

INFLUENCE DU SÉCHAGE SUR LES PROPRIÉTÉS D'ADHÉRENCE D'UN MORTIER ADJUVANTÉ PAR UN ÉTHER DE CELLULOSE

T. MAUROUX¹, Ph. TURCRY^{1,*}, F. BENBOUDJEMA², A. AIT-MOKHTAR¹, B. RUOT³

¹ LaSIE, FRE-CNRS 3474, Université de La Rochelle, Avenue Michel Crépeau, 17000 La Rochelle

² LMT-Cachan, ENS-Cachan, Paris 6 University, CNRS, UniverSud Paris PRES, 61 Avenue du président Wilson,
94230 Cachan

³ CSTB, 84 Avenue Jean Jaurès, Champs-sur-Marne, 77447 Marne-la-Vallée

*philippe.turcry@univ-lr.fr

benboud@ens-cachan.fr

karim.ait-mokhtar@univ-lr.fr

bertrand.ruot@cstb.fr

1. INTRODUCTION

A la différence des bétons de structure, les mortiers industriels – enduits, chapes ou colles – ont fait l'objet de peu de travaux de recherche. Ces matériaux à la formulation complexe contiennent, en plus du sable et des liants, des polymères (éther de cellulose, latex, etc.) qui modifient fortement leurs comportements.

C'est dans ce contexte qu'un consortium d'étude et de recherche sur les mortiers (CEREM) regroupant une vingtaine d'industriels nationaux et internationaux du secteur (mortiers industriels, adjoints, additions minérales, etc.) et de laboratoires universitaires a été créé sous l'égide du CSTB afin de mener des études sur les performances à court et à long terme (durabilité) de ces matériaux.

Le phénomène étudié ici est la perte d'adhérence liée au séchage d'un mortier enduit sur un support. Le retrait de séchage génère des contraintes de traction au sein du mortier et/ou à l'interface entre le mortier et son support. La fissuration résultante dégrade la qualité de l'adhérence entre les deux matériaux et la viabilité du système. Pour

contrôler le risque de fissuration, une cure prolongée, c'est-à-dire une protection contre le séchage après la mise en place, est a priori une solution efficace, si on se réfère à la littérature sur le retrait des bétons [NEV 90]. Il est connu que le séchage ralentit l'hydratation du ciment et modifie le développement des propriétés mécaniques (diminution du module de Young et de la résistance en traction et augmentation de la résistance en compression, e.g. [YUR 06]). Pour étudier l'influence de la cure sur l'adhérence entre un mortier et un support, une campagne expérimentale a été menée sur une composition de mortier industriel « type » contenant pour adjoint des éthers de cellulose.

Dans un premier temps, le mortier a été caractérisé seul, en conditions endogènes et pour différents temps de cure (1, 3 et 7 jours). L'hydratation du ciment a été étudiée par analyse thermogravimétrique. Le retrait de séchage et la perte de masse due au séchage ont été mesurés, en conditions contrôlées, en fonction du temps pour les trois durées de cure. Les propriétés mécaniques, résistance à la traction et module élastique, ont été déterminées dès le jeune âge au moyen d'essais de flexion.

Dans un second temps, le complexe mortier/support a été étudié. Le support utilisé est un bloc de béton avec différents états de surface (lisse ou sablée). L'adhérence du système a été déterminée à l'aide d'essais de cisaillement à l'interface et d'essais d'arrachement. Les conséquences du retrait, c'est-à-dire la fissuration du mortier et/ou de l'interface mortier/support, ont été observées avec un dispositif original basé sur la corrélation d'images.

L'ensemble des résultats nous permet d'évaluer et d'analyser l'influence de la cure sur l'adhérence entre le mortier étudié et son support.

2. PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

2.1. Matériaux étudiés

Typique des mortiers industriels, la composition étudiée contient un ciment CEMI 52.5, un sable siliceux 0/2 mm et un filler siliceux, dont les proportions massiques dans le mélange sec sont respectivement 30, 65 et 5%. A ces constituants s'ajoute un éther de cellulose (hydroxypropyl-méthyl cellulose ou MHPC) dosé à 0,1%. Le rapport E/C est égal à 1 (la stabilité du mélange est assurée par l'éther de cellulose). Après un malaxage de 30 min, le mortier obtenu est très fluide avec environ 5% d'air occlus.

Différentes durées de cure ont été étudiées : 1, 3 et 7 jours. La cure s'entend ici comme une protection contre la dessiccation des échantillons (conservation à 23°C dans le moule enveloppé dans un polyane et aluminium adhésif). Dans le cas des essais d'adhérence, le mortier a été appliqué sur des supports en béton cubiques (20x20x20 cm³) respectant la norme EN 1766:2000, réalisés par une société spécialisée avec trois traitements de surface : une surface sciée et deux surfaces sablées de profondeur (1-2 mm) et (3-4 mm). Deux semaines avant les essais, les blocs sont placés dans les conditions d'humidité et de température d'essais (60±5% H.R. et 23±2°C).

2.2. Protocoles expérimentaux

2.2.1. Caractérisation du mortier

La caractérisation du mortier a été effectuée au moyen de prismes 2x4x16 cm. La cinétique d'hydratation du ciment a été étudiée par analyse thermogravimétrique (ATG). Des échantillons ont été prélevés, à diverses échéances, dans des prismes conservés en conditions endogènes. Afin d'évaluer l'impact du séchage, des éprouvettes prismatiques ont été conservées, après décoffrage à 1 ou 7 jours, dans une enceinte à 60% HR et 23°C. A diverses échéances, des échantillons de 5 mm de côté ont été prélevés par sciage en bordure des prismes (proche de la surface à l'air libre).

La porosité accessible à l'eau a été mesurée en suivant le protocole de l'AFPC-AFREM. Le retrait et la perte de masse due au séchage ont été mesurés, à 60% HR et 23°C, sur les prismes équipés de plots aux extrémités. Pour assurer un séchage symétrique, les côtés (2x4 cm) ont été étanchéifiés avec de l'aluminium adhésif. Cette disposition permet d'être représentatif d'un mortier séchant sur une seule face. Des isothermes de sorption et désorption ont été mesurées avec des méthodes « statiques » et dynamiques [MAU 11]. Enfin, les propriétés mécaniques, résistance à la traction et module élastique, ont été déterminées dès le jeune âge au moyen d'essais de flexion avec mesure des déplacements par analyse d'images.

2.2.2. Caractérisation du système « mortier / support »

Les performances mécaniques du système « mortier / support » (adhérence) ont été déterminées à l'aide d'essais de cisaillement pratiqués à l'interface, dits essais « bi-surface », et d'essais d'arrachement, dits « pull off » (fig. 1). La fissuration due au retrait, dans le mortier et/ou à l'interface mortier/support, a été observée avec un dispositif original basé sur la corrélation d'images (fig. 2) [HIL 02]. Les dispositifs expérimentaux sont décrits en détails dans [MAU 11] [MAU 12].

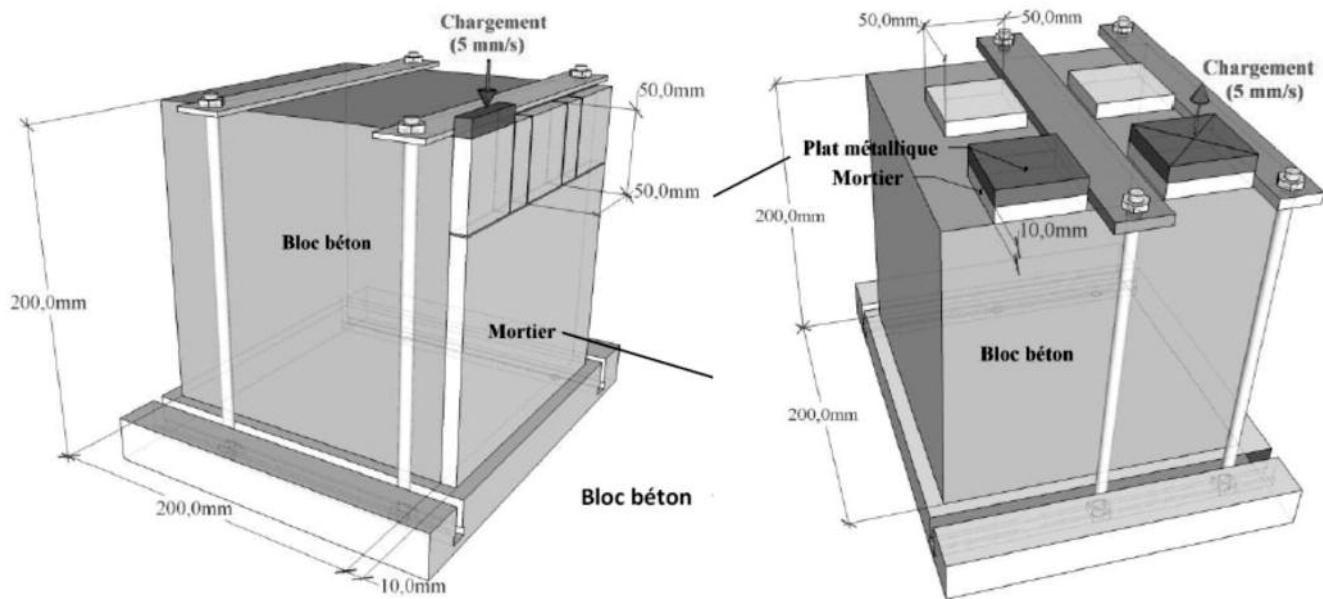


Figure 1. Dispositifs de caractérisation de l'adhérence entre mortier et support : essai « bi-surface » (à droite) et « pull-off » (à gauche).

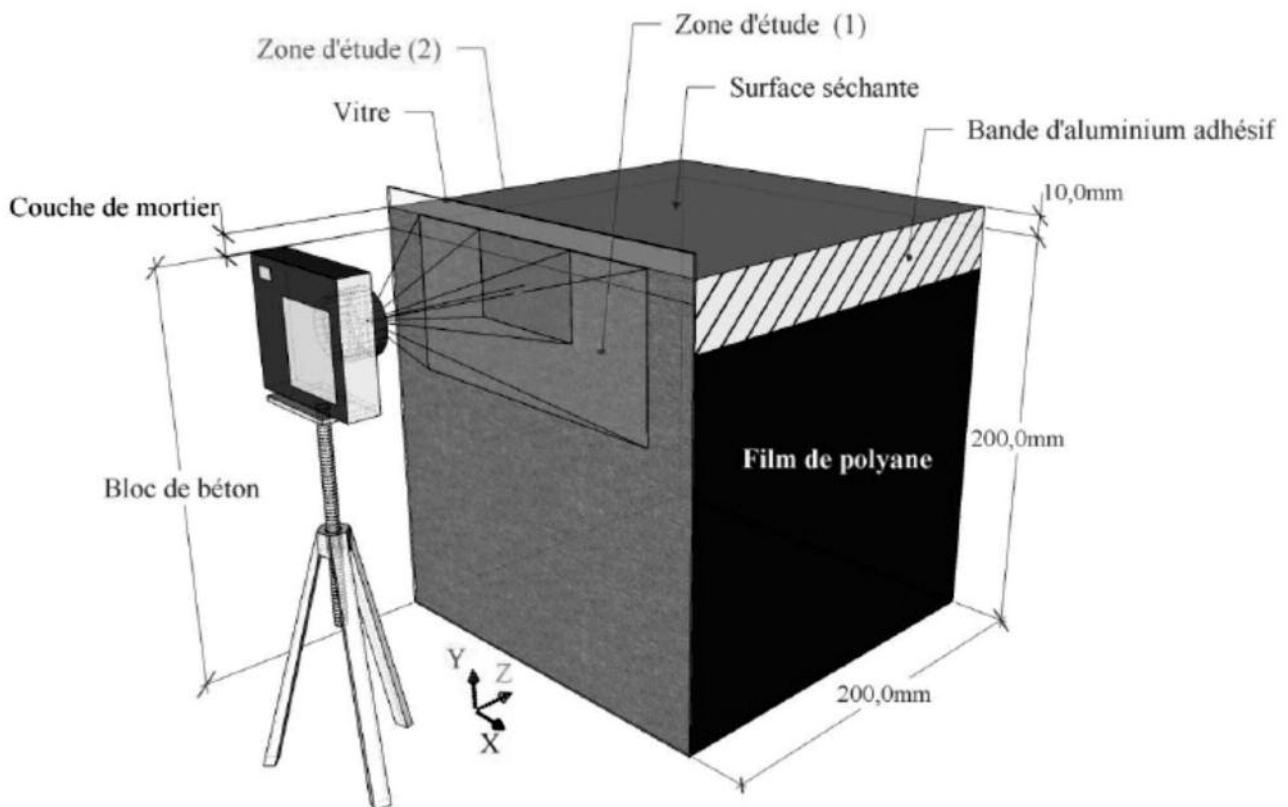


Figure 2. Dispositif de suivi de la fissuration due au retrait dans une zone d'étude à l'interface mortier / support.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1. Influence du temps de décoffrage sur l'adhérence

Quel que soit le mode de mesure, « bi-surface » ou « pull-off », une cure prolongée, de 1 à 7 jours, n'a pas d'effet bénéfique sur l'adhérence du mortier sur le support. Le seul cas où la cure améliore l'adhérence est celui du support lisse (surface sciée) pour lequel le mortier décoffré à 1 jour est complètement décollé après quelques jours de

séchage (les essais d'adhérence n'ont pas été réalisés et la contrainte à la rupture a été posée nulle sur la figure 3). Pour les deux supports à surface sablée, l'adhérence à 30 jours est du même ordre de grandeur pour toutes les durées de cure. Les contraintes à la rupture obtenues par « pull-of » se sont même révélées plus élevées pour un décoffrage à 1 jour.

Ces résultats sont en contradiction avec les tendances classiquement observées dans le cas des bétons. En effet, la cure améliore la plupart des propriétés du matériau. Nous analysons dans la suite les causes de cette contradiction.

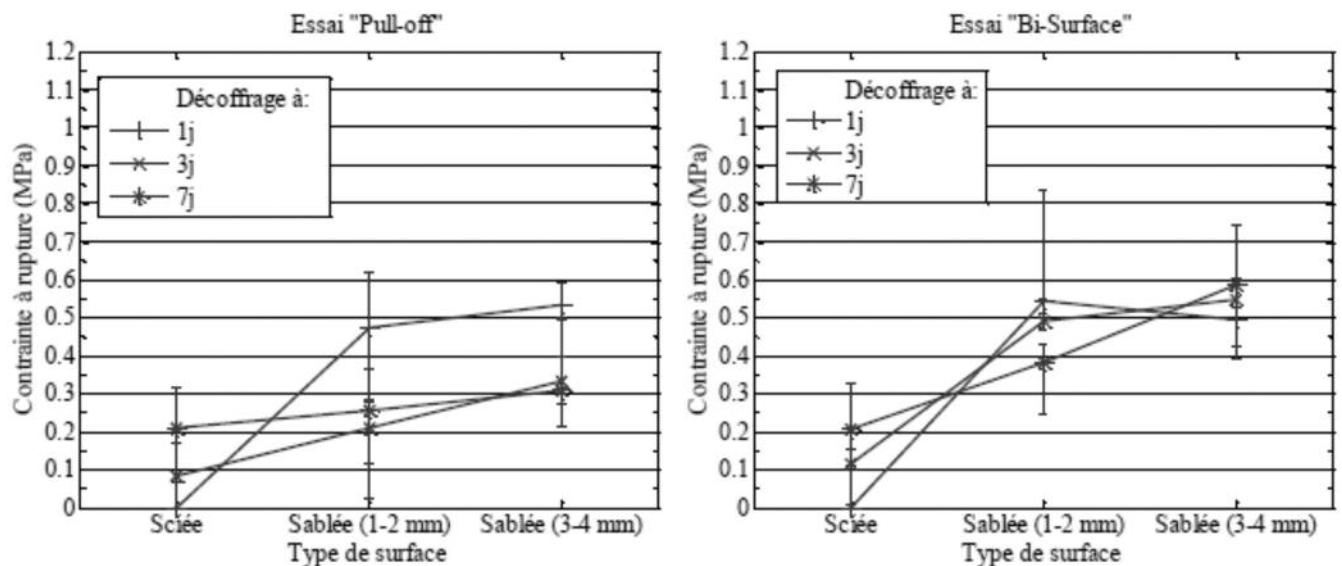


Figure 3. Contraintes à la rupture mesurées par essais « pull-off » ou « bi-surface », à 30 jours, pour 3 durées de cure et 3 types de surfaces.

3.2. Fissuration à l'interface

La figure 4 donne un exemple de cartographie de l'endommagement calculé à partir des images prises à l'aide du dispositif de suivi de la fissuration (fig. 2). Connaissant les champs de déplacement, il est possible d'estimer l'ouverture des fissures à l'interface (discontinuité du déplace-

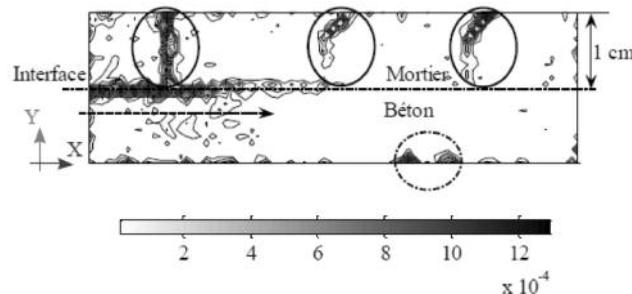


Figure 4. Exemple de cartographie de l'endommagement calculé, à partir d'une analyse par corrélation d'images, dans la zone à l'interface entre mortier et support.

ment). La figure 5 donne les ouvertures à l'interface pour chaque durée de cure et support. Les ouvertures ont été tracées en fonction du retrait libre de séchage (moteur de la fissuration).

Le résultat pour la surface sciée confirme les observations précédentes sur l'adhérence : le mortier décoffré à 1 jour est totalement désolidarisé du support (ouverture de fissure de plus de 100 µm mesurée en fin d'essai). De même, les tendances obtenues avec les essais d'adhérence pour les supports sablés se corrèlent bien avec celles obtenues pour la fissuration : la cure n'a pas d'effet bénéfique et, au contraire, de plus grandes ouvertures sont mesurées pour les durées de cure les plus longues.

3.3. Influence de la cure sur les propriétés du mortier

Le suivi de l'hydratation par ATG montre que le séchage affecte l'hydratation du ciment : la quantité de Portlandite

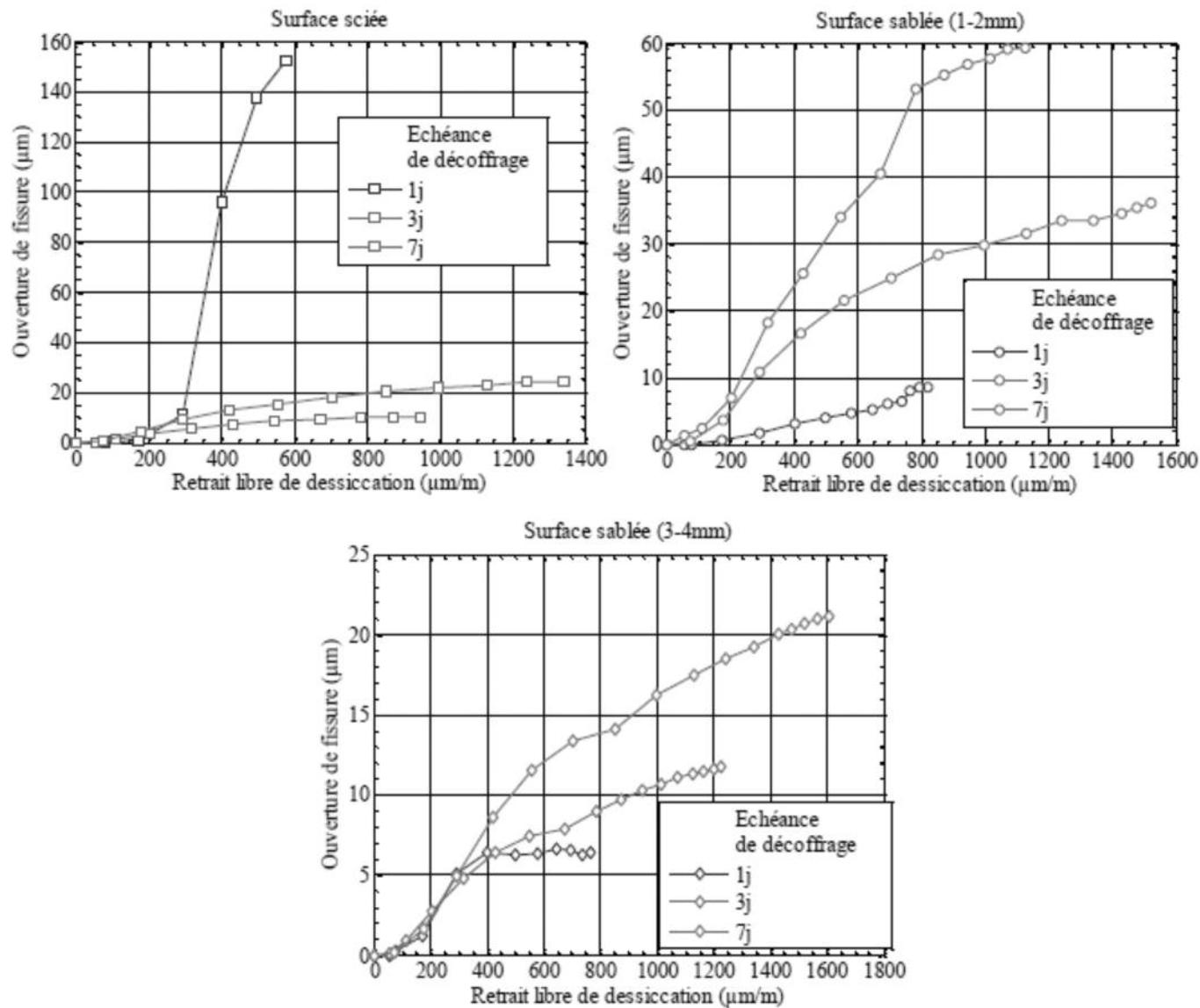


Figure 5. Ouverture de fissures à l'interface mortier/support en fonction du retrait libre, pour les 3 durées de cures et les 3 types de support.

dans les échantillons prélevés à proximité de la surface soumise au séchage n'évolue quasiment plus après le décoffrage à 1 jour (fig. 6). Plus la cure est longue, plus l'hydratation est avancée [POW 47]. Les essais de flexion le confirment : la résistance à la traction et le module élastique mesurés à l'âge de 30 jours sont environ 20% plus faibles pour un décoffrage à 1 jour que pour une conservation en conditions endogènes.

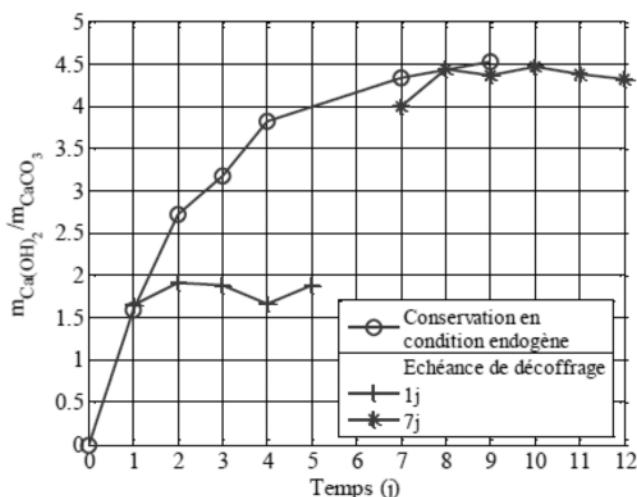


Figure 6. Masses de Portlandite mesurées par ATG dans des échantillons en conditions endogènes ou prélevés proche de la surface à l'air libre (rapportées au CaCO_3 , qui sert de marqueur du ciment car présent uniquement dans ce celui-ci).

En définitive, la seule propriété mesurée qui s'accorde bien aux résultats des essais de l'adhérence ou du suivi de la fissuration à l'interface est le retrait de séchage. En effet, le retrait libre a une amplitude plus grande dans le cas d'un décoffrage à 7 jours que dans le cas d'un décoffrage à 1 jour (fig. 7). C'est un phénomène étonnant au regard de la littérature sur les bétons. Notons néanmoins que Monge avait obtenu une même tendance sur des mortiers contenant des latex ou des éthers de cellulose [MON 07]. Les résultats sur pâte de ciment de Ferraris montrent des tendances en accord avec nos résultats ou en contradiction, selon le rapport E/C [FER 86]. Nos résultats soulèvent en tout cas la question de l'influence de la cure sur le méca-

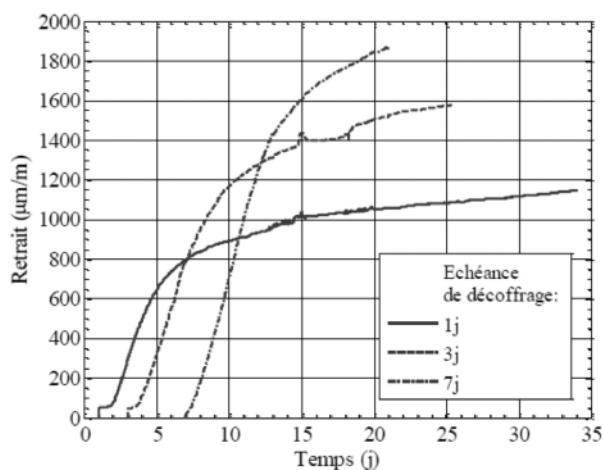


Figure 7. Retrait libre de séchage pour trois échéances de décoffrage.

nisme même du retrait des mortiers adjuvantés par des éthers de cellulose.

Sur la figure 8, le retrait a été tracé en fonction de la perte de masse due au séchage. Cette représentation permet classiquement de mettre en évidence plusieurs phases : une première avec une grande perte de masse et l'absence de retrait et une seconde pendant laquelle la perte de masse s'accompagne d'un retrait. On retrouve ces deux phases dans le cas de notre mortier. Dans le cas des bétons, la première phase « dormante » est attribuée au développement d'une fissuration à la surface des éprouvettes, qui conduirait à limiter les déformations de retrait mesurées [YUR 06]. Cette hypothèse s'appuie d'une part sur des mesures de retrait libre sur des éprouvettes de faibles dimensions pour lesquelles aucune phase « dormante » n'est observée, d'autre part sur des simulations numériques [DES 08]. Cette hypothèse sert souvent à expliquer la diminution de la durée de la première phase avec l'augmentation du temps de décoffrage : le matériau étant plus résistant, la fissuration de surface serait en conséquence limitée.

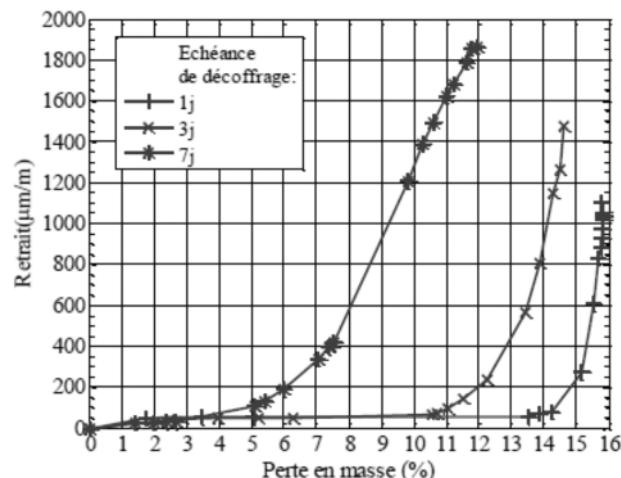


Figure 8. Retrait libre en fonction de la perte de masse due au séchage.

Dans notre cas, les éprouvettes sont de faibles dimensions et le mortier très poreux (porosité ~ 40%) ; donc la fissuration due aux gradients de retrait entre le cœur et la peau des éprouvettes est peu probable. D'ailleurs, des observations par fissuromètre optique de la surface n'ont révélé aucune fissure. Knapen montre par des observations au MEB sur des mortiers adjuvantés avec des éthers de cellulose que la présence du polymère limite la microfissuration de la matrice cimentaire [KNA 09]. La fissuration de surface du mortier étudié ici ne semble pas être à l'origine de la première phase.

Pour expliquer cette phase dormante, une autre hypothèse a déjà été proposée dans la littérature sur les bétons [NEV 90]. Le départ de l'eau libre des capillaires de grands diamètres n'entrainerait pas de retrait significatif, car la dépression capillaire responsable de la contraction du squelette solide serait trop faible. Rappelons que la dépression capillaire est inversement proportionnelle au diamètre des pores. Comme le montrent les isothermes de désorp-

tion, notre mortier est un matériau macro-poreux. On remarque en effet une forte désaturation du mortier quand l'humidité relative ambiante passe de 100 à 90% (fig. 9). Selon la loi de Kelvin, une humidité relative donnée correspond au diamètre de pores en deçà duquel la porosité est saturée en eau. Les isothermes de désorption nous conduisent donc à penser que, dans le cas de notre mortier, l'origine de la phase « dormante » est liée au départ de l'eau de la macroporosité.

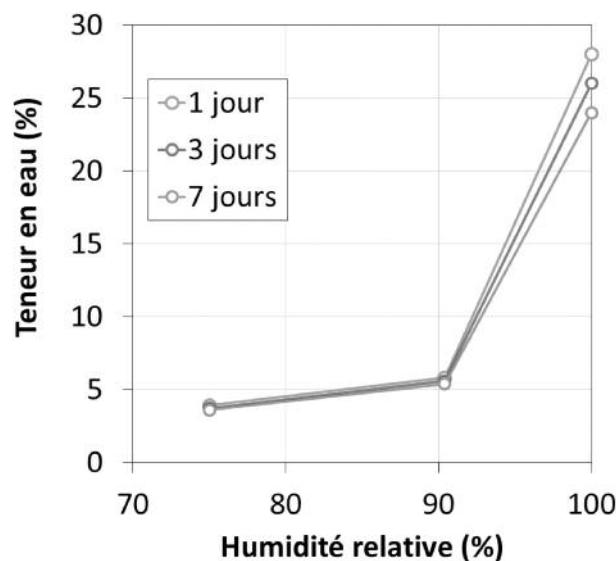


Figure 9. Isothermes de désorption mesurées par la méthode des solutions salines [MAU 11]

4. CONCLUSION

L'influence de la cure sur l'adhérence entre un mortier adjuvanté par un éther de cellulose et un support en béton a été étudiée expérimentalement. Les essais montrent un effet négatif d'une cure longue sur l'adhérence (sauf dans le cas d'un support totalement lisse). En outre, les retraits libres dus au séchage sont aussi plus élevés lorsque la cure est prolongée. Si ces deux résultats sont bien corrélés, ils contredisent nos *a priori* issus de nos expertises sur les

bétons. Du point de vue pratique, d'autres paramètres, comme le dosage en polymère, peuvent être envisagés pour diminuer le risque de fissuration et la perte d'adhérence [MAU 11].

5. REMERCIEMENT

Nous remercions le CEReM, coordonné par le CSTB, pour le financement de ces travaux de recherche.

6. BIBLIOGRAPHIE

- [DES 08] De Sa C., Benboudjema F., Thiery M., Sicard J., « Analysis of microcracking induced by differential drying shrinkage », *Cem. Concr. Comp.*, v. 30, 2008, p. 947-956.
- [FER 86] Ferraris C.F., Mécanismes du retrait de la pâte de ciment, Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1986.
- [HIL 02] Hild F., Raka B., Baudequin M., Roux S., Cantelaube F., « Multi-scale displacement field measurements of compressed mineral wool samples by digital image correlation », *Appl. Opt.*, vol. 32, 2002, p. 6815-6828.
- [KNA 09] Knapen E., Van Gemert D., « Cement hydration and microstructure formation in the presence of water-soluble polymers », *Cem. Concr. Res.*, vol. 39, 2009, p. 6-13.
- [MAU 11] Mauroux T., Impact du séchage sur les propriétés d'adhérence entre un mortier et un support, Thèse de doctorat, Université de La Rochelle, 2011.
- [MAU 12] Mauroux T., Benboudjema F., Turcry Ph., Ait-Mokhtar A., Deves O., « Study of cracking due to drying in coating mortars by digital image correlation », *Cem. Concr. Res.*, vol. 42, n° 7, 2012, p. 1014-1023.
- [NEV 90] Neville A.M., *Propriétés des bétons*, Editions Eyrolles, 1990.
- [MON 07] Monge J., Fissuration des mortiers en couches minces- Effets de l'hydratation,du séchage et de la carbonation, Thèse de doctorat, ENS Cachan, 2007.
- [POW 47] Powers T.C., « A discussion of cement hydration in relation to the curing of concrete », *Highway Res. Bd. Proc.*, 27, 1947, p. 178-188.
- [YUR 06] YURTDAS I., PENG H., BURLION N., SKOCZYLAS F., « Influence of water by cement ratio on mechanical properties of mortars submitted to drying », *Cem. Concr. Res.*, vol. 36, 2006, p. 1286-1293.