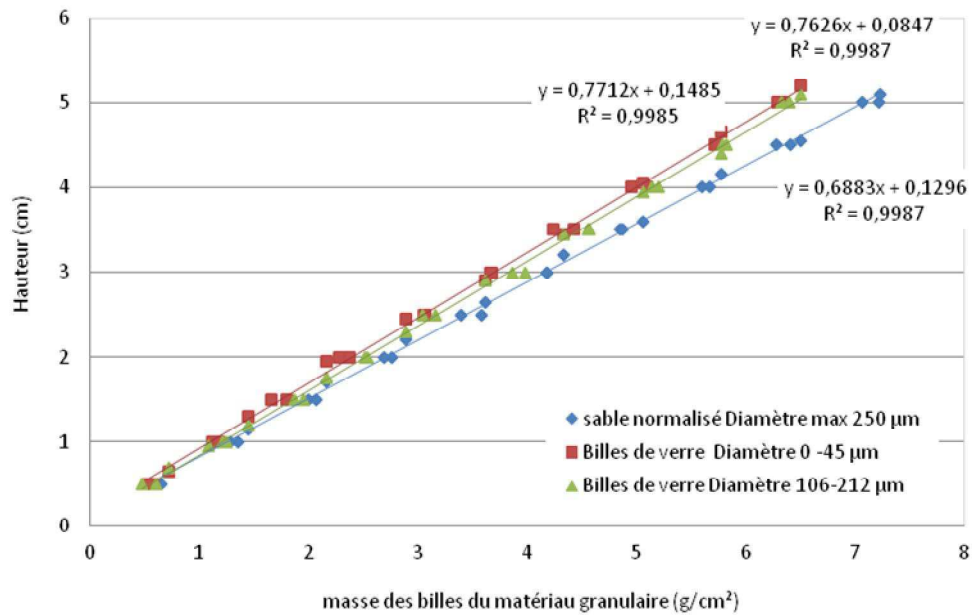


Figure 2 : Courbes d'étalonnage de la hauteur des matériaux granulaires dans le bécher en fonction de leur masse par unité de surface

On obtient une bonne corrélation entre la masse de grains et la hauteur dans le bécher pour les trois types de matériaux.

Grâce à cette méthode, les mesures de rugosité ont été réalisées sur deux demi-épreuves supports. Les photographies présentées en Figure 3 montrent une de ces éprouvettes après étalement du matériau granulaire.

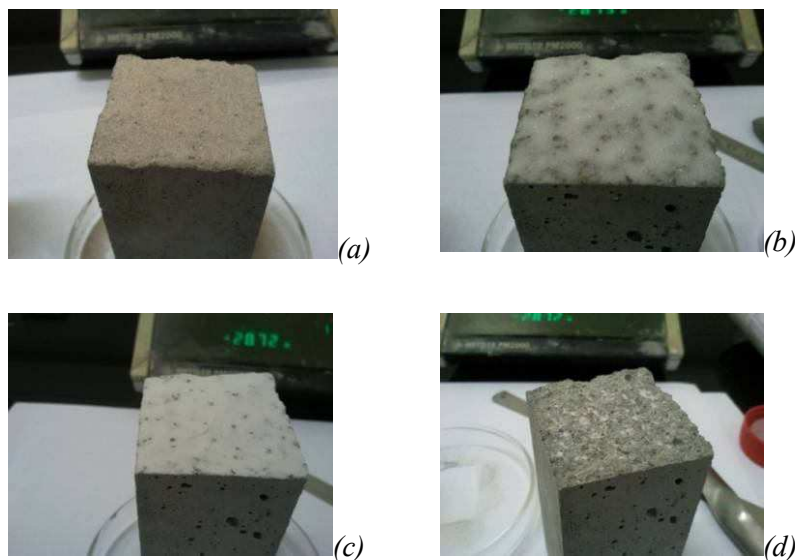


Figure 3 : Etalement des matériaux granulaires sur la surface des demi-épreuves pour la mesure de leur rugosité. (a) Sable normalisé. (b) Billes de verre diamètre 106-212µm. (c) Billes de verre diamètre 0-45µm. (d) Demi-épreuve après nettoyage des billes de verre diamètre 0-45µm.

Trois mesures ont été faites sur chaque demi-éprovette avec les trois types de grains. Les résultats sont présentés dans le tableau 1.

Tableau 1 : Mesures de rugosité

	SN* D**=250µm		BV*** D=0-45µm		BV D=106-212µm	
	γ (cm)	σ	γ (cm)	σ	γ (cm)	σ
<i>Ech 1</i>	0,222	0,0022	0,241	0,0023	0,207	0,0058
<i>Ech 2</i>	0,232	0,0013	0,244	0,0020	0,212	0,0015
γ_{Moy} (cm)	0,227		0,242		0,210	
σ	0,006		0,002		0,005	

* SN : Sable Normalisé

** D : Diamètre

*** BV : Billes de verre

On remarque ainsi que les rugosités mesurées avec les différents granulés sont du même ordre de grandeur, autour de 0,2cm.

Référence Normative

NF EN 13036-1 : Caractéristiques de surface des routes et aérodromes - Méthodes d'essai - Partie 1 : mesurage de la profondeur de macrotecture de la surface d'un revêtement à l'aide d'une technique volumétrique à la tâche, Septembre 2012